

# Feststoffdynamik und Partikelverweilzeiten am Beispiel der Top-Spray Wirbelschichtsprühgranulation

## **Dissertation**

zur Erlangung des akademischen Grades

**Doktoringenieur  
(Dr.-Ing.)**

von Dipl.-Ing. Matthias Börner  
geb. am 10.09.1982 in Magdeburg

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

Promotionskommission: Prof. Dr.-Ing. habil. Dominique Thévenin (Vorsitz)

Prof. Dr.-Ing. habil. Evangelos Tsotsas (Gutachter)

Prof. Dr.-Ing. habil. Stefan Heinrich (Gutachter)

Hon.-Prof. Dr.-Ing. Mirko Peglow (Gutachter)

eingereicht am 02.07.2013

Promotionskolloquium am 25.11.2013



# Vorwort

Die vorliegende wissenschaftliche Arbeit ist im Rahmen des Forschungsprojektes NaWiTec - Nachwuchsforschungsgruppe Wirbelschichttechnik - am Lehrstuhl für Thermische Verfahrenstechnik an der Otto-von-Guericke Universität in dem Zeitraum März 2008 bis Februar 2013 entstanden. Das bearbeitete Thema gliedert sich in das vom BMBF geförderte Gesamtvorhaben zur „Entwicklung einer modellbasierten Regelung für Wirbelschichtprozesse“ ein. Es behandelt die Beschreibung der Mehrphasenströmung in der Top-Spray Konfiguration eines Wirbelschichtsprühgranulators.

Das Forschungsprojekt NaWiTec wurde im Jahr 2007 von Prof. Mirko Peglow und Prof. Evangelos Tostas initiiert. Mit diesem Forschungsprojekt wurde der Forschungsstandort Magdeburg im Bereich der Wirbelschichttechnik gestärkt und weiter ausgebaut. In der Zusammenarbeit mit regionalen und überregionalen Firmen konnte die NaWiTec einen hohen wissenschaftlichen Stand erreichen. Die NaWiTec wurde anfangs durch Prof. Mirko Peglow geleitet. Ihm möchte ich einen besonderen Dank für die Betreuung und die Begutachtung dieser Arbeit aussprechen. Seine motivierende und begeisternde Art haben mich auf dem gesamten Weg der Promotion bekräftigt und zu höheren Leistungen angetrieben. Während dieser Zeit war er mit seiner Expertise ein exzellenter Ansprechpartner für die vielfältigsten Fragestellungen. Sein Engagement und seine Unterstützung haben maßgeblich zum Erfolg dieser Arbeit beigetragen. Einen großen Dank möchte ich ebenfalls Herrn Prof. Evangelos Tsotsas für die fachliche Betreuung und die Begutachtung der Arbeit widmen. Seine kritische Diskussion und fachliche Kompetenz waren in der Erstellung dieser Arbeit sehr hilfreich. Einen besonderen Dank möchte ich Prof. Stefan Heinrich für seine damalige Unterstützung und für die Begutachtung dieser Arbeit widmen. Durch die Verbindung zu der Arbeitsgruppe FCRE (Fundamentals of Chemical Reaction Engineering) von Prof. J.A.M. Kuipers, zur damaligen Situation 2008 an der Universität Twente aktuell an der Universität Eindhoven in den Niederlanden, konnte ich viele Erfahrungen in der bildbasierten Analyse optisch zugänglicher Mehrphasenströmungen erlangen, die im Rahmen dieser Arbeit sehr essentiell waren. Diese Erfahrungen und Erlebnisse in der Zeit in den Niederlanden haben mich für meinen weiteren Lebensweg geprägt.

Ein ganz besonderer Dank und hohe Anerkennung geht an meinen Zimmerkollegen Christian Fischer. Er hat mir in der Zeit der Forschungstätigkeit mit seinem umfangreichen Wissenstand immer für fachliche Diskussionen auf sehr hohem Niveau zur Seite gestanden. Bei schwierigen Aufgabenstellungen hat er mich oft zu alternativen Lösungen inspiriert. Zurückblickend hat es mir sehr große Freude bereitet, in einem solch tollen Forscherteam zu arbeiten. Dies umfasst die NaWiTec Mitglieder Dr. Andreas Bück, Dr. Mathias Dervedde, Susanne Bögelsack, Torsten Hoffmann, Franka Kretschmer sowie die Mitarbeiter des Lehrstuhls Thermische Verfahrenstechnik Dr. Robert Hampel, Dr. Plamena Ihlow, Philipp Bachmann, Neli Hampel und Magdalena Wassermann. Das Zusammenwirken als geschlossenes Team hinter den Zielen von NaWiTec hat das Forschungsprojekt entscheidend geprägt. Die im Rahmen dieser Arbeit verwendeten Versuchsanlagen und Messeinrichtungen wurden teilweise in Eigenkonstruktion gebaut. In diesem Zusammenhang möchte Diethardt Kürschner, der Werkstatt um Ernst-Albert Gehrke, sowie Lutz und Steven Herbst danken, die den Bau der Versuchsanlagen und meine fortwährenden Umbauarbeiten realisiert und professionell betreut haben. Anerkennung und höchsten Dank möchte ich an meine Studenten richten, insbesondere für ihre tatkräftige Unterstützung in den

experimentellen Untersuchungen durch Gunnar Ganzer oder in der C++ Programmierung durch den Informatiker Alexander Ernst. Gleichsam möchte ich den Mitarbeitern der AVA - Anhaltische Verfahrens- und Anlagentechnik Dr. Matthias Ihlow, Dr. Markus Henneberg und Florian Sajontz für ihre Zusammenarbeit danken.

Ich widme diese Arbeit meiner Verlobten Angela Kretzschmar. Ihre positive Einstellung in allen Lebenslagen über die Jahre hinweg haben mich extrem motiviert und unterstützt. Ebenso möchte ich meiner gesamten Familie danken, die mir diesen Lebensweg ermöglicht haben.

Die vorliegende Arbeit ist Bestandteil des durch das BMBF finanzierten InnoProfile Forschungsprojektes NaWiTec „Entwicklung einer modellbasierten Regelung für Wirbelschichtprozesse“ im Projektzeitraum März 2008 bis Februar 2013.



*„Es ist nicht genug, zu wissen, man muß auch anwenden; es ist nicht genug, zu wollen, man muß auch tun.“*

---

Johann Wolfgang von Goethe

# Kurzzusammenfassung

Die Top-Spray Wirbelschichtgranulation ist ein in der Feststoffindustrie häufig angewandtes Produktionsverfahren zur Formulierung von Partikeln mit dem Ziel, verbesserte Produkteigenschaften zu erreichen. Über die Prozessführung kann maßgeblich Einfluss auf die Produkteigenschaften genommen werden. Dabei sind die Teilprozesse der Partikelbefeuchtung und der Partikel-trocknung entscheidend. Über eine Zonenunterteilung des Wirbelschichtgranulationsprozesses können beide Teilprozesse separat betrachtet werden.

Im Rahmen dieser Arbeit wird für die Top-Spray Wirbelschicht eine Zwei-Zonenunterteilung präsentiert. Die Zonenunterteilung basiert auf der Grundlage der Messung aktiver Flüssigkeitstropfen. Über die örtliche Existenz der Flüssigkeitstropfen wird die Sprühzone definiert. Der exkludierte Prozessraum bildet die Trocknungszone aus. In beiden Zonen werden die Partikelgeschwindigkeit und die Partikelvolumenfraktion in einer hierfür speziellen flachen Wirbelschicht über bildbasierte Messmethoden bestimmt. Mit der Kopplung beider Messmethoden werden Partikelverweilzeiten für unterschiedliche Prozesszustände abgeleitet. Die Partikelverweilzeiten innerhalb der Zonen können als Auslegungsparameter für den Granulationsprozess verwendet werden. Weitere Anwendung finden Partikelverweilzeiten in einer populationsdynamischen Prozessbetrachtung der Granulation unter Verwendung sogenannter Kompartimentmodelle. Hierbei ist die Partikelverweilzeit entscheidend zur Beschreibung der Partikelaustauschprozesse zwischen den berücksichtigten Zonen. Die Einsetzbarkeit der flachen Wirbelschicht zur Strömungsanalyse ist dabei ein in der Wissenschaft stark diskutiertes Thema. Anhand von Validierungsmessungen in einer zylindrischen Wirbelschicht mit äquivalenten Abmessungen wurde die Verwendung der flachen Anlage bestätigt. Der Haupteinflussfaktor auf ein abweichendes Strömungsverhalten in der flachen Wirbelschicht ist eine erhöhte Partikelwandreibung, wodurch sich eine niedrigere Schichthöhe mit geringeren Schichtporositäten einstellt. Für die Validierungsmessungen wird eine faseroptische Sonde eingesetzt, mit welcher Partikelvolumenfraktionen und Partikelgeschwindigkeiten gemessen werden. Insbesondere für die Messung von Partikelgeschwindigkeiten bestätigt sich eine Winkelabhängigkeit des Partikeldurchflugs entlang der Faseranordnung. Zur Bestimmung zweidimensionaler Partikelgeschwindigkeiten in einer heterogenen Mehrphasenströmung wird eine neue Vorgehensweise in der Messung aufgezeigt.

Neben der messtechnischen Untersuchung der Wirbelschicht kommen DEM-CFD Simulationen zum Einsatz. In den Simulationen wird die Partikelphase über den numerischen Ansatz der diskreten Elemente beschrieben, gekoppelt über einen vollständigen Impuls- und Massenaustausch mit der kontinuierlichen Fluidphase. Da Wirbelschichtsysteme in der Regel über eine sehr große Anzahl von Partikeln verfügen, wird ein Skalierungsansatz auf Basis der Ähnlichkeitstheorie präsentiert. Dieser ermöglicht neben der Reduzierung der Rechenzeit auch die Simulation kleinskaliger Partikel. Dadurch können eingedüste Flüssigkeitstropfen ebenso über einen diskreten Ansatz berechnet werden. Die diskrete Beschreibung von Partikeln und Tropfen erlaubt die Systembetrachtung auf Einzelpartikelebene. Für die gemessenen Zonendimensionen werden Partikel- und Tropfenverweilzeiten und deren Verweilzeitverteilungen bestimmt. Für die Partikel im Top-Spray Prozess zeigt sich, dass aufgrund der ungerichteten Zirkulationsbewegungen der Partikel eine sehr breite Partikelverweilzeitverteilung vorliegt. Grund hierfür sind unterschiedliche Partikelquerungen durch die Sprühzone. Dies hat zur Folge, dass sich drei unterschiedliche Befeuchtungsmechanismen, abhängig vom Ort der Sprühzonenquerung, ergeben. Für die dis-

kreten Tropfen wird die Existenzzeitverteilung im System bestimmt. Ebenso wird der Anteil ungenutzter und ausgetragener Tropfen, dem sogenannten Overspray, ermittelt.

Die bestimmten Partikelverweilzeiten werden für die Ableitung eines Kompartimentaustauschmodells verwendet. Mit dem Modell können Partikelverweilzeiten unabhängig vom Wirbelschichtsystem ermittelt werden. Messtechnische und simulative Vorgehensweisen in den durchgeführten Auswertungen werden im Rahmen der Arbeit präsentiert und kritisch diskutiert.

# Abstract

The top-spray fluidised bed granulation is frequently applied to large-scale productions of granular materials due to its versatility and potential to conduct granulation at low cost. The resulting coated or aggregated particles have an added-value with advantages in transportation, solubility, protection or controlled release of active ingredients. The two decisive sub-processes in the granulation are wetting of particles and drying of established and shaped particle structures. The two sub-processes lead to a compartment demarcation in the fluidised bed.

Within the frame of the following work, a two-compartment demarcation of the top-spray fluidised bed granulation is considered. The compartment demarcation is based on the measurement of active droplets. The space where active droplets can be detected is defined as the spray zone. The remaining part of the fluidised bed is defined as the drying zone. For both compartments particle velocities and solid volume fractions are determined by image-based measurement techniques applied to a flat, transparent fluidised bed. By combining both measurements particle residence times in the considered compartments are obtained for different process conditions. The particle residence time can be used as a design parameter or it can be implemented in population balance models to predict particle growth. However, the application of flat fluidised beds has been critically discussed in scientific research, since the pattern of particle circulations might be falsified. To relax critical arguments, a comparison to measurements in a cylindrical fluidised bed with equivalent dimensions has been performed. By that, the general applicability of flat fluidised beds could be confirmed. Particle wall friction has been identified as the most influencing factor on reduced particle motion. It provokes shorter bed heights and lower bed porosities. In the validation measurements a fibre optical probe has been applied. The probe measures local solid volume fractions and particle velocities. Especially for the particle velocity measurement a strong dependency on the particle crossing angle could be found. For the well-mixed multi-phase flow an approach has been proposed to measure two-dimensional particle velocities.

Besides the measurements, DEM-CFD simulations have been conducted for the investigation of fluidised bed dynamics. In the simulations the particulate phase has been considered using the numerical approach of the discrete element method. By the Eulerian granular model the discrete phase is coupled with the continuously described fluid flow. The coupling is performed by a full consideration of momentum and mass transfer. Limitations are given by the usually large number of particles in the fluidised beds. To overcome this issue, a scaling approach is proposed, which is based on the theory of similarity. The scaling allows the reduction of particle number and, thus a decrease of computational time. Furthermore, small-scaled particles can now be simulated. For the case of granulation discrete droplets are inserted into the fluidised bed simulation. Since DEM-CFD simulations enable the analysis on particle scale, particle residence times and the residence time distributions for the previously obtained compartments are determined. In the top-spray process a broad residence time distribution can be verified. The reason is an undirected particle flow and different particle crossing lengths through the spray zone. That finally implies three different particle wetting mechanisms with consequence on the particle growth behaviour. From the discrete droplet results, the existence time distribution can be derived. This is the time from droplet release in the spray nozzle until the impact on particles. Furthermore the amount of overspray, which is the ratio of unused and discharged droplets, has been obtained.

The predicted particle residence times and mass fractions have been used to establish a generally valid compartment exchange model. The model description can be applied for instance in population balance models independently of the geometry of fluidised bed. In this work all results, measurement and simulation procedures are shown in detail and are critically discussed.

# Inhaltsverzeichnis

<b>Vorwort</b>	<b>III</b>
<b>Kurzzusammenfassung</b>	<b>V</b>
<b>Abstract</b>	<b>VII</b>
<b>Inhaltsverzeichnis</b>	<b>X</b>
<b>Nomenklatur</b>	<b>XI</b>
<b>1 Einleitung</b>	<b>1</b>
1.1 Allgemeines . . . . .	1
1.2 Stand des Wissens . . . . .	3
1.2.1 Methoden zur Untersuchung der Wirbelschichtdynamik . . . . .	3
1.2.2 Kompartimentbetrachtung des Granulationsprozesses . . . . .	4
1.3 Motivation und Zielstellung . . . . .	6
<b>2 Experimentelle Methoden</b>	<b>9</b>
2.1 PIV - Particle Image Velocimetry . . . . .	9
2.2 DIA - Bildbasierte Feststoffvolumenfraktion . . . . .	13
2.3 Faseroptische Sonde . . . . .	17
2.3.1 Bestimmung von Partikelvolumenfraktionen . . . . .	18
2.3.2 Bestimmung zweidimensionaler Partikelgeschwindigkeiten . . . . .	20
2.3.2.1 Partikelgeschwindigkeitsmessung . . . . .	20
2.3.2.2 Winkelabhängigkeit der Partikelgeschwindigkeit . . . . .	22
2.3.2.3 Differenzierung zwischen Blasen- und Partikelgeschwindigkeit . . . . .	28
2.4 Zeit- und Frequenzanalyse der Schichtdruckschwankungen . . . . .	30
<b>3 Anwendbarkeit einer flachen Wirbelschicht zur Strömungsanalyse</b>	<b>33</b>
3.1 Versuchstechnik . . . . .	37
3.1.1 Flache Wirbelschicht . . . . .	37
3.1.2 Zylindrische Wirbelschicht . . . . .	40
3.2 Vergleich angewandter Messtechnik . . . . .	41
3.3 Vergleichsanalyse zwischen flacher und zylindrischer Wirbelschicht . . . . .	47
3.3.1 Vergleich der Schichtdruckschwankungen . . . . .	47
3.3.2 Vergleich der Partikelvolumenfraktionen und -geschwindigkeiten . . . . .	52
<b>4 DEM-CFD Simulationen zur Untersuchung der Wirbelschichtdynamik</b>	<b>57</b>
4.1 Grundlagen gekoppelter DEM-CFD Simulationen . . . . .	58
4.2 Beurteilung der DEM-CFD Simulationen und Vergleich zu Messungen . . . . .	65

4.3	Skalierungsansatz mittels der Ähnlichkeitstheorie . . . . .	67
4.4	Einbindung diskreter Tropfen in die DEM-CFD Simulation . . . . .	72
<b>5</b>	<b>Kompartimentierung der Wirbelschicht in Sprüh- und Trocknungszone</b>	<b>75</b>
5.1	Kompartimentunterteilung des Top-Spray Granulationsprozesses . . . . .	75
5.1.1	Partikelströmungen und Partikelverteilungen im Top-Spray Prozess . . . . .	75
5.1.2	Definition der Kompartimentunterteilung . . . . .	80
5.1.3	Messung der Kompartimentdimensionen . . . . .	81
5.1.4	Räumliche Ausbreitung der Sprühzone . . . . .	83
5.1.5	Befeuchtungsmechanismen . . . . .	90
5.2	Partikelverweilzeiten im Zwei-Kompartimentansatz . . . . .	92
5.2.1	Partikelverweilzeiten in der flachen Wirbelschichtanlage . . . . .	93
5.2.2	Transformation der Partikelverweilzeiten auf zylindrische Wirbelschichten	100
5.3	Partikelverweilzeiten aus DEM-CFD Simulationen . . . . .	102
5.4	Bewertung der Untersuchungsergebnisse . . . . .	105
5.5	Diskrete Tropfen im dreiphasigen Wirbelschichtsystem . . . . .	111
5.6	Kompartimentaustauschmodell für monodisperse Partikel . . . . .	115
5.6.1	Modell für das Sprühzonenvolumen . . . . .	116
5.6.2	Modell für Massenanteil und Partikelverweilzeit . . . . .	119
<b>6</b>	<b>Zusammenfassung</b>	<b>125</b>
	<b>Literaturverzeichnis</b>	<b>139</b>
	<b>Appendix</b>	<b>141</b>
A	Diagramme zu den experimentellen Methoden . . . . .	141
B	Diagramme zu den DEM-CFD Simulationen . . . . .	147
C	Diagramme zur Kompartimentierung der Top-Spray Wirbelschicht . . . . .	153
D	Tabellen . . . . .	164
E	Zusatzmaterial . . . . .	167
E.1	Versuchsprodukt . . . . .	167
E.2	Validierung notwendiger Messzeiten . . . . .	168
E.3	Tropfendetektion mit der faseroptischen Sonde . . . . .	172
	<b>Studentische Arbeiten</b>	<b>173</b>
	<b>Veröffentlichungen</b>	<b>175</b>
	<b>Lebenslauf</b>	<b>179</b>

# Nomenklatur

## Nomenklatur für Kapitel 2

### Symbole

$a, b$	Anpassungsparameter	[–]
$d_p$	Partikeldurchmesser	[ $m$ ]
$E$	Bettmassenfehler	[–]
$F_I$	Maß des Korrelationsverlustes	[–]
$F_O$	Verlustanteil aus einer Ebene	[–]
$F_T$	Partikel-Bild Selbstkorrelation	[ $s$ ]
$F_{\Delta}$	Partikelgeschwindigkeitsgradient	[–]
$f_{min}$	Minimale Aufnahme Frequenz	[ $Hz$ ]
$f_{rec}$	Aufnahme Frequenz	[ $Hz$ ]
$I$	Intensitätswert	[–]
$\bar{I}$	Gemittelter Intensitätswert	[–]
$I_{min}$	Offset-Intensitätswert	[–]
$I_{max}$	Maximaler Intensitätswert	[–]
$i, j$	Laufvariablen	[–]
$k$	Koeffizient abhängig vom Suspensionsmedium	[–]
$k_p$	Abbildungsmaßstab	[ $pxm^{-1}$ ]
$L$	Signallänge	[–]
$M$	Kantenlänge der Interrogation Area	[ $px$ ]
$m$	Exponent abhängig vom Partikelmaterial	[–]
$m_{bed}$	Schichtmasse	[ $kg$ ]
$m_{dia}$	Schichtmasse bestimmt mittels Bildauswertung	[ $kg$ ]
$N$	Anzahl	[–]
$N_I$	Anteil der Partikel in einer Ebene	[–]
$n$	Messwert	[–]
$P$	Fouriertransformiertes Drucksignal	[ $Pa$ ]
$p$	Drucksignal	[ $Pa$ ]
$R$	Kreuzkorrelationsfunktion	[–]
$R_C$	Korrelationsfunktion der mittleren Intensitäten	[–]
$R_D$	Korrelationsfunktion des Maximalpeaks	[–]
$R_F$	Korrelationsfunktion der flukt. Rauschkomponente	[–]
$R_{\hat{x}, \hat{y}}$	Kreuzkorrelation zweier Drucksignale	[–]
$S$	Leistungsdichte	[ $Pa^2 Hz^{-1}$ ]
$s$	Verschiebung der Partikeldarstellung	[ $px$ ]
$s_D$	Partikelverschiebung	[ $m$ ]
$s_f$	Faserabstand	[ $m$ ]
$T$	Zeitintervall	[ $s$ ]

## Nomenklatur

$t$	Zeit	[s]
$U$	Spannung	[V]
$U_0$	Nullspannung	[V]
$U_c$	Cut-off Spannungswert	[V]
$V_{bed}$	Schichtvolumen	[m <sup>3</sup> ]
$v$	Partikelgeschwindigkeit	[ms <sup>-1</sup> ]
$\hat{x}, \hat{y}$	Spannungssignalwert	[V]
$\tilde{x}, \tilde{y}$	Koordinaten der Interrogation Areas	[px]
$x, y, z$	Koordinaten	[m]

## Griechische Symbole

$\alpha$	Durchflugwinkel	[Grad]
$\alpha_{th}$	Berechneter Durchflugwinkel	[Grad]
$\alpha_{reko}$	Rekonstruierter Durchflugwinkel	[Grad]
$\beta$	Strömungswinkel	[Grad]
$\epsilon$	Schichtporosität	[-]
$\epsilon_p$	Partikelvolumenfraktion	[-]
$\epsilon_{p,2D}$	Partikelflächenfraktion	[-]
$\mu$	Mittelwert	[Pa]
$\nu$	Variationskoeffizient	[-]
$\kappa$	Brechungsindex	[-]
$\rho_p$	Partikeldichte	[kgm <sup>-3</sup> ]
$\sigma$	Standardabweichung	[Pa]
$\tau$	Zeitkonstante	[s]
$\omega$	Kreisfrequenz	[Hz]

## Nomenklatur für Kapitel 3

### Symbole

$E$	Massenbilanzfehler	[-]
$f$	Frequenz	[Hz]
$f_{max}$	Frequenz bei maximaler Leistungsdichte	[Hz]
$M_y$	Vertikaler Partikelmassenstrom	[kgs <sup>-1</sup> ]
$N$	Anzahl	[-]
$P_{fl}$	Leistungsdichte in der flachen Wirbelschicht	[Pa <sup>2</sup> Hz <sup>-1</sup> ]
$P_{zyl}$	Leistungsdichte in der zylindrischen Wirbelschicht	[Pa <sup>2</sup> Hz <sup>-1</sup> ]
$p$	Druck	[Pa]
$t$	Zeit	[s]
$u$	Gasgeschwindigkeit	[ms <sup>-1</sup> ]
$u_{mf}$	Minimale Fluidisationsgeschwindigkeit	[ms <sup>-1</sup> ]
$v$	Partikelgeschwindigkeit	[ms <sup>-1</sup> ]
$x, y, z$	Koordinaten	[m]

## Griechische Symbole

$\epsilon_p$	Partikelvolumenfraktion	$[-]$
$\mu$	Mittelwert	$[Pa]$
$\rho_p$	Partikeldichte	$[kgm^{-3}]$
$\sigma$	Standardabweichung	$[Pa]$

## Nomenklatur für Kapitel 4

## Symbole

$Ar$	Archimedes-Zahl	$[-]$
$Ar_t$	Archimedes-Zahl eines Tropfens	$[-]$
$c$	Positionsvektor	$[m]$
$c_d$	Widerstandskoeffizient	$[-]$
$D$	Verteilungsfunktion	$[-]$
$d_p$	Partikeldurchmesser	$[m]$
$d_t$	Tropfendurchmesser	$[m]$
$E$	Elastizitätsmodul	$[Nm^{-2}]$
$E^*$	Äquivalentes Elastizitätsmodul	$[Nm^{-2}]$
$E_{pot}$	Potentielle Energie	$[J]$
$e_n$	Restitutionskoeffizient	$[-]$
$F$	Kraft	$[N]$
$F_c$	Kontaktkräfte	$[N]$
$F_d$	Widerstandskraft	$[N]$
$F_n$	Normalkraft	$[N]$
$F_{n,d}$	Normaldämpfungskraft	$[N]$
$F_{pp}$	Interpartikuläre Kräfte	$[N]$
$F_t$	Tangentialkraft	$[N]$
$F_{t,d}$	Tangentialdämpfungskraft	$[N]$
$G$	Schubmodul	$[Nm^{-2}]$
$G^*$	Äquivalentes Schubmodul	$[Nm^{-2}]$
$g$	Gravitationskonstante	$[ms^{-2}]$
$h_{bed}$	Betthöhe	$[m]$
$J$	Trägheitsmoment	$[kgm^2]$
$i, j$	Indexvariablen	$[-]$
$k_n$	Normale Steifigkeit	$[Nm^{-1}]$
$k_s$	Skalierungsfaktor	$[-]$
$k_t$	Tangentiale Steifigkeit	$[Nm^{-1}]$
$M$	Drehmoment	$[Nm]$
$m$	Masse	$[kg]$
$m^*$	Äquivalente Partikelmasse	$[kg]$
$m_{bed}$	Bettmasse	$[kg]$
$N_p$	Partikelanzahl	$[-]$
$N_c$	Anzahl der Sample Points	$[-]$
$R^*$	Äquivalente Radius	$[m]$

## Nomenklatur

$Re$	Reynolds-Zahl	$[-]$
$r$	Radius	$[m]$
$St$	Stokes-Zahl	$[-]$
$S_p$	Senkenterm der Partikelwiderstandskräfte	$[Nm^{-3}]$
$t$	Zeit	$[s]$
$t_r$	Rayleigh Zeitschritt	$[s]$
$u$	Gasgeschwindigkeit	$[ms^{-1}]$
$V$	Volumen	$[m^3]$
$V_{cell}$	Gitterzellvolumen	$[m^3]$
$v$	Partikelgeschwindigkeit	$[ms^{-1}]$
$x, y, z$	Koordinaten	$[m]$

## Griechische Symbole

$\beta$	Exponent der Leerraumfunktion	$[-]$
$\beta_m$	Interphasen-Impulstransferkoeffizient	$[kgm^{-3} s]$
$\beta_s$	Steifigkeitskoeffizient	$[-]$
$\delta_n$	Normale Überlappung	$[m]$
$\delta_t$	Tangentiale Überlappung	$[m]$
$\epsilon$	Schichtporosität	$[-]$
$\epsilon_p$	Partikelvolumenfraktion	$[-]$
$\mu$	Reibungsbeiwert	$[-]$
$\mu^w$	Wandreibungsbeiwert	$[-]$
$\mu_f$	Dynamischer Reibkoeffizient	$[-]$
$\mu_r$	Rollreibungsbeiwert	$[-]$
$\mu_r^w$	Wandrollreibungsbeiwert	$[-]$
$\nu$	Querkontraktionszahl	$[-]$
$\nu_g$	Kinematische Viskosität des Gases	$[Pas]$
$\rho_g$	Gasdichte	$[kgm^{-3}]$
$\rho_p$	Partikeldichte	$[kgm^{-3}]$
$\rho_t$	Tropfendichte	$[kgm^{-3}]$
$\tau_g$	Spannungstensor der Gasphase	$[Pa]$
$\omega$	Winkelgeschwindigkeit	$[s^{-1}]$

## Nomenklatur für Kapitel 5

### Symbole

$A$	Fläche	$[m^2]$
$A_\alpha$	Sprühzonenoberfläche	$[m^2]$
$A_{bed}$	Apparatequerschnittsfläche	$[m^2]$
$a, b, c$	Anpassungsparameter	$[-]$
$C$	Konstante	$[-]$
$d_a$	Anlagendurchmesser	$[m]$
$d_p$	Partikeldurchmesser	$[m]$

$f$	Fluidisationszahl	$[-]$
$f_\alpha$	Sprühzonengrenzfunktion	$[-]$
$G$	Wachstumsrate	$[ms^{-1}]$
$\hat{h}_d$	dimensionslose Höhe	$[-]$
$h_d$	Düsenhöhe	$[m]$
$h_{mf}$	Festbetthöhe	$[m]$
$h_{bed}$	Schichthöhe	$[m]$
$h_\alpha$	Sprühstrahlhöhe	$[m]$
$I_f$	Impuls der Fluidisationsluft	$[kgs^{-2}]$
$I_{jet}$	Impuls der Düsenluft	$[kgs^{-2}]$
$i, j$	Laufvariablen	$[-]$
$l_d$	Düsenlänge	$[m]$
$l_s$	Schichtpenetrationstiefe	$[m]$
$l_\alpha$	Sprühstrahlhöhe	$[m]$
$M$	Feststoffmassenstrom	$[kgs^{-1}]$
$M_\alpha$	Massenstrom durch die Sprühzone	$[kgs^{-1}]$
$M_{1-\alpha}$	Massenstrom durch die Trocknungszone	$[kgs^{-1}]$
$M_d$	Düsenluftmassenstrom	$[kgs^{-1}]$
$M_{fl}$	Flüssigkeitsmassenstrom	$[kgs^{-1}]$
$M_g$	Gasmassenstrom	$[kgs^{-1}]$
$M_{growth}$	Massenzunahme der Schicht	$[kgs^{-1}]$
$m$	Exponent nach Martin [100]	$[-]$
$m_\alpha$	Masse in der Sprühzone	$[kg]$
$m_{1-\alpha}$	Masse in der Trocknungszone	$[kg]$
$m_{bed}$	Bettmasse	$[kg]$
$N$	Anzahl	$[-]$
$n$	Normalenvektor	$[-]$
$n_\alpha$	Anzahldichteverteilung in der Sprühzone	$[m^{-1}]$
$n_{1-\alpha}$	Anzahldichteverteilung in der Trocknungszone	$[m^{-1}]$
$Q_0$	Kumulative Anzahlverteilung	$[-]$
$Re_a$	Reynolds-Zahl am Lockerungspunkt	$[-]$
$Re_l$	Reynolds-Zahl am Austragspunkt	$[-]$
$Re_p$	Partikel-Reynolds-Zahl	$[-]$
$r_b$	Abschlussradius der Sprühzone	$[m]$
$r_{jet}$	Sprühstrahlradius	$[m]$
$r_m$	Maximaler Sprühzonradius	$[m]$
$s$	Oberflächenelement	$[m^2]$
$t$	Zeit	$[s]$
$u$	Gasgeschwindigkeit	$[m/s]$
$u_a$	Austragsgeschwindigkeit	$[m/s]$
$u_{jet}$	Gasgeschwindigkeit im Sprühstrahl	$[m/s]$
$u_{max}$	Maximale Gasgeschwindigkeit im Sprühstrahl	$[m/s]$
$u_{mf}$	Minimale Fluidisationsgeschwindigkeit	$[ms^{-2}]$
$V_\alpha$	Sprühzonenvolumen	$[m^3]$
$V_{ges}$	Gesamtvolumen	$[m^3]$
$v$	Partikelgeschwindigkeit	$[m/s]$
$v_o$	Partikelgeschwindigkeit auf der Zonengrenzlinie	$[m/s]$
$w_b$	Binderkonzentration	$[-]$

## Nomenklatur

$X$	Impulsverhältnis	$[-]$
$Y_{sat}, Y_{in}$	Feuchtebelastung	$[kgkg^{-1}]$
$Y, Y_{mod}$	Mess- und Modellwerte	$[-]$
$x, y, z$	Koordinaten	$[m]$
$z_a$	Anlagentiefe der flachen Wirbelschicht	$[m]$

## Griechische Symbole

$\alpha$	Massenanteil in der Sprühzone	$[-]$
$1 - \alpha$	Massenanteil in der Trocknungszone	$[-]$
$\beta$	dimensionsloser Sprühstrahlradius	$[-]$
$\epsilon$	Schichtporosität	$[-]$
$\epsilon_{mf}$	Schichtporosität am Lockerungspunkt	$[-]$
$\epsilon_p$	Partikelvolumenfraktion	$[-]$
$\epsilon_{p,\alpha}$	Partikelvolumenfraktion in der Sprühzone	$[-]$
$\epsilon_{p,max}$	Dichteste Packung einer willkürlichen Kugelschüttung	$[-]$
$\epsilon_{p,o}$	Partikelvolumenfraktion auf der Zonengrenzlinie	$[-]$
$\eta$	Wirkungsgrad	$[-]$
$\theta$	Sprühstrahlwinkel	$[Grad]$
$\theta_{g,ein}$	Gaseintrittstemperatur	$[^{\circ}C]$
$\kappa$	Refraktionsindex	$[-]$
$\lambda$	Volumenanteil der Sprühzone	$[-]$
$\nu_g$	Dynamische Gasviskosität	$[Pas^{-1}]$
$\rho_p$	Partikeldichte	$[kgm^{-3}]$
$\tau_{\alpha}$	Partikelverweilzeit in der Sprühzone	$[s]$
$\tau_{\alpha,max}$	Maximale Partikelverweilzeit in der Sprühzone	$[s]$
$\tau_{1-\alpha}$	Partikelverweilzeit in der Trocknungszone	$[s]$
$\tau_{re}$	Zirkulationszeit der Partikel	$[s]$
$\psi$	Flächen-Volumen Verhältnis	$[m^{-1}]$

## Akronyme

CFD	Computational Fluid Dynamics
DEM	Diskrete Elemente Methode
DIA	Digital Image Analysis
DPM	Discrete Particle Model
KTGF	Kinetic Theory of Granular Flow
MFC	Massflow Controller
PEPT	Positron Emission Particle Tracking
PIV	Particle Image Velocimetry
TFM	Two-Fluid-Model

# 1 Einleitung

## 1.1 Allgemeines

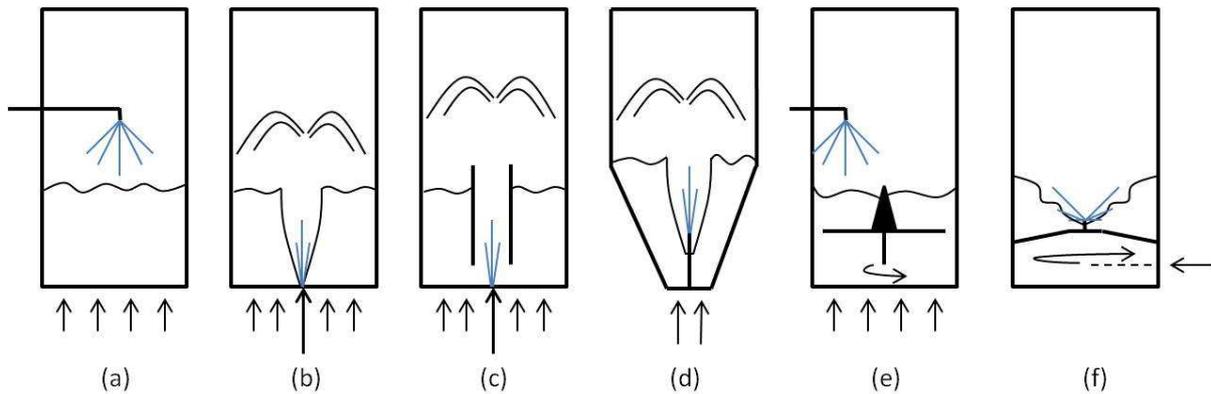
In der Verfahrenstechnik gibt es die Aufgabenstellung, Produkte mit teils ungünstigen Eigenschaften in einen verbesserten funktionalen Zustand zu überführen. Zu diesen Eigenschaftsverbesserungen zählen zum Beispiel die Rieselfähigkeit, Staubfreiheit, Lagerstabilität, kontrollierte Wirkstofffreisetzung oder, ausgehend von einer flüssigen Phase, die Überführung in einen festen, partikulären Zustand. Die Wirbelschichtsprühgranulation ist hierbei eine in der Feststoffindustrie häufig angewandte Technologie, mit der die zuvor genannten Eigenschaftsänderungen herbeigeführt werden können.

Die Grundlage des Prozesses ist die Wirbelschicht, oder im englischen Fluidised Bed genannt. Der Name resultiert aus dem fluidähnlichen Schichtverhalten, das entsteht, wenn eine Partikelschüttung durch einen Fluidstrom in Bewegung versetzt wird. Diese Technologie ist auf ein Patent aus dem Jahre 1922 des Erfinders Winkler [149] zurückzuführen. Er beschrieb erstmals eine Apparatur zur Vergasung von Kohlestaub, in der eine durchströmte Schüttung in einen fluidähnlichen Zustand versetzt wurde. Mit Beginn der 1950er wurden Wirbelschichten verstärkt für Granulationsprozesse verwendet [133]. In den nachfolgenden Jahrzehnten wurden technische Entwicklungen vorangetrieben, um die Effizienz und die Produktqualität zu steigern, so zum Beispiel durch Wurster [152] mit der Entwicklung neuer konstruktiver Prozessführungen. Forschung, Prozessweiterentwicklung und apparative Verbesserungen reichen bis in die heutige Zeit hinein. Dabei stehen, neben der Herstellung neuer Produkte, auch die Entwicklung neuer Anlagenkonzepte mit optimierter Prozessgestaltung, neue Produktführungen oder eine Systemstabilisierung mittels innovativer Regelungskonzepte im Fokus.

Geht man in die Details der Wirbelschichtgranulation, so lassen sich verschiedene Teilprozesse identifizieren. Zu diesen gehören die Formulierungsprozesse der Partikel, wie Eindüsung einer Bindersubstanz, Befeuchtung des wirbelnden Produktes oder die Trocknung von ausgebildeten Oberflächen- oder Interpartikulärstrukturen. Weitere Teilprozesse, die neben den Formulierungsprozessen in der Wirbelschicht ablaufen können, sind das Homogenisieren, Klassieren, thermische Behandlungen oder chemische Reaktionen einzelner Komponenten. Aufgrund dieser Möglichkeiten besitzt die Wirbelschichtsprühgranulation einen weiten Anwendungsbereich für vielfältige Produkte, wie zum Beispiel zur Herstellung von Eisenhohlkugeln, Beschichtung von Waschmittelpulvern oder die Agglomeration von Kakao.

Grundsätzlich können je nach angewandter Prozessführung zwei verschiedene Produkttypen hergestellt werden. Der erste Produkttyp sind Agglomerate. Diese entstehen, wenn sich nach der Oberflächenbefeuchtung des Produktes Flüssigkeitsbrücken zwischen zwei oder mehreren Primärpartikeln ausbilden. Wenn sich im weiteren Prozessablauf diese Flüssigkeitsbrücken verfestigen, entstehen größere Partikelstrukturen. Mit steigender Größe der Agglomerate schwindet der Einfluss interpartikulärer Bindungskräfte, wie beispielsweise van der Waals Kräfte, elektrostatische Kräfte oder Kohäsion. Das hat zur Folge, dass ein agglomeriertes Produkt neue Eigenschaften im Vergleich zum Ausgangsprodukt aufweisen kann. So wird zum Beispiel bei Babymilch das Verklumpen verhindert und die Dosierbarkeit verbessert. Der zweite erzielbare Produkttyp sind schichtweise aufgebaute oder ummantelte Partikel. Coatings oder Beschichtun-

## 1 Einleitung



**Abbildung 1.1:** Konstruktive Prozessführungen der Wirbelschichtsprühgranulation (a) Top-Spray, (b) Bottom-Spray, (c) Bottom-Spray Wurster, (d) Strahlschicht (e) Side-Spray mit Rotor und (f) Inno-Jet Verfahren

gen werden erreicht, in dem die Oberfläche der Primärpartikel benetzt wird. Flüssigkeitsbrücken oder interpartikuläre Verbindungen werden nicht aufgebaut. Nach einer gewissen Prozesszeit bildet sich eine geschlossene Schicht um das Primärpartikel, welche im weiteren Prozessverlauf anwächst. Durch Applizierung verschiedener versprühter Substanzen können verschiedenartige funktionale Schichten aufgetragen werden. Dieses Prinzip wird zum Beispiel in der Pharmazie eingesetzt, um Medikamente mit verschiedenen Wirkstoffen und gezielten Wirkstofffreisetzungsraten zu erzeugen.

In der Wirbelschichtsprühgranulation haben sich in der Vergangenheit verschiedene technische Verfahren etabliert. Eine Übersicht zu den gängigen Technologien zeigt die Abbildung 1.1. Die Herausbildung unterschiedlicher Verfahren begründet sich mit der gezielten Prozessführung zur Herstellung von entweder Agglomeraten oder Coatings mit speziellen Produkteigenschaften. So eignet sich das Top-Spray Verfahren besonders für Agglomerationsprozesse. Bottom-Spray, Bottom-Spray Wurster und das Inno-Jet Verfahren werden eher für das Coating verwendet. Die Strahlschicht kommt zum Einsatz, wenn schwer zu händelnde Güter, zum Beispiel mit kohäsiven Eigenschaften, verarbeitet werden sollen. Neben dem Wirbelschichtverfahren, welches einen exzellenten Wärme- und Stoffübergang zwischen dem Fluid und dem Feststoff ermöglicht, gibt es weitere technische Formulierungsverfahren. Zu diesen gehört die Nassgranulation in Trommeln oder Mischern. Die Wahl der anzuwendenden Technologie ist maßgeblich von den Produkteigenschaften abhängig. So ist es entscheidend, ob das Produkt in der Apparatur mechanisch bewegt und umgewälzt werden kann und welche Festigkeiten gebildete Partikelstrukturen aufweisen müssen.

Innerhalb des Granulationsprozesses ist die Bewegung des Produktes, das Zirkulationsverhalten, sowie die Teilprozesse Befeuchtung und Trocknung entscheidend in der Auslegung und für den Betrieb der Anlage. Insbesondere in der Steuerung einer Anlage ist die Kenntnis über Betriebszustandsänderungen nach Anpassung signifikanter Systemparameter, wie die Fluidgeschwindigkeit, die Eindüsung oder die Schichtmasse, wichtig. Herausforderungen liegen hier in einem komplexen Prozessverständnis. Dies beinhaltet das Wissen über Produktbewegungen und Übergangsprozesse. Mit diesen Kenntnissen kann gezielt über verschiedene Stellgrößen Einfluss auf den Prozess und auf die Produktqualität genommen werden. Insbesondere für die Feststoffbewegung wird oft mit empirischen Erfahrungswerten gearbeitet. Deshalb ist hier weiterer Forschungsaufwand erforderlich, um das Prozessverständnis zu verbessern.

## 1.2 Stand des Wissens

### 1.2.1 Methoden zur Untersuchung der Wirbelschichtdynamik

Die Beobachtung von Strömungsbewegungen weckt schon seit langer Zeit menschliches Interesse. Ein einfaches Beispiel ist das Verfolgen eines schwimmenden Holzstückchens in einem Bachbett. Erste systematische Strömungsuntersuchungen gehen schon auf Leonardo Da Vinci zurück, der detaillierte Handzeichnungen durch visuelle Beobachtung erstellte. Zur Verdeutlichung der Strömungsbewegungen kann unter Verwendung verschiedener Visualisierungstechniken das Strömungsverhalten bewegter Fluide untersucht werden, um so Informationen über Strömungsrichtung, Geschwindigkeit oder Turbulenz zu erhalten. Dieses gilt nicht nur für reine Luft- oder Flüssigkeitsströmungen, sondern ebenso im Komplexeren für Mehrphasenströmungen, wie die Wirbelschicht. Die Untersuchung einzelner Phasen innerhalb des phaseninteragierenden Systems oder die Erfassung des Gesamtprozesszustands stellt eine Herausforderung dar. Die klassische Vorgehensweise in einer Systemuntersuchung ist die messtechnische Analyse. Hierzu geben Schlüter [127] und Werther [146] eine detaillierte Übersicht zu gängigen Messverfahren für dünn und dicht besetzte Mehrphasenströmungen. Für die messtechnische Erfassung der Hydro- oder Partikeldynamik in einer Wirbelschicht lässt sich, zu den in der Literatur präsentierten Einteilungen, eine separate Klassifikation vornehmen:

- **Tomographische Verfahren:** Materialdurchdringende Messverfahren wie Röntgentomografie, MRT (Magnet-Resonanz-Tomographie) oder PEPT (Positron Emission Particle Tracking). Es kann der partikeldynamische Zustand der Anlage sowie Eigenschaften einzelner Tracer-Partikel erfasst werden. Mit diesen technisch sehr aufwändigen Methoden lassen sich meist nur sehr kleine Versuchsanlagen untersuchen.
- **Lokale Messverfahren:** Bei diesen Messverfahren wird eine Messsonde lokal in die Mehrphasenströmung eingebracht. Der örtliche Zustand einzelner Phasen wird gemessen. Dies können faseroptische Sonden im Lichtreflektionsprinzip, wie FBRM (Focused Beam Reflectance Measurement), Spektroskopiesonden oder thermische Anemometrie sein.
- **Bildbasierende Verfahren:** Auswertung von Bildinformationen einer Strömung. Das Untersuchungsgebiet muss optisch zugänglich sein. Messmethoden sind PIV (Particle Image Velocimetry), PTV (Particle Tracking Velocimetry) oder DIA (Digital Image Analysis).
- **Indirekte Messverfahren:** Messung von Prozessgrößen, die indirekt mit dem Strömungszustand im Zusammenhang stehen. Zu diesen zählen zum Beispiel die Messung der Druckschwankungen (Hydrodynamik) oder Schallmessungen (Partikelkollisionen).

Auf die Vielzahl existierender Messmethoden für Mehrphasenströmungen kann im Einzelnen nicht eingegangen werden. Für Wirbelschichten haben sich jedoch verschiedene Verfahren besonders etabliert. So eignet sich für die Charakterisierung der Hydrodynamik die Messung von Schichtdruckschwankungen. Aufgezeichnete Druckmessreihen können im Zeit- und Frequenzbereich ausgewertet werden. Sie geben Rückschlüsse über das Regimeverhalten (blasenbildend, schlagend oder turbulent), identifizieren Regimeänderungen oder die Defluidisation der gesamten Schicht. Eine Übersicht zu verschiedenen mathematischen Analysemethoden von Druckschwankungssignalen geben Bi [13], Johnsson u. a. [71] und van Ommen u. a. [106].

Für die messtechnische Erfassung und Charakterisierung der Prozesseigenschaften Partikelvolumenfraktion und Partikelgeschwindigkeit wurde in den 1980er Jahren eine faseroptische Sonde entwickelt [70]. Mit dieser Sonde können die genannten Messgrößen lokal im oft schwer zugänglichen und opaken Mehrphasensystem erfasst werden. Nachteilig an diesem System ist die vorherige Kalibrierung auf das verwendete Versuchsmaterial. So diskutierten Hartge u. a.

## 1 Einleitung

[59] und Zhang u. a. [155] unterschiedliche Kalibriermethoden zur Messung der Partikelvolumenfraktion. Zur konstruktiven Verbesserung wurden in den vergangenen Jahren verschiedene Bauformen und Anordnungen der optischen Fasern vorgeschlagen. Von diesen Bauformen konnte sich jedoch keine als besonders geeignet durchsetzen.

Möchte man statt lokal an einer Messstelle einen größeren Teil oder den gesamten Prozessraum untersuchen, so kann über bildgebende Verfahren die Strömung aufgezeichnet werden. Bildinformationen werden dahingehend verwendet, um Geschwindigkeiten von Tracer-Partikeln (PIV+PTV) oder Partikelvolumenfraktionen (DIA) zu bestimmen. Die bildtechnische Untersuchung von blasenbildenden Wirbelschichten geht zurück auf Lim u. a. [90]. Unter Verwendung flacher Wirbelschichtanlagen kann die gesamte Schicht innerhalb einer zweidimensionalen Ebene aufgezeichnet werden. Aus gewonnenen Bildinformationen lassen sich Eigenschaften wie Feststoffzirkulation, Blasenauftiegsverhalten oder Segregationseffekte ableiten.

Neben den experimentellen Methoden gibt es numerische Simulationsverfahren, um die Wirbelschichtdynamik zu untersuchen. Zu diesen zählt die CFD (Computational Fluid Dynamics). Im sogenannten TFM (Two-Fluid Model) werden die Fluid- und die Partikelphase als Kontinua betrachtet. Über die KTGF (Kinetic Theory of Granular Flow) wird das mehrphasige System im Euler-Granular Ansatz gekoppelt. Insbesondere für Wirbelschichten wurden viele Arbeiten veröffentlicht. Jedoch existieren die größten Probleme in der richtigen Abschätzung der Widerstandskräfte [42, 131], in verschiedenen Schließungstermen [86] oder in der Simulation fein disperser Produkte [141].

Eine vielversprechende Methode in der Feststoffsimulation ist die DEM (Diskrete Elemente Methode). Die DEM für Systeme mit sphärischen Partikeln geht zurück auf die Theorie von Cundall u. Strack [27]. Für jedes Partikel in einem Kollektiv wird eine Kräftebilanz zur Bestimmung der Bewegungsänderung, verursacht durch Interaktion mit anderen Partikeln oder der Apparategeometrie, gelöst. Eine Zusammenfassung über Anwendung und Erkenntnisse aus der DEM zeigt Zhu u. a. [161]. In einer Kopplung der DEM mit Kontinuumsmodellen lässt sich die diskrete Partikelphase zusammen mit einer Fluidströmung berechnen. Einen Überblick über gekoppelte DEM-CFD Simulationen zum speziellen Anwendungsfall der Wirbelschichten geben Deen u. a. [29].

### 1.2.2 Kompartimentbetrachtung des Granulationsprozesses

Betrachtet man den Wirbelschichtgranulationsprozess in dessen lokaler Ausprägung, so stellt man unterschiedliche Bereiche fest. Jeder dieser Bereiche ist gekennzeichnet durch einen typischen Teilprozess. In einer Beschreibung des Granulationsprozesses ist es deshalb sinnvoll, eine entsprechende Unterteilung vorzunehmen und gezielt auf die Teilprozesse einzugehen. Eine solche Multi-Zonenunterteilung wird als Kompartimentmodell bezeichnet und wurde erstmals von Sherony [129] erwähnt. Sherony unterteilte den Granulationsprozess in zwei Zonen. In der ersten Zone wird der Partikelmassenanteil  $\alpha$  mit Coatingsubstanz besprüht. In der zweiten Zone liegt der Partikelmassenanteil  $(1 - \alpha)$  für eine gewisse Zeit abgetrennt von der Coatingsubstanz vor. Für beide Fraktionen stellte Sherony eine separate Populationsbilanz, basierend auf dem mechanistischen Ansatz von Hulburt u. Katz [69] auf, und koppelte beide Zonen im stationären Zustand über ein stochastisches Modell der Oberflächenregeneration. In dem Modell bezieht Sherony sich auf den Oberflächenenerneuerungsansatz von Danckwerts [28], um den Massenaustausch zwischen den Zonen zu bestimmen. Die Größe der jeweiligen Zonen wurde in den Berechnungen konstant gehalten. Ein entscheidender Parameter innerhalb der verwendeten Populationsbilanzen ist die Partikelverweilzeitverteilung. Dieser Parameter vereint den Massenanteil innerhalb einer Zone mit der entsprechenden Zonenaustauschrate. Die Partikelverweilzeitverteilung wurde über einen

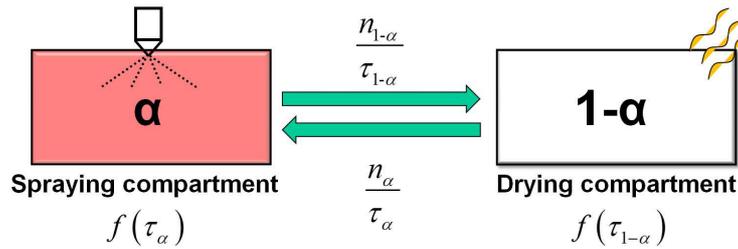


Abbildung 1.2: Zwei-Kompartiment Populationsbilanzmodell der Granulation [16]

von Danckwerts [28] formulierten allgemeinen Ansatz zur Verweilzeitverteilung ausgedrückt. Wnukowski [150] baute auf dem Ansatz von Scherony auf und zeigte neue Lösungswege und Verbesserungen im Lösungsansatz für die verwendeten Populationsbilanzen. In einer nachfolgenden Arbeit erweiterten Maronga u. Wnukowski [98] den Zwei-Zonen-Ansatz um eine dritte Zone, die in einem inaktiven Zusammenhang zur Granulation steht. Maronga verfestigte die Bezeichnung der Zonen in aktive Sprühzone, aktive Trocknungszone und eine inaktive Zone. Der Volumenanteil der Sprühzone wurde mit 10 % vom Gesamtbett konstant gehalten. Der Volumenanteil der inaktiven Zone wurde von 1 - 40 % variiert. Der Anteil des Partikeltransports zwischen den jeweiligen Zonen wurde unter normalen Prozessbedingungen mit 10 % des Sprühzonenmassenanteils  $\alpha$  je Zeiteinheit angenommen. In der Auswertung der modellbasierten Lösung belegte Maronga, dass gerade für die Top-Spray Konfiguration der Wirbelschicht Einschränkungen in der Beeinflussung der Austauschraten oder der Ausdehnung der aktiven Sprühzone existieren. Größe und örtliche Ausdehnung der Zonen wurde bis zu diesem Zeitpunkt nur theoretisch abgeschätzt. Daraufhin führten Maronga u. Wnukowski [99] Temperatur- und Luftfeuchtemessungen für eine Kartografierung der Wirbelschicht mit Top-Spray Düse durch. Da Temperatur und Luftfeuchte stark trocknungsabhängige Größen sind, ist eine Zonenunterteilung von den Prozessbedingungen abhängig. Aufgrund dieser Varianz in den Ergebnissen resultierte eine sehr einfache Unterteilung. Oben im Bereich der Düse definierte Maronga die Sprühzone, direkt darunter die Trocknungszone. Unterhalb von beiden liegt die inaktive Zone. Diese inaktive Zone kann unter Berücksichtigung von Wärmeübergangsvorgängen zwischen der warmen Eintrittsluft und dem fluidisierten Produkt mit hohen Temperaturgradienten zusätzlich in eine Wärmeübertragungszone und eine isotherme Zone unterteilt wurde. Diese erweiterte Einteilung der inaktiven Zone aus thermischen Aspekten ist unbedeutend für den Granulationsprozess.

Hoffmann u. a. [65] verbesserten den populationsdynamischen Ansatz aufgrund neuer Messergebnisse in Batch-Granulationsversuchen. Hoffmann verwendete eine simple Zwei-Zonenunterteilung im Populationsbilanzmodell, dessen Schema in Abbildung 1.2 dargestellt ist. Im Modell berücksichtigte Hoffmann eine konstante Partikelmasse innerhalb der Sprühzone unter veränderlichen Schichtverhältnissen. Die Partikelverweilzeiten in den Zonen wurden über empirische Erfahrungen abgeschätzt. Ergebnisse aus den Granulationsversuchen in einer Top-Spray Wirbelschicht stimmten gut mit Voraussagen des Kompartimentmodells überein. Priese u. Wolf [108] setzten an diesem populationsdynamischen Ansatz auf und zeigten die erfolgreiche Anwendung des Kompartimentmodells für den Bottom-Spray Wurster Wirbelschichtgranulationsprozess.

Auf Basis einer temperaturrepräsentierten Zonenunterteilung stellten Turchiuli u. a. [138] eine abweichende Zonenunterteilung im Vergleich zu Maronga auf. Aus Temperaturmessungen bei unterschiedlichen Prozesszuständen ergaben sich eine aktive Befeuchtungszone, eine isotherme Zone und eine Wärmeübertragungszone. Anhand der isothermen Grenzlinien zwischen den Zonen schätzte Turchiuli erstmals das Volumen der aktiven Befeuchtungszone ab. Turchiuli definierte die Befeuchtungszone als den Bereich, in dem die Agglomeration von Primärpartikeln stattfindet. In Abhängigkeit der Prozessbedingungen, maßgeblich durch die Veränderung des Düsendrucks

## 1 Einleitung

beeinflusst, ergab sich ein Volumenanteil der Befeuchtungszone zwischen 14 - 30 %. Innerhalb des Populationsbilanzmodells fasste Turchiuli die isotherme Zone und Wärmeübertragungszone zusammen und berechnete das Partikelwachstum in einem Zwei-Zonenansatz mit konstanten Zonenvolumina. Die volumenbezogene Austauschrate  $q(t)$  zwischen den Zonen bestimmte er mit:

$$q(t) = \frac{m_p(t)}{t_c \rho_p}, \quad (1.1)$$

wobei sich die Zirkulationszeit  $t_c$  aus der Minimalfluidisation, der Überschussgeschwindigkeit und der Blasenauftiegsrate nach Rowe [117] ergibt.

Li u. a. [87] verwendeten in einer multidimensionalen Populationsbilanz ebenfalls eine Zwei-Zonenunterteilung zur Beschreibung des Partikelwachstums bei der Granulation in einem Padelmischer. Für beide berücksichtigten Zonen wurden Partikelverweilzeiten aus einem gekoppelten Ansatz zwischen Populationsbilanzen und DEM Simulationen abgeleitet [47]. Sie unterteilten das System in eine Sprühzone und in eine Serie von Bettkompartiments ideal durchmischter Rührkessel mit Bezug auf Kramer u. a. [79]. Der Partikelfluss zwischen den Kompartiments ergibt sich dabei in einer vereinfachten eindimensionalen Betrachtung.

Weitere Zonenunterteilungen auf Basis von Submodellen zur Beschreibung des Granulationsprozesses wurden von Kafui u. Thornton [75], Vanderroost u. a. [140] und Zank u. a. [154] präsentiert. Zoneneinteilungen basieren in diesen Arbeiten ausschließlich auf theoretischen Annahmen zum Prozess.

Eine Kompartimentunterteilung des Prozessraums begünstigt eine genauere Prozessbeschreibung der Granulation. Es mangelt jedoch an der Kenntnis örtlich-verteilter Massenanteile oder Austauschraten zwischen den Zonen, die dann unter Verwendung des Parameters Partikelverweilzeit in Populationsbilanzen eingesetzt werden können. Aufgrund dessen wurden von Börner u. a. [15] für verschiedene Prozesstypen der Wirbelschichtgranulation Partikelverweilzeiten in einer Zwei-Zonenunterteilung experimentell ermittelt. An einer flachen Wirbelschicht wurden unter Anwendung bildgebender Messverfahren Partikelverweilzeiten bestimmt, die jedoch Einschränkung auf die verwendete Bauform der Anlage haben. In einer anschließenden Untersuchung wurde für die Wirbelschichtkonfiguration Bottom-Spray mit Wurster durch Börner u. a. [16] gezeigt, dass Partikelverweilzeiten nicht ausschließlich von Prozesszuständen wie Düsendruck oder Fluidisationsgeschwindigkeit abhängen, sondern ebenso von der Partikelgröße. Insbesondere in der Sprühzone, begrenzt durch das Wurster Steigrohr, existiert eine markante Luftaufwärtsströmung. Bei einem Partikelgrößenspektrum bewirken unterschiedliche Widerstandskräfte folglich Klassierungseffekte mit dem Resultat unterschiedlicher Aufenthaltszeiten. Größere Partikel verbleiben länger in der Sprühzone und stehen länger im Kontakt mit versprühter Flüssigkeit als vergleichsweise kleinere Partikel. Ein schnelleres Partikelwachstum größerer Partikel konnte entsprechend abgeleitet werden.

### 1.3 Motivation und Zielstellung

In vorangegangenen Arbeiten konnte gezeigt werden, dass erhebliches Potential in der populationsdynamischen Beschreibung von Granulationsprozessen unter Verwendung von Kompartimentmodellen existiert. Ein Mangel besteht in der Kenntnis einiger Parameter interner Strömungsvorgänge, die meist empirisch abgeschätzt oder aus Simulationen wie CFD oder DEM gewonnen wurden [47]. Unter Verwendung lokaler und bildgebender Messverfahren soll eine Quantifizierung fehlender Prozessgrößen erreicht werden. Im Speziellen wird die Wirbelschicht in Top-Spray Kon-

figuration in einer Kompartimentunterteilung untersucht. Besondere Herausforderungen dieser Konfiguration liegen in stochastischen und ungerichteten Partikelbewegungen in der fluidisierten Partikelschicht. Diese werden vor allem durch die zwei aufeinandertreffenden Luftströmungen im System (Fluidisations- und Düsenluft) intensiviert. In der Kompartimentbetrachtung ist eine wichtige Fragestellung, nach welchem Kriterium eine Zonenunterteilung vorgenommen wird. Welche Größe wird herangezogen, um zum Beispiel zwischen einer Sprüh- und einer Trocknungszone zu unterscheiden? Im Allgemeinen gilt für Top-Spray Konfiguration, dass aufgrund der entgegengesetzten Gasströmungen eine Definition der Sprühzone im Vergleich zu beispielsweise Strahlschichten mit gerichteten Partikelzirkulationsbewegungen schwierig ist [23, 15]. Auch Wirbelschichtsysteme in Bottom-Spray oder Bottom-Spray Wurster weisen definierte Bereiche mit gleichen Partikelbewegungsmustern auf. Eine Abgrenzung zwischen unterschiedlichen Zonen kann hier im Gegensatz zur Top-Spray Wirbelschicht über das Partikelzirkulationsverhalten erfolgen [16, 46].

Zur Untersuchung der Partikelbewegungen in der Top-Spray Wirbelschicht soll eine besondere Anlagenkonstruktion verwendet werden. Diese ist flach gebaut mit rechteckigem Querschnitt. Mit transparenten Wänden wird die bildtechnische Erfassung von Partikelbewegungen innerhalb einer optisch zugänglichen Ebene ermöglicht. Diese Art der Anlagenkonstruktion ist jedoch umstritten, da das Partikelzirkulationsverhalten nicht den Bewegungsmustern in üblich zylindrisch geformten Anlagen entsprechen soll. Ein Nachweis darüber ist zwingend notwendig und wurde bis zum heutigen Zeitpunkt noch nicht erbracht. Über einen direkten Systemvergleich zwischen der flachen Wirbelschicht mit einer zylindrischen Anlage soll eine Evaluierung durchgeführt werden. Dabei sollen neben den bildbasierten Messungen lokale Messmethoden eingesetzt werden. Der Systemvergleich erfolgt über die örtlichen Partikelverteilungen, gemessen über die Partikelvolumenfraktion, und die Partikelgeschwindigkeiten. Für die lokalen Messmethoden soll versucht werden, verbesserte Auswertemethoden zu etablieren. Im besonderen Fokus steht die Messtechnik der lokalen Partikelgeschwindigkeit unter Verwendung der faseroptischen Sonde.

In den vergangenen Jahren haben sich DEM Simulationen in der Feststoffverfahrenstechnik, als ein Werkzeug zur Untersuchung schwer messbarer Prozessgrößen, zusehends etabliert. In einer erweiternden Kopplung mit der CFD lassen sich Mehrphasenströmungen berechnen. Dabei lässt sich eine diskrete Partikelphase zusammen mit der kontinuierlichen Gasphase im Impuls- und Massenaustausch koppeln. Der gekoppelte Ansatz soll für die Simulation von Wirbelschichtsystemen weiter verfolgt werden. Es sollen Erkenntnisse ortsverteilter Prozessgrößen auf Partikelebene bestimmt werden. Jedoch gibt es bei heutiger Rechentechnik Einschränkungen im Einsatz dieser Simulationswerkzeuge. Partikelkollektive in Wirbelschichten umfassen oftmals weit über  $10^6$  Einzelpartikel. Eine direkte 1:1 Simulation solcher interagierender Partikelkollektive ist in einer annehmbaren Rechenzeit nicht möglich. Über einen Skalierungsansatz des Partikelsystems auf Basis der Ähnlichkeitstheorie soll eine Reduktion der Partikelanzahl im System vorgenommen werden. Zielstellung ist die Verkürzung notwendiger Rechenzeit ohne dabei Änderungen im Partikelströmungsverhalten hervorzurufen. Die Wirbelschichten aus den experimentellen Untersuchungen sollen in gleicher Apparatedimension nachgerechnet werden. Zusätzlich soll die Simulation kleinskaliger Partikel ermöglicht werden. In der Wirbelschichtgranulation können dies diskret betrachtete Flüssigkeitstropfen sein.

Auf Grundlage der Kompartimentierung der Top-Spray Wirbelschicht soll in einer experimentellen Akquise, mit der Kopplung der Messgrößen Partikelvolumenfraktion und Partikelgeschwindigkeit, die Partikelverweilzeit innerhalb der Kompartimente für verschiedene Prozesszustände bestimmt werden. Der Zusammenhang der Partikelverweilzeit mit baulicher Konfiguration oder der Hydrodynamik soll aufgezeigt werden. Anhand dieser Ergebnisse soll ein mathematisches Modell abgeleitet werden, das es ermöglicht, Partikelverweilzeiten unabhängig von der Konfiguration des Top-Spray Systems vorherzusagen. Über die DEM-CFD Simulationen sollen verschie-

## 1 *Einleitung*

dene Besonderheiten der Partikelströmung in den jeweiligen Kompartimenten verdeutlicht werden. Zu diesen zählen das Vorkommen einer Partikelverweilzeitverteilung oder das örtliche Vorkommen von Flüssigkeitstropfen. Insbesondere aus der Flüssigkeitstropfensimulation lässt sich das Verständnis der Partikelbefeuchtungsmechanismen verbessern. Diese Befeuchtungsvorgänge innerhalb der fluidisierten Partikelschicht sind schwer zu messen, so dass die DEM-CFD Simulation ein interessantes Werkzeug zur Systemuntersuchung darstellt.

## 2 Experimentelle Methoden

Um Partikelströmungsvorgänge innerhalb des eingeschränkt zugänglichen Mehrphasensystems der Wirbelschicht zu erfassen, werden drei wesentliche Messmethoden eingesetzt:

- Bildbasierende Messung unter Anwendung der PIV und DIA
- Lokale Messung unter Verwendung einer faseroptischen Sonde im Lichtreflektionsprinzip
- Indirekte Messung der Schichtdruckschwankungen

In den experimentellen Untersuchungen werden die Messmethoden PIV und DIA für die Bestimmung von Partikelgeschwindigkeiten und Partikelvolumenkonzentrationen angewandt. Der Einsatz erfolgt an einer flachen Wirbelschicht. Diese Messmethoden ermöglichen die nicht-intrusive Vermessung des Partikelströmungszustands innerhalb der gesamten Wirbelschicht.

Für eine lokale Vermessung selbiger Partikelströmungseigenschaften wird eine faseroptische Sonde verwendet. Die Sonde lässt sich systemübergreifend einsetzen und bietet so die Möglichkeit eines Vergleichs zwischen der flachen mit der zylindrischen Wirbelschicht. Für das in den Untersuchungen eingesetzte Partikelsystem  $\gamma$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> wird ein entsprechendes Kalibrierverfahren für die Messung von Partikelvolumenfraktionen aufgezeigt. Die verwendete faseroptische Sonde benötigt hinsichtlich der Partikelgeschwindigkeitsmessung eine gesonderte Betrachtung. Hierbei wird eine Methodik dargelegt, um statt axiale Partikelgeschwindigkeiten, zweidimensionale Partikelgeschwindigkeiten in Abhängigkeit der Partikelströmungsrichtung zu messen.

Außerdem wird die etablierte Messmethode der Schichtdruckschwankung angewandt. Die Schichtdruckschwankungen geben indirekt das hydrodynamische Verhalten der Gasphase wieder. Druckschwankungen resultieren aus Druckänderungswellen, die durch Gasblasenbewegungen entlang des Drucksensors verursacht werden. Eine Interpretation der erhaltenen Drucksignale erfolgt in Zeit- und Frequenzbereichsanalyse. Die Ergebnisse ermöglichen die Charakterisierung des Regimeverhaltens oder der Regimeübergänge.

### 2.1 PIV - Particle Image Velocimetry

Die Particle Image Velocimetry ist eine bildbasierte, nicht-intrusive Messmethode von Partikelgeschwindigkeiten. In der Messung werden bewegte Tracer-Partikel innerhalb einer beleuchteten Ebene oder innerhalb eines Lichtschnitts mit der Aufnahme von Bildsequenzen festgehalten. Aus den aufgezeichneten Bildinformationen lassen sich Partikelgeschwindigkeitsfelder bestimmen. Die Auswertung erfolgt auf Basis der Signalverschiebungstheorie. Die Grundlagen der PIV beruhen maßgeblich auf der Theorie von Adrian [3], Keane u. Adrian [78] und werden zusammengefasst durch Westerweel [147]. Ein Kompendium über weiterentwickelte Auswertungstechniken in der PIV geben Raffel u. a. [110]. Erstmals wurde die PIV erfolgreich durch Willert u. Gharib [148], damals noch als DPIV (Digitale Particle Image Velocimetry) bezeichnet, verwendet. Rix u. a. [116] setzten diesen messtechnischen Ansatz erstmalig im Bereich der Wirbelschichttechnik zur Untersuchung des Austragsverhaltens von Partikeln in der Region des Freeboards ein. Im Folgenden wird das grundlegende Messprinzip der PIV mit ausgewählten Gleichungen für dicht

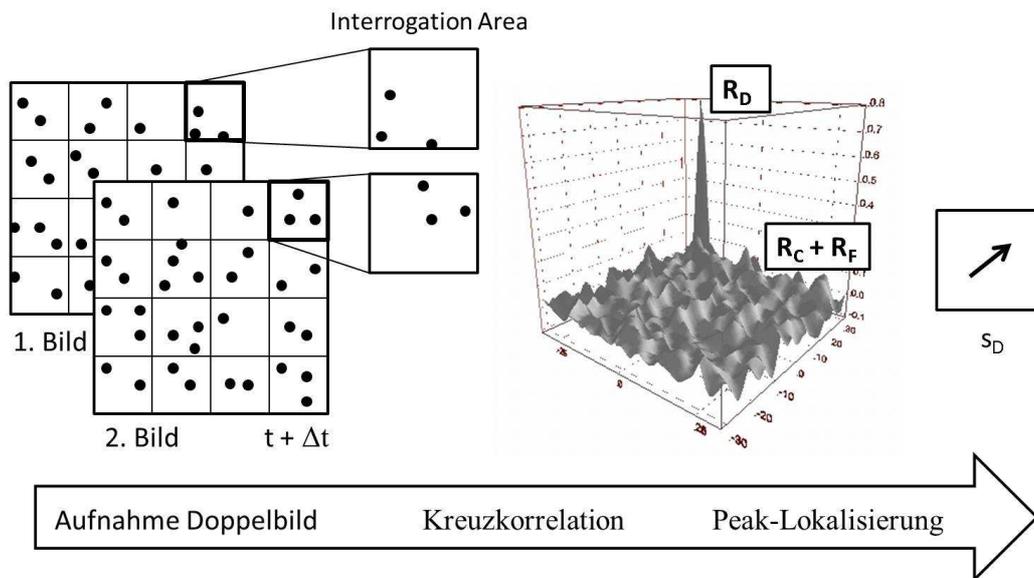


Abbildung 2.1: Zusammengefasste Darstellung des PIV-Auswertungsprinzips

besetzte Mehrphasenströmungen erläutert. Dabei wird im Speziellen nur auf das in den experimentellen Untersuchungen angewandte Auswerteprozess der Kreuzkorrelation für einzeln belichtete Doppelbilder eingegangen. Alternative Auswertemethoden mittels Autokorrelation oder Mehrfachbelichtung werden nicht näher beschrieben.

Der instantane Zustand einer optisch zugänglichen Partikelströmung wird mit der Aufnahme eines Doppelbildes festgehalten. Der zeitliche Abstand zwischen den jeweils einzeln belichteten Bildern der Doppelaufnahme, sowie die Belichtungszeit richten sich nach der vorliegenden Partikelgeschwindigkeit. Wichtig ist, dass die Partikel auf den Bildern eindeutig und unverzerrt dargestellt sind. Für die aufgezeichnete Verschiebung der Partikel zwischen den Bildern müssen weitere Kriterien innerhalb der Auswertung erfüllt sein, auf die im weiteren Verlauf eingegangen wird. Die Beleuchtung der Partikelströmung wird üblicherweise mit einem gepulsten Laserlichtschnitt vorgenommen. Dieser spannt innerhalb des Untersuchungsgebietes eine quasi zweidimensionale Beleuchtungsebene auf. Orthogonal zur Beleuchtungsebene ist die Kamera positioniert, welche zweidimensionale Partikelbewegungen innerhalb des Lichtschnitts aufzeichnet. Bei dichten Partikelströmungen ist ein Laserlichtschnitt aus Gründen der Undurchdringlichkeit des Untersuchungsgebietes innerhalb einer Querschnittsebene nicht möglich. Deshalb kommt gestreutes Weißlicht im Aufsichtsprinzip zum Einsatz. Damit wird das Untersuchungsgebiet frontal vollständig ausgeleuchtet. Die Lampen sind meist neben oder hinter der Kamera angeordnet. Dieses Verfahren hat im Vergleich zum Laser verschiedene Nachteile. So kann oftmals die Lichtenergie eines Laser nicht erreicht werden. Blitzlichtquellen weisen hohe Lichtstärke auf, müssen aber mit der Aufnahmefrequenz der Kamera synchronisiert werden. Bei konstanten Lichtquellen muss die Frequenz des Wechselstroms und die damit verbundenen Lichtintensitätsschwankungen durch die Verwendung von Gleichstrom verhindert werden. Es zeigt sich weiter, dass Partikel zur eindeutigen Identifikation aus mindestens drei zusammenhängenden Pixeln innerhalb der Bilder bestehen müssen. Mit der Verwendung von Aufsicht findet keine Beleuchtung der Partikelströmung innerhalb einer zweidimensionalen Schnittebene statt. Partikel die in der Strömung vom Licht erreicht werden, können in unterschiedlichen optischen Tiefen der Anlage belichtet, detektiert und ausgewertet werden.

Die Doppelbilder werden anschließend äquivalent gerastert, in sogenannte „Interrogation Areas“. Eine Interrogation Area ist dabei ein Rechteckelement des Rasters, auf dem eine singuläre

PIV-Auswertung stattfindet. Alle Partikel, die innerhalb dieser Teilebene abgebildet sind, werden zur Geschwindigkeitsbestimmung herangezogen. Es resultiert eine mittlere Partikelgeschwindigkeit und Partikelströmungsrichtung für eine Interrogation Area. Die Partikelgeschwindigkeitsbestimmung erfolgt für korrespondierende Interrogation Areas aus Bild 1 und Bild 2 unter Anwendung der Kreuzkorrelation, siehe Abbildung 2.1. Die Kreuzkorrelationsfunktion  $R$  beschreibt hierbei die Korrelation zweier Signale mit einer Zeitverschiebung  $\Delta t$ . Da die Zeitverschiebung aus der Aufnahmezeit der Doppelbilder bekannt ist, wird die Verschiebung der Partikel in den jeweiligen Interrogation Areas bestimmt. Die Partikeldarstellungen sind in den zweidimensionalen Interrogation Areas der Größe  $M \times M$  Pixel durch ganzzahlige Intensitätswerte  $I_1$  im 1. Bild und  $I_2$  im 2. Bild in einer 10-bit Grauwertskala dargestellt. Die Kreuzkorrelation wird über einen zyklischen Standard-Fast-Fourier-Transformationsalgorithmus für die Intensitätswerte berechnet. Die Kreuzkorrelation der Intensitätswertverschiebung wird über die räumliche Verschiebung der Partikeldarstellungen  $s(\tilde{x}, \tilde{y}, t)$  zwischen  $I_1$  und  $I_2$  mit

$$R(s) = \sum_{i=1}^M \sum_{j=1}^M I_1(\tilde{x}, \tilde{y}) I_2(\tilde{x} + s_{\tilde{x}}, \tilde{y} + s_{\tilde{y}}) \quad (2.1)$$

bestimmt. Die resultierende Kreuzkorrelationsfunktion  $R(s)$  setzt sich aus drei wesentlichen Anteilen zusammen

$$R(s) = R_C(s) + R_F(s) + R_D(s). \quad (2.2)$$

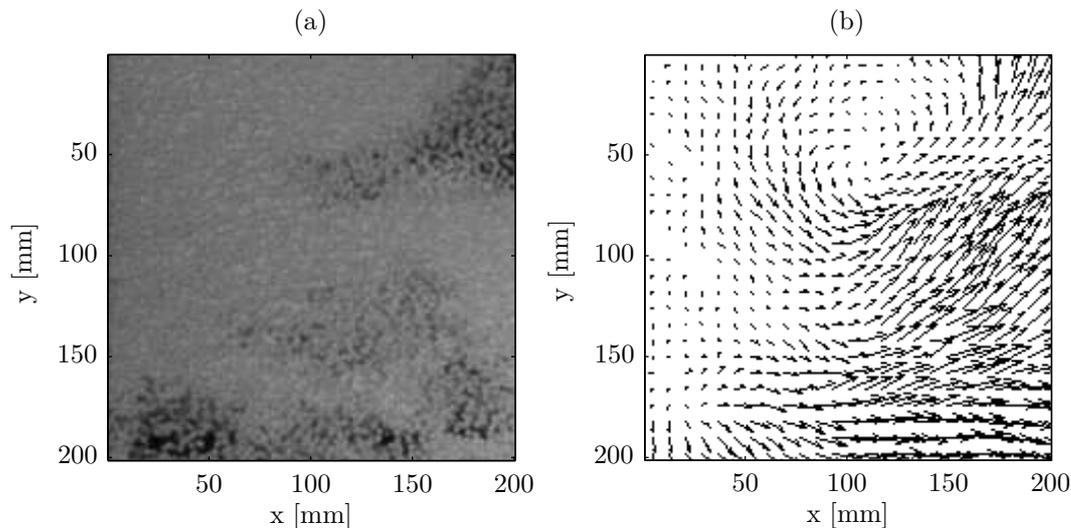
$R_C$  ist der Korrelationsanteil der mittleren Intensitätswerte und  $R_F$  der Anteil der fluktuierenden Rauschkomponente.  $R_C$  und  $R_F$  werden durch Abzug des mittleren Intensitätswertes eliminiert. Übrig bleibt der Anteil  $R_D$ . Dieser ist der Anteil aus der Korrelation der Intensitätsfluktuationen. Nach Adrian [2] ist  $R_D$  der Verschiebungskorrelationspeak, dessen Verschiebung aus dem Koordinatenursprung mit der mittlere Phasen- beziehungsweise Partikelverschiebung  $s_D(\tilde{x}, \tilde{y}, t)$  korreliert. Dieser hängt, vereinfacht dargestellt, von verschiedenen Bestandteilen innerhalb einer Interrogation Area ab

$$R_D(s) = N_I F_I(s) F_O F_T(s) F_\Delta(s). \quad (2.3)$$

Dabei ist  $N_I$  die mittlere Partikelanzahl in der Interrogation Area,  $F_I$  ist ein Maß des Korrelationsverlustes innerhalb der Interrogation Area,  $F_O$  der Korrelationsverlust der Partikel, die sich während der Doppelbildaufnahme aus der Interrogation Area herausbewegen [2],  $F_T$  die Partikel-Bild-Selbstkorrelation und  $F_\Delta$  der Partikelgeschwindigkeitsgradient in der Interrogation Area. Der Faktor  $N_I F_I F_O$  beschreibt die effektive Anzahl der abgebildeten Partikelpaare. Um trotz der Korrelationsverluste eine Mindestmessgenauigkeit von über 95 % zu erreichen, muss nach Keane u. Adrian [77] das Verhältnis

$$N_I F_I F_O > 7 \quad (2.4)$$

erfüllt sein. Innerhalb einer Interrogation Area gibt es lokale Unterschiede der Partikelgeschwindigkeiten  $|\Delta v|$ . Existiert eine breite Geschwindigkeitsverteilung, sinkt die Amplitude des Korrelationspeaks mit einer gleichzeitigen Peakverbreiterung. Die Verbreiterung des Korrelationspeaks hat einen negativen Einfluss auf  $R_D$ , da die Geschwindigkeit in der Interrogation Area als einheitlich angenommen wird und somit die Lösung nicht eindeutig ist. Wenn folgendes Kriterium



**Abbildung 2.2:** (a) Einzelbildaufnahme in einer 10-bit Grauwertskala einer instantanen, dichten Partikelströmung und (b) das mit der PIV berechnete Partikelgeschwindigkeitsvektorfeld

$$|\Delta v| \Delta t \ll d_p \quad (2.5)$$

für die Partikelverschiebung gilt, so wird das Verschiebungsfeld in einer Interrogation Area als lokal einheitlich angesehen. Aus der Position des Korrelationspeaks ergibt sich die Partikelverschiebung oder das 1. Moment für die mittlere, lokale Intensitätswertverschiebung der Partikel  $s_D$ . Zur Bestimmung der Partikelgeschwindigkeit  $v$  muss die Intensitätswertverschiebung mit einem Skalierungsfaktor  $k_p$  umgerechnet werden

$$v = \frac{s_D(\tilde{x}, \tilde{y}, t)}{\Delta t} k_p. \quad (2.6)$$

Der Skalierungsfaktor wird in einer Kalibrierung durch die Messung eines definierten Längenmaßes in der Untersuchungsebene bestimmt. Die Länge in Pixel wird mit der Länge in Millimeter in Korrelation gesetzt.

Die Abbildung 2.2 zeigt ein exemplarisches Bild einer dichten Mehrphasenströmung, aus welcher unter Anwendung der PIV das Partikelgeschwindigkeitsfeld berechnet wurde. Die PIV-Auswertungen der Bildaufnahmen werden im Rahmen dieser Arbeit anhand der Software DaVis 7.2 durchgeführt. Eine Übersicht zu den verwendeten Kamera- und PIV-Einstellungen im Programm gibt die Tabelle 3.2. Die PIV wird im Rahmen dieser Arbeit eingesetzt, um Partikelzirkulationsbewegungen in der Top-Spray Wirbelschicht zu untersuchen und um ortsaufgelöste Partikelgeschwindigkeitsfelder bei unterschiedlichen Strömungszuständen zu messen.

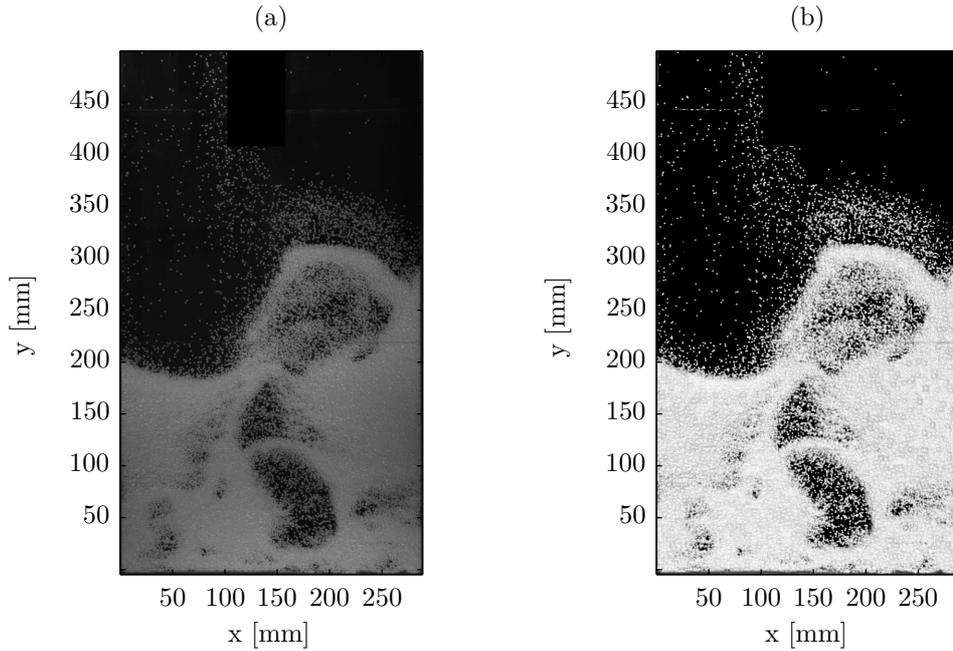
## 2.2 DIA - Bildbasierte Feststoffvolumenfraktion

Der allgemeine Begriff DIA (Digital Image Analysis) steht für eine pixelbasierte Bildanalysemethode. Flächeninformationen aus digitalen Bildern werden zur räumlichen Beschreibung von Systemcharakteristika eingesetzt. Lim u. a. [90] verwendeten erstmals diese Methodik, um in einer flachen Wirbelschicht Gasblasen zu detektieren und analytisch zu beschreiben. Aufgenommene Bilder der Mehrphasenströmung untersuchte Lim anhand der Grauwerte, um zwischen der Feststoffphase (dunkel bis schwarz) und den Gasblasen (hell, durchscheinendes Licht) zu unterscheiden. Laverman u. a. [84] binarisierten diese Bilder, um so auf einzelne Gasblasen zu schließen. In einer Kopplung korrigierte Laverman gemessene PIV-Geschwindigkeitsfelder mit den lokalisierten Gasblasen. Neben der Untersuchung der Blasencharakteristik [7, 22, 121] wurde die DIA in der Wirbelschichttechnik für die Untersuchung von Mischungseffekten [5] oder des Segregationsverhaltens [14, 54, 55] verwendet. Aus den Pixelinformationen eines Bildes lassen sich jedoch mehr Informationen als nur die Unterscheidung zwischen hell und dunkel entnehmen. Anhand der Grauwertabstufung in einem Bild lässt sich auf die Partikelvolumenfraktion schließen. Ein dunklerer Grauwert steht für eine höhere Partikelvolumenfraktion, weiß steht für die Gasphase. Diese Herangehensweise nutzten Link u. a. [91] aus und untersuchten die Partikelvolumenfraktionsverteilung in einer Wirbelschicht in Bottom-Spray Konfiguration. Van Buijtenen u. a. [20] optimierten den Algorithmus für die Partikelvolumenfraktionsberechnung aus den Pixelinformationen. Jong u. a. [74] zeigten später, dass in der Bildanalyse eine abweichende Korrelation bei der Verwendung von Produkten mit kleinen Partikeldurchmessern existiert. Auf der Theorie von van Buijtenen wird im Folgenden auf den DIA Algorithmus eingegangen. In der DIA-Auswertung werden dieselben digitalen Bilder wie in der PIV-Messung verwendet und in einem eigenen MATLAB Programmcode verarbeitet.

Für die Anwendung der DIA sind bestimmte Voraussetzungen an den Strömungszustand einer Mehrphasenströmung geknüpft. Eine ebene Partikelströmung muss durch ein optisches Fenster betrachtbar sein, so dass die Partikelbewegungsmuster mit einer Bilderserie festgehalten werden können. Die Einzelaufnahmen werden anschließend gerastert, identisch wie in der PIV. In jedem Rasterelement, oder ebenso Interrogation Area genannt, sind die Partikel als Intensitätswerte über eine 10-bit Grauwertskala dargestellt. Die Analysemethode setzt auf Intensitätswertunterschiede innerhalb einer Interrogation Area und korreliert diese mit einem dreidimensionalen Partikelvolumenanteil. Der Partikelvolumenanteil bezieht sich auf das Untersuchungsvolumen, welches die Interrogation Area in die Anlagentiefe verlängert ist.

In der Vorgehensweise der Auswertung werden zuerst die Intensitätswerte innerhalb einer Interrogation Area über eine Mittelung zu  $\bar{I}$  zusammengefasst. Dieser Intensitätsmittelwert ist affektiert durch verschiedene Störeinflüsse in den Messungen. Diese Störeinflüsse können anderweitig abgebildete Objekte, wie zum Beispiel Staubablagerungen an der optisch zugänglichen Apparatewand, sein. Über eine Rauschminimierung mit einem Tiefpassfilter und einem konstanten Offset-Wert  $I_{min}$  werden diese minimiert. Weitere Störeinflüsse in den Bilderaufnahmen resultieren aus der Beleuchtungseinrichtung. In der Ausleuchtung kommt es aufgrund von Lichtspots zu lokalen Inhomogenitäten und somit zu unterschiedlichen Intensitätswerten bei gleicher Partikelvolumenfraktion. Einen Ausgleich schafft eine Intensitäts-Maximum-Filterung nach van Herk [63]. Über eine Normalisierung der Intensitätsmittelwerte auf den Intensitätsmaximalwert werden die Partikel im Wertebereich zwischen 0 und 1 ausgedrückt. Diese vorgenommenen Bildkorrekturen veranschaulicht die Abbildung 2.3 anhand einer Wirbelschichtaufnahme. Der korrigierte Intensitätsmittelwert entspricht der zweidimensionalen Partikelflächenfraktion  $\epsilon_{p,2D}$  und wird durch folgende Gleichung zusammenfassend ermittelt

## 2 Experimentelle Methoden



**Abbildung 2.3:** (a) Originalbildaufnahme und (b) korrigiertes Bild mit Rauschminimierung und Maximalwertnormierung

$$\epsilon_{p,2D} = \frac{\bar{I} - I_{min}}{I_{max} - I_{min}}. \quad (2.7)$$

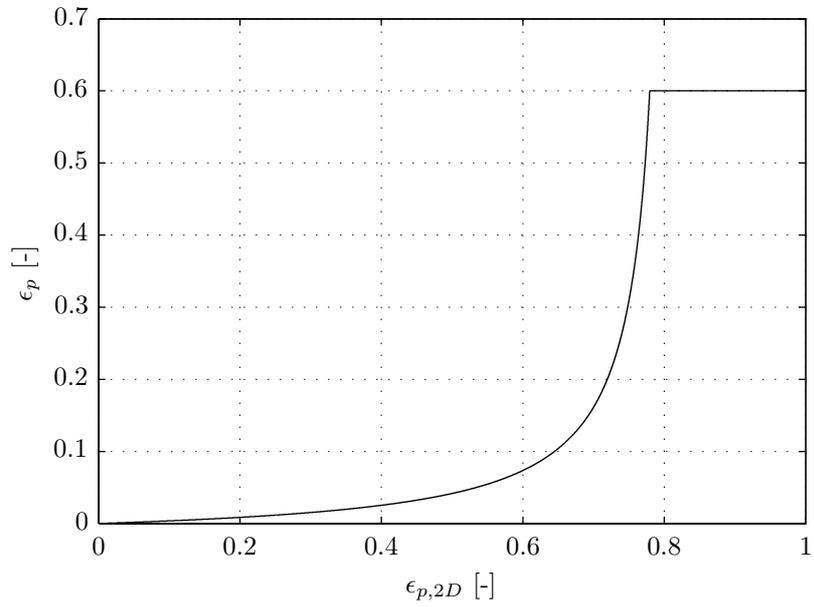
Die Partikelflächenfraktion wird mit einer Korrelationsfunktion in die Partikelvolumenfraktion  $\epsilon_p$  umgerechnet. Die Überführung in den Volumenanteil erfolgt über eine gebrochenrationale Funktion

$$\epsilon_p = a \frac{\epsilon_{p,2D}}{b - \epsilon_{p,2D}}. \quad (2.8)$$

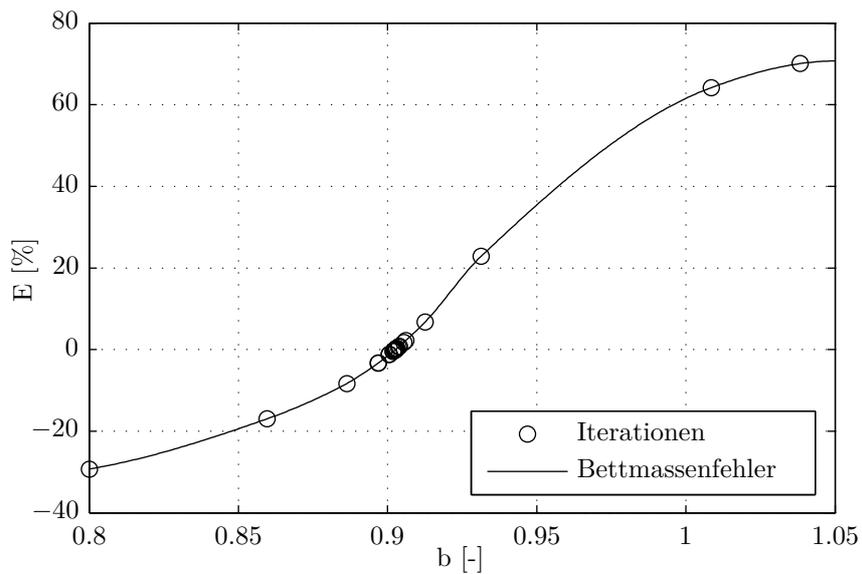
Diese hat den Vorteil eines anfänglich fast linearen Anstiegs, der anschließend asymptotisch gegen einen Wert  $b$  strebt, dargestellt in Abbildung 2.4. Die höchste Partikelvolumenfraktion monodisperser sphärischer Partikel ist 0,74 für die hexagonal dichteste Packung. Für ruhende Zufallsschüttungen (Festbetten) aus monodispersen kugeligen Partikeln liegt die Partikelvolumenfraktion bei  $\epsilon_p \approx 0,6$ . Entsprechend ist der asymptotische Verlauf der Korrelationsfunktion bei der maximalen Partikelvolumenfraktion begrenzt

$$\epsilon_p = 1 - \epsilon = \begin{cases} a \frac{\epsilon_{p,2D}}{b - \epsilon_{p,2D}} & \text{für } \epsilon_p < 0,6 \\ 0,6 & \text{für } \epsilon_p > 0,6. \end{cases} \quad (2.9)$$

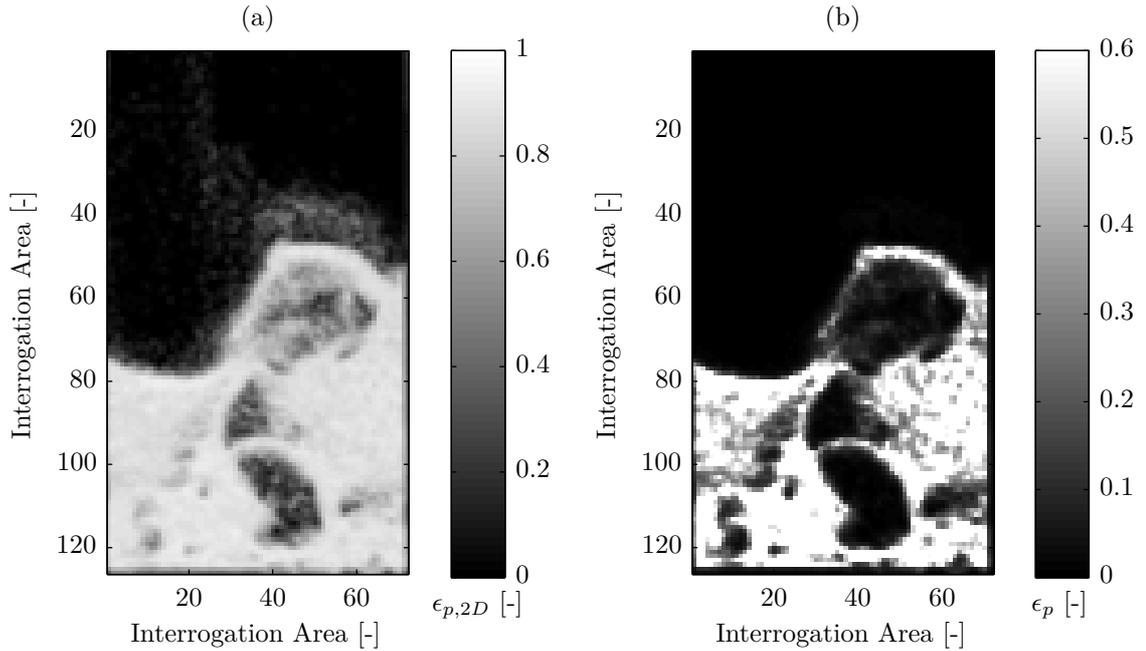
Der Parameter  $a$  in der Korrelationsfunktion ist eine Konstante, die den Funktionsverlauf beschreibt. Diese wurde aus synthetisch bewegten DEM-Simulationen mit  $a = 0,0261$  gewonnen [19]. Der zweite enthaltene Parameter  $b$  ist die maximale Partikelflächenfraktion im Wertebereich zwischen  $0,8 < b < 0,95$ . Die Korrelationsfunktion verläuft asymptotisch gegen diesen Wert  $b$  bis  $\epsilon_p = 0,6$ . Die maximale Partikelflächenfraktion ist abhängig von der Systemkonfigurationen, wie zum Beispiel von der Anlagentiefe oder dem Verteilungszustand der Partikel in der Schicht, und ist somit ein Optimierungsparameter für jeden Versuch. Die Bestimmung



**Abbildung 2.4:** Gebrochenrationale Korrelationsfunktion zur Umrechnung der Partikelflächenfraktion  $\epsilon_{p,2D}$  in die Partikelvolumenfraktion  $\epsilon_p$



**Abbildung 2.5:** Nullstellensuche des Bettmassenfehlers  $E$  zur Bestimmung des Parameters  $b$  in der Korrelationsgleichung (2.8)



**Abbildung 2.6:** Umrechnung der Intensitätswerte in (a) die Partikelflächenfraktion  $\epsilon_{p,2D}$  und in (b) die Partikelvolumenfraktion  $\epsilon_p$

erfolgt über eine Nullstellensuche des Bettmassenfehlers. Der Bettmassenfehler beschreibt die Abweichung der abgeschätzten Bettmasse aus den Partikelvolumenfraktionen verglichen mit der tatsächlichen, gravimetrisch bestimmten Bettmasse

$$E = \frac{m_{dia} - m_{bed}}{m_{bed}}. \quad (2.10)$$

Dabei ergibt sich die abgeschätzte Bettmasse  $m_{dia}$  aus der Mittelung der Partikelvolumenfraktionen in der gesamten Schicht mit

$$m_{dia} = \frac{\rho_p V_{bed}}{N} \sum_{i=1}^N \epsilon_p. \quad (2.11)$$

Die Abbildung 2.5 verdeutlicht die Nullstellensuche zur Parameterbestimmung unter Verwendung der gesamten Bildsequenz einer Messreihe. Die Abbildung A.2 im Anhang zeigt, dass mit zunehmender Bildanzahl einer Messreihe der Parameter  $b$  gegen einen konstanten Betrag läuft. Grund hierfür sind unterschiedlich verteilte Partikelvolumenfraktionen in den jeweiligen Einzelbildern der Messreihe, die sich mit zunehmender Anzahl berücksichtigter Einzelbilder zu einem mittleren Schichtzustand entwickeln. Die Umrechnung des rauschminimierten Bildes aus Abbildung 2.3 (b) in die Partikelflächenfraktion und anschließend in die Partikelvolumenfraktion anhand der Korrelationsfunktion zeigt die Abbildung 2.6. Eine Übersicht zu den verwendeten Kamera- und DIA-Einstellungen gibt die Tabelle 3.2. Die DIA wird im Rahmen dieser Arbeit eingesetzt, um das orts aufgelöste Partikelverteilungsverhalten, sowie Partikelvolumenfraktionen innerhalb des Wirbelschichtprozesses zu messen. Eine Kopplung zur PIV-Messmethode wird präsentiert zur Bestimmung von Partikelmassenstromfeldern. Aus den Partikelmassenstromfeldern lassen sich im Wirbelschichtprozess bestimmte Bereiche und Zonen bilanzieren.

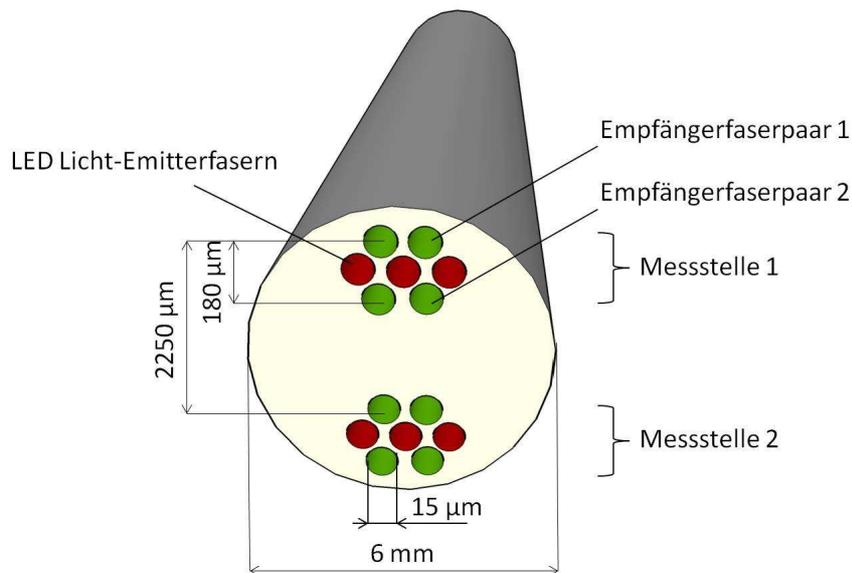
## 2.3 Faseroptische Sonde

Zur Erfassung lokaler Strömungszustände in Mehrphasenströmungen wurde Anfang der 1980er Jahre eine faseroptische Sonde im Lichtreflektionsprinzip [70, 107] entwickelt. Messgrößen solcher faseroptischer Sonden sind vor allem Partikelvolumenfraktionen, sowie Blasen- und Partikelgeschwindigkeiten. Insbesondere in instationären, heterogenen Feststoffsystemen mit teils hohen, lokalen Partikelvolumenfraktionen zeichnet sich dieses Messsystem als eine schnelle, robuste und einfache Untersuchungsmethode aus. Weitere Vorteile sind ein hohes Signal-Rausch-Verhältnis und eine geringe Beeinflussung des Gesamtsystems [97]. Die Messmethodik basiert auf der Detektion und Auswertung eines reflektierten Lichtanteils. Als Lichtquelle dienen in dem verwendeten System des Herstellers BASF LED-Lampen mit einem Spektralbereich in der Infrarotstrahlung zwischen 800 bis 1400 nm. Das erzeugte Licht wird mittels Glasfasern, sogenannten Emitterfasern, zur Sondenspitze geleitet. Der reflektierte Lichtanteil, der von den im Messvolumen befindlichen Objekten zurückgestrahlt wird, wird über Empfängerfasern von der Sondenspitze auf eine Fotodiode am Ende der Glasfasern geleitet und dort detektiert. In Abhängigkeit der rückgestrahlten Lichtintensität wird die Lichtinformation in der Fotodiode in ein entsprechendes Spannungssignal zwischen 0 und 12 Volt gewandelt. Anschließend wird das analoge Spannungssignal mit einem A/D Wandler digitalisiert. Für die Transformation der Spannungssignale besitzt der Wandler einen 8-bit und einen 16-bit Kanal.

Die Anordnung der Emitter- und Empfängerfasern in der Sonde ist in Abbildung 2.7 dargestellt. Bei der hier verwendeten Messsonde, mit einem Außendurchmesser von 6 mm, befinden sich zwei Messstellen mit je zwei Empfängerfaserpaaren in paralleler Ausführung zueinander. Ein Empfängerfaserpaar ist systemintern verbunden und kann somit messtechnisch als eine Detektionsstelle betrachtet werden. Zwischen den Empfängerfasern sind die Emitterfasern angeordnet. Der kürzeste Abstand zwischen zwei Empfängerpaaren einer Messstelle beträgt  $180 \mu\text{m}$ . Wahlweise besteht die Möglichkeit der Einbeziehung beider Messstellen. Dadurch kann ein größerer Abstand zwischen den Empfängerfasern ermöglicht werden. Der größere Abstand beträgt dann  $2250 \mu\text{m}$ .

In der Literatur ist eine Vielzahl an Untersuchungen zu finden, in denen ein faseroptisches Messsystem zur Beschreibung eines Mehrphasensystems verwendet wird. Insbesondere sind experimentelle Untersuchungen zu zirkulierenden Wirbelschichten [62, 72, 146, 153], klassischen Wirbelschichten [30, 155] und Strahlschichten [119, 142] zu finden. Hierbei wurden verschiedene Faseranordnungen im Sondenkopf [132, 162], unterschiedliche Kalibrieralgorithmen [66, 95, 155], sowie alternative Lichtquellen [58] für eine verbesserte Messgenauigkeit aufgezeigt.

Das Messprinzip der Lichtreflektion weist zu den Möglichkeiten nicht zu vernachlässigende Einschränkungen auf. Louge [97] zeigte, dass Lichttransmission und Lichtrückstreuung in der Messung miteinander in Abhängigkeit der Partikelvolumenfraktion konkurrieren. Die Lichttransmission nimmt mit der Entfernung von der Sonde exponentiell mit limitierender Auswirkung auf die Größe des Untersuchungsvolumens vor der Sonde ab. Hingegen weist die Rückstreuung keine Entfernungsabhängigkeit auf. Der Einfluss der Rückstreuung hängt jedoch stark vom Partikeldurchmesser ab [10, 113]. Des Weiteren kommt es zur Ausbildung von sogenannten Blind Spots. Dies sind nicht erfassbare Bereiche, in denen keine Beleuchtung durch die Emissionsfaser oder keine Detektion durch die Empfängerfasern erfolgt. Durch die Verwendung von Faserpaaren, wie in dem eingesetzten Sondentyp, kann die Gefahr einer Mehrdeutigkeit ausgehend von Blind Spots verhindert werden [25]. Rensner u. Werther [114] zeigten anhand eines mathematischen Modells den Lichtreflektionsvorgang. Renser bewies, dass die Messtiefe von der Partikelvolumenfraktion abhängt. Bei dichten Schüttungen nahe dem Festbett geht die Messtiefe auf bis zu 0,2 mm zurück. Ebenso ist ein intrusiver Einfluss der Sonde auf die Strömung vorhanden. Partikelkollisionen mit der Sonde können zu einem abweichenden Strömungsprofil führen.



**Abbildung 2.7:** Aufbau der faseroptischen Sonde

Neben der Partikelvolumenfraktionsmessung bedarf vor allem die Partikelgeschwindigkeitsmessung einer präzisen Vorbetrachtung. Diese hängt stark von der Faseranordnung, Messeinrichtung und den Partikelströmungseigenschaften ab. Basierend auf falschen Ansätzen in der Versuchsdurchführung können schnell physikalisch unrealistische Ergebnisse entstehen, veröffentlicht in [92, 105, 120]. Einen Nachweis über die Fehlerhaftigkeit der Messungen von San José u. a. [120] zeigten Wu u. Berrouk [151] durch das Aufstellen einer Kräftebilanz. Diese Schwierigkeiten in der Partikelgeschwindigkeitsmessung haben zur Folge, dass für die eingesetzte faseroptische Sonde in dieser Arbeit die Messmethodik hinterfragt und überprüft werden muss.

In den folgenden Abschnitten wird für den beschriebenen Sondentyp eine Kalibriermethode für Partikelvolumenfraktionen gezeigt. Diese Kalibrierung basiert auf Hartge u. a. [59] und zeichnet sich für eine große Spannweite von Partikelvolumenfraktionen in Robustheit und Einfachheit aus. Für die Messung der Partikelgeschwindigkeiten wird eine neue Methodik dargelegt, um zweidimensionale Partikelgeschwindigkeiten zuverlässig bestimmen zu können. Es wird bewiesen, dass die Richtung des Partikeldurchflugs entlang der Detektionsstellen einen erheblichen Einfluss auf die Partikelgeschwindigkeitsbestimmung hat. In der Vorgehensweise der Signalauswertung muss außerdem eine klare Differenzierung zwischen Blasen- und Partikelgeschwindigkeiten garantiert werden. Die folgenden Auswertungen der Messergebnisse wurden anhand eines eigenen Programmcodes auf Basis von MATLAB durchgeführt. Die Untersuchungen mit der faseroptischen Sonde werden für einen Systemvergleich zwischen zwei Wirbelschichtbauformen eingesetzt. Hierbei wird die Messgröße Partikelvolumenfraktion mit DIA-Messungen und die Messgröße Partikelgeschwindigkeit mit PIV-Messungen verglichen. Einschränkungen der Messmethoden sowie bauliche Einflüsse der Versuchsanlagen auf das Partikelströmungsverhalten werden herausgearbeitet.

### 2.3.1 Bestimmung von Partikelvolumenfraktionen

Der reflektierte Lichtanteil von Partikeln vor der Sondenspitze, gewandelt in ein Spannungssignal in der Fotodiode, kann mit der Messgröße Partikelvolumenfraktion in Korrelation gesetzt werden. Aufgrund verschiedener Lichtreflektionseigenschaften der Partikel, beeinflusst durch Farbe, Größe und Form des Versuchsmaterials, ist das erhaltene Spannungssignal nicht nur von

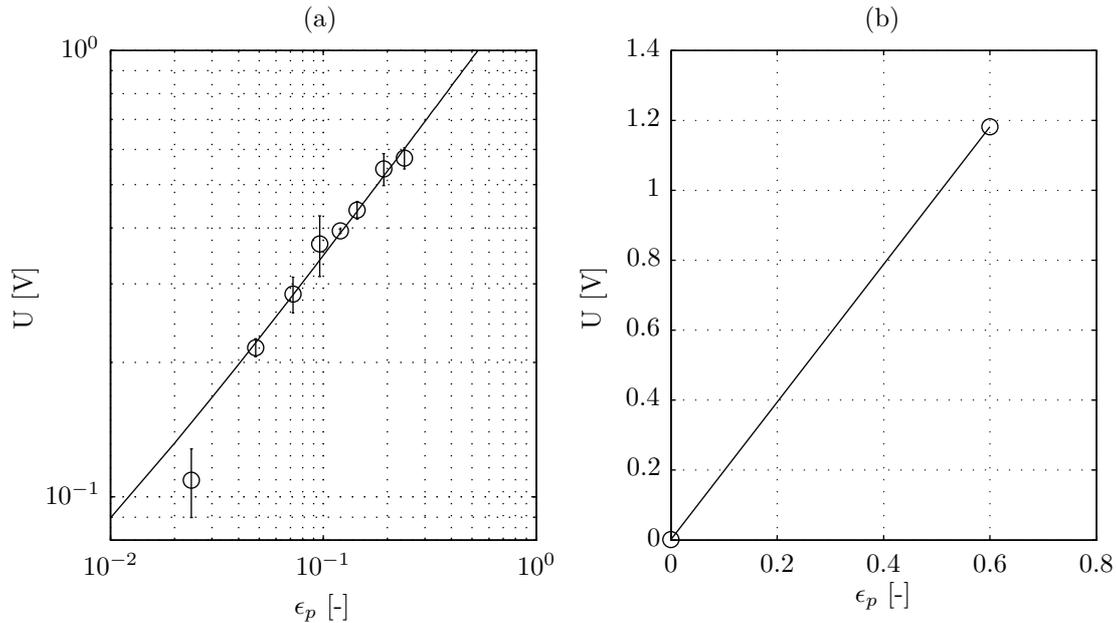
der Partikelvolumenfraktion, sondern ebenso von den Produkteigenschaften abhängig. In einer Kalibrierung werden die Produkteigenschaften bei bekannten Partikelvolumenfraktionen zum Spannungssignal in einen funktionalen Zusammenhang gebracht. Die Vorgehensweise in der Kalibrierung wird in der Literatur stark diskutiert. So existieren verschiedene Herangehensweisen, Algorithmen und Kalibriereinrichtungen. Hartge u. a. [59] schlugen eine zweistufige Kalibrieremethode vor. In einem ersten Schritt wird das Versuchsmaterial in verschiedenen Partikelvolumenfraktionen in Wasser dispergiert und gemessen. Anschließend folgt eine Zweipunktmessung in Luft. Hartge zeigte, dass die Vorgehensweise für eine große Bandbreite der Partikelvolumenfraktion von dünn und dicht besetzten Partikelströmungen gültig ist. Den Zusammenhang zwischen Spannungssignal und Partikelvolumenfraktion beschrieb er mit einer Exponentialfunktion

$$U = U_0 + k\epsilon_p^m, \quad (2.12)$$

in der  $U_0$  ein Grundrauschen,  $m$  der Exponent, abhängig vom Partikelmaterial, und  $k$  die Suspensionsmediumkonstante ist. Zhang u. a. [156] beschrieben ebenfalls den Zusammenhang zwischen Spannungssignal und Partikelvolumenfraktion als ein nicht-lineares Problem. Zhang schlug ein Polynom  $n$ -ten Grades ( $n > 1$ ) vor. Später verglichen Zhang u. a. [155] verschiedene lineare und nicht-lineare Kalibrieransätze. Zhang kritisierte maßgeblich den Einfluss des Refraktionsindex auf die Messgenauigkeit, wenn ein alternatives Fluid in der Kalibrierung im Vergleich zur späteren Messung verwendet wird. Um dem entgegen zu wirken, beschrieb er eine verbesserte Fallapparatur als reines Gas-Feststoffsystem. In der Bestimmung der Kalibrierkurve präzierte er die Kalibrierfunktion mit einer iterativen Korrektur. Entgegen den Behauptungen von Zhang zeigten Nieuwland u. a. [103], dass der Exponent  $m$  unabhängig vom Suspensionsmedium ist und nur von den Eigenschaften des Partikelmaterials abhängt. Lischer u. Louge [95] bekräftigten diese Aussage. Sie bewiesen in einer Monte-Carlo Simulation, dass für Partikelmaterialien mit nahezu identischen Reflektionscharakteristiken, dispergiert in unterschiedlichen Fluiden, zum Beispiel Metallkugeln in Wasser (Refraktionsindex  $\kappa = 1,33$ ) oder in Luft ( $\kappa = 1$ ), nur ein sehr geringer Messfehler in der Partikelvolumenfraktion verursacht wird. Materialien mit hoher Transparenz, wie zum Beispiel Glaskugeln, lassen sich aufgrund veränderter Akzeptanzwinkel in der Lichtreflektion mit signifikanten Auswirkungen auf den Exponenten  $m$  nicht mit der zweistufigen Methode von Hartge kalibrieren.

Basierend auf der einfachen experimentellen Umsetzung des Ansatzes von Hartge wurde dieser in der weiteren Vorgehensweise verwendet. Eine Kalibrierung wurde für das Partikelsystem  $\gamma$ - $\text{Al}_2\text{O}_3$  mit einem Durchmesser von 1,8 mm durchgeführt. Die Partikeleigenschaften sind in der Tabelle E.1 aufgeführt. Im ersten Schritt der Kalibrierung wurde das Partikelmaterial in einem 500 ml großen Versuchsbehälter dispergiert. Ein Rührer mit einer Drehzahl von  $200 \text{ min}^{-1}$  unterstützte die gleichmäßige Dispersion. Als Dispersionsmedium wurden 150 ml Glycerin ( $\kappa = 1,47$ ) an Stelle von Wasser verwendet. Glycerin wurde eingesetzt, da starke Adsorption und Segregationseffekte des sehr porösen Aluminiumoxids in Wasser zu einer inhomogenen Verteilung im Versuchsbehälter führen. Glycerin weist hingegen ein Dichteverhältnis von 1,2 zum Versuchsmaterial auf und diffundiert nicht in das Partikelinnere. Somit kann das Partikelmaterial homogener dispergiert werden. Die faseroptische Sonde wurde senkrecht von oben in den Versuchsbehälter eingetaucht. Im zweiten Kalibrierschritt wird eine Zweipunktmessung in Luft durchgeführt. Die Messungen werden an den zwei eindeutig definierten Partikelvolumenfraktionen in einem Gas-Feststoffsystem durchgeführt, bei  $\epsilon_p = 0$  ohne Partikel und im zuvor gemessenen Festbett mit  $\epsilon_p = 0,6$ . Die Kalibrierungsmessung zur Identifikation der Parameter von  $m$  und  $k$  in Gleichung (2.12) ist in Abbildung 2.8 dargestellt.

## 2 Experimentelle Methoden



**Abbildung 2.8:** Bestimmung der Kalibrierparameter der Partikelvolumenfraktionsmessung mit der faseroptischen Sonde (a) Bestimmung von  $k = 1,48$  V und  $m = 0.65$  für das System in  $\gamma$ - $\text{Al}_2\text{O}_3$  - Glycerin und (b) Korrektur von  $k$  auf  $k = 1,65$  V für das System  $\gamma$ - $\text{Al}_2\text{O}_3$  - Luft

Zur Verbesserung der statistischen Sicherheit wurden nicht die Einzelwerte einer Messung betrachtet. Die Partikelvolumenfraktionen wurden für die Messung innerhalb einer Zeitspanne zusammengefasst

$$\epsilon_p = \frac{1}{N} \sum_{i=1}^N \left( \frac{\Delta U_i}{k} \right)^{1/m}. \quad (2.13)$$

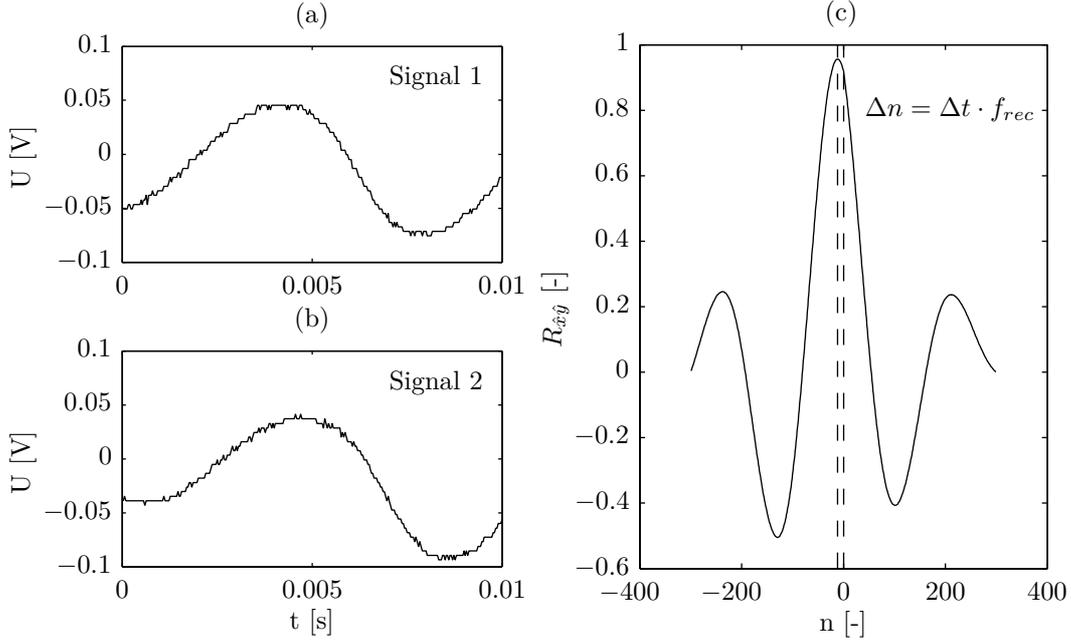
Es resultiert ein mittlerer Wert für die Partikelvolumenfraktion an der jeweiligen Messstelle. Der Abschnitt E.2 im Anhang befasst sich hierzu mit der Bestimmung der notwendigen Messzeit. Es wird eine Vorgehensweise gezeigt, um reproduzierbare Ergebnisse mit hohen statistischen Sicherheiten zu erhalten.

### 2.3.2 Bestimmung zweidimensionaler Partikelgeschwindigkeiten

#### 2.3.2.1 Partikelgeschwindigkeitsmessung

Die Messung der Partikelgeschwindigkeit unter Einsatz der faseroptischen Sonde erfolgt vereinfacht mit dem Prinzip einer Lichtschranke. Durchquert ein Partikel nacheinander beide Detektionsstellen, so werden zwei eindimensionale Signale der Lichtrückstreuung mit einem zeitlichen Versatz von  $\Delta t$  aufgezeichnet. Die Bestimmung der zeitlichen Verschiebung beider Signale kann in der Signaltheorie mittels der Kreuzkorrelation berechnet werden

$$R_{\hat{x},\hat{y}}(\tau) = \lim_{T \rightarrow \infty} \int_{-\frac{T}{2}}^{\frac{T}{2}} \hat{x}(t)\hat{y}(t + \tau)dt. \quad (2.14)$$



**Abbildung 2.9:** (a) Signal  $\hat{x}(t)$ , (b) Signal  $\hat{y}(t)$  und (c) Korrelationsplot  $R_{\hat{x}\hat{y}}(n)$  mit der Messwertverschiebung  $\Delta n$  aus dem Koordinatenursprung

Die Verschiebung des Korrelationspeaks aus dem Ursprung ergibt den zeitlichen Versatz beider Signale. Wird der Faserabstand  $s_f$  als zurückgelegter Weg des Partikels innerhalb der Zeitspanne  $\Delta t$  angenommen, ergibt sich die Partikelgeschwindigkeit mit

$$v = \frac{s_f}{\Delta t}. \quad (2.15)$$

Die Abbildung 2.9 verdeutlicht die Vorgehensweise der Signalauswertung. Für beide Messstellen sind die aufgezeichneten Spannungssignale dargestellt. Für diese Signale resultiert der in Abbildung 2.9(c) gezeigte Kreuzkorrelationsplot mit entsprechender Peaklokalisierung und der Messwertverschiebung  $\Delta n$  aus dem Koordinatenursprung. Die Messwertverschiebung  $\Delta n$  kann anhand der Aufnahme­frequenz  $f_{rec}$  in die zeitliche Verschiebung beider Signalen 1 und 2 umgerechnet werden

$$\Delta t = \frac{\Delta n}{f_{rec}}. \quad (2.16)$$

Für die dargestellten Beispielsignale ergibt sich eine zeitliche Differenz von  $\Delta t = 4 \cdot 10^{-4}$  s und somit eine Partikelgeschwindigkeit von  $v = 0,45$  m/s. Die Messung der Partikelgeschwindigkeit unterliegt bestimmten Störeinflüssen. So kann ein Detektionsverlust, keine eindeutige Peaklokalisierung in der Kreuzkorrelation oder die Existenz von Gasblasen die Partikelgeschwindigkeitsbestimmung beeinflussen. Ein Detektionsverlust entsteht, wenn ein Partikel bei der Durchquerung nur eine Detektionsstelle passiert. Die zwei Signale können nicht in Korrelation gebracht werden. Ein schlechter Korrelationsplot mit keinem eindeutigen Maximum kann durch ein stark schwingendes oder vor der Sonde verharrendes Partikel entstehen. Entsprechend dieser Störeinflüsse werden die Ergebnisse einer Nachbearbeitung unterzogen. Unrealistische Extremwerte in der Messreihe werden durch die Eingrenzung eines Gültigkeitsintervalls mit  $-5 < v < 5$  m/s eliminiert. Dabei wird ein Partikelgeschwindigkeitsbetrag größer als 5 m/s für nicht erreichbar für das betrachtete System angenommen. Neben einer Tiefpassfilterung des Ausgangssignals wird

## 2 Experimentelle Methoden

zusätzlich ein 1-D Medianfilter verwendet. Der Medianfilter ist ein nichtlinearer Rangordnungsfilter. In der Signalfilterung wird eine Signallänge von fünf aufeinanderfolgenden Signalwerten der Größe nach sortiert. Der in der Filterung betrachtete Signalwert wird mit dem mittleren Wert des größensortierten Intervalls überschrieben. Der Medianfilter verhindert starke Ausreißer in den Messergebnissen.

Die Aufnahmefrequenz in der Partikelgeschwindigkeitsmessung bestimmt sich aus der zu erwartenden maximalen Partikelgeschwindigkeit und ist begrenzt durch die Leistung des A/D Wandlers. In der zu untersuchenden Wirbelschicht mit einer maximalen Fluidisation von  $3 \cdot u_{mf}$  ist aus Abschätzungen einer PIV-Messung die Partikelgeschwindigkeit nicht größer als 2,5 m/s. Entsprechend des Faserabstandes ergibt sich eine Durchflugzeit von  $t = 7,2 \cdot 10^{-5}$  s und eine minimal notwendige Frequenz mit  $f_{min} = 1/t$ . Aus dem Nyquist-Shannon Abtasttheorem ergibt sich die Nyquist Frequenz als minimale Abtastrate und somit als Aufnahmefrequenz in den Messungen mit

$$f_{rec} = 2 \cdot f_{min}. \quad (2.17)$$

Betragsmäßig ergibt sich eine verwendete Aufnahmefrequenz von  $f_{rec} = 30$  kHz. In den nachfolgenden Abschnitten wird auf die Methodik zur Messung zweidimensionaler Partikelgeschwindigkeiten eingegangen.

### 2.3.2.2 Winkelabhängigkeit der Partikelgeschwindigkeit

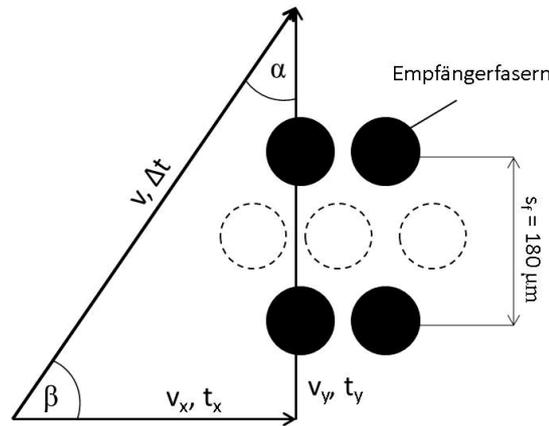
Die parallele Anordnung der Empfängerfaserpaare in der Sonde hat einen entscheidenden Nachteil in der Messung von Partikelgeschwindigkeiten. Es kann nur die Partikelgeschwindigkeitskomponente senkrecht zur Faseranordnung eindimensional akkurat und präzise gemessen werden. Für den Fall eines schrägen oder parallel zur Faseranordnung durchquerenden Partikeldurchflugs ist der zurückgelegte Weg eines Partikels von der ersten bis zur zweiten Detektion innerhalb einer Messstelle unbekannt. In der Geschwindigkeitsberechnung in Gleichung (2.15) wird jedoch der zurückgelegte Weg des Partikels als konstant betrachtet. Dieser Weg ist der direkte Abstand zwischen den Empfängerfasern. Führt man eine Messung innerhalb einer ungerichteten Partikelströmung durch, so durchqueren die Partikel die Faseranordnung in unterschiedlichen Richtungen. Eine Messung mit diesem Ansatz liefert grundlegend falsche Partikelgeschwindigkeitswerte. Verfolgt man den Ansatz eines konstanten Durchflugweges mit dem Wert des Faserabstandes weiter, so muss die Durchflugzeit in fiktive Komponenten eines senkrechten und waagerechten Partikeldurchflugs zerlegt werden. Damit ergibt sich die Modellvorstellung einer winkelabhängigen Durchflugzeit, um folglich auf die Partikelgeschwindigkeitskomponenten zu schließen

$$v = \frac{s_f}{\Delta t(\alpha)}. \quad (2.18)$$

Abbildung 2.10 verdeutlicht diese beschriebene Komponentenaufteilung. Entsprechend berechnet sich die senkrechte Durchflugzeit  $t_y$  in Abhängigkeit des Durchflugwinkels  $\alpha$ . Die senkrechte Geschwindigkeitskomponente  $v_y$  ergibt sich über die ebene Trigonometrie mit

$$v_y = \frac{s_f}{t_y} = \frac{s_f}{t \cos \alpha}. \quad (2.19)$$

Die waagrechte Geschwindigkeitskomponente  $v_x$  resultiert mit

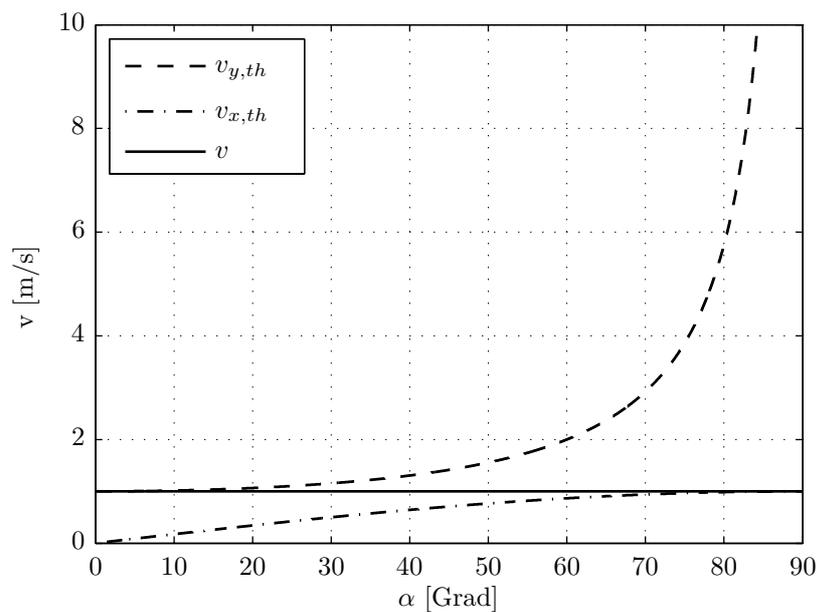


**Abbildung 2.10:** Darstellung der Komponentenaufteilung der Partikelgeschwindigkeit und der Partikeldurchflugzeit eines schräg zur Faseranordnung durchquerenden Partikeldurchflug innerhalb einer Messstelle.

$$v_x = v \sin \alpha = v_y \tan \alpha. \quad (2.20)$$

Für den Fall einer festen Sondenausrichtung innerhalb einer Partikelströmung ist, für eine Partikelgeschwindigkeitsmessung mit beliebiger Partikelbewegungsrichtung, der Durchflugwinkel eine notwendige Information. Folglich muss der Durchflugwinkel im Rahmen der Messung mitbestimmt werden. In diesem Zusammenhang muss erwähnt werden, dass dies insbesondere für Partikel mit großem Durchmesser im Verhältnis zum Faserabstand gilt ( $d_p > s$ ). Um den Einfluss des Durchflugwinkels auf die Partikelgeschwindigkeit aufzuzeigen, sind für eine Partikelgeschwindigkeit von 1 m/s die theoretischen Winkelabhängigkeiten der Geschwindigkeitskomponenten für Winkel von  $0 - 90^\circ$  in der Abbildung 2.11 dargestellt. Es zeigt sich, dass für größere Durchflugwinkel  $\alpha$  die Geschwindigkeitskomponente  $v_y$  gegen unendlich strebt. Dies lässt sich mit dem Extremfall erklären, wenn ein Partikel im  $90^\circ$  Winkel die Faseranordnung durchquert. Es kommt zu einer gleichzeitigen Detektion des großen Partikels in beiden Faserpaaren und die Zeitdifferenz zwischen beiden Signalen strebt gegen null. Der Quotient in Gleichung (2.19) geht entsprechend gegen unendlich. Da in einer winkelunabhängigen Betrachtung  $v_y$  als die scheinbare Partikelgeschwindigkeit angenommen wird, wird der Messfehler bei größeren Partikeldurchflugwinkeln sehr schnell sehr groß.

Zur Validierung der aufgezeigten Theorie wurde die Winkelabhängigkeit mit Messungen in einer einfachen Fallapparatur nachgewiesen. Hierzu wurde die faseroptische Sonde in eine Vorrichtung eingespannt. Ein Einzelpartikel wurde in einer Höhe von 100 mm über der Sonde positioniert. Zur Erzeugung eines definierten Falls wurde das Partikel am Ende eines unter Unterdruck stehenden Röhrchens befestigt. Nach einem Druckausgleich im Röhrchen löst sich die Bindung und das Partikel fällt. Bei dem senkrechten Fall erreichte das Partikel eine Geschwindigkeit von 1,4 m/s direkt an der Messstelle vor der faseroptischen Sonde. Begonnen wurde mit einer senkrechten Faseranordnung zur Überprüfung der Messgenauigkeit der Sonde. In drauffolgenden Messungen wurde die Sonde um jeweils  $5^\circ$  gedreht, um somit verschiedene Durchflugwinkel nachzustellen. Abbildung 2.12 zeigt die aufgenommenen Messwerte mit der faseroptischen Sonde in der Fallapparatur im Vergleich zu berechneten Werten. Die Messwerte bestätigen die theoretischen Vorüberlegungen. Bei höheren Durchflugwinkeln gibt es jedoch eine größere Messunsicherheit, verdeutlicht durch die Fehlerbalken in Abbildung 2.12. Grund hierfür ist die Tendenz der de-



**Abbildung 2.11:** Theoretisch berechnete Partikelgeschwindigkeitskomponenten in Abhängigkeit des Durchflugwinkels der Partikel bei konstanter Partikelgeschwindigkeit und unveränderter Faserausrichtung

tektierten Geschwindigkeit gegen unendlich. Kleinere Abweichungen verursachen dabei größere Auswirkungen auf den Messfehler.

In den ersten Vorüberlegungen konnte gezeigt werden, dass die Kenntnis über den Durchflugwinkel essentiell ist, um verlässliche Partikelgeschwindigkeitswerte messen zu können. Die Information über den Durchflugwinkel ist für eine beliebige Partikelströmung in der Regel unbekannt, kann jedoch durch eine Rekonstruktion einer Partikelgeschwindigkeitskomponentenmessung bestimmt werden. Dazu müssen an einer Messstelle zwei separate Messungen vorgenommen werden. In der ersten Messung wird mit einer übereinanderliegenden, senkrechten Faserausrichtung die Partikelgeschwindigkeitskomponente  $v_y$  gemessen. Dies veranschaulicht die Abbildung 2.13 (a). Für die zweite Messung wird die Sonde um  $90^\circ$  gedreht. Mit der waagerechten Faserausrichtung wird die Partikelgeschwindigkeitskomponente  $v_x$  bestimmt, dargestellt in Abb. 2.13 (b). Sind die beiden Komponenten bekannt, lässt sich der Durchflugwinkel  $\alpha$  rekonstruieren

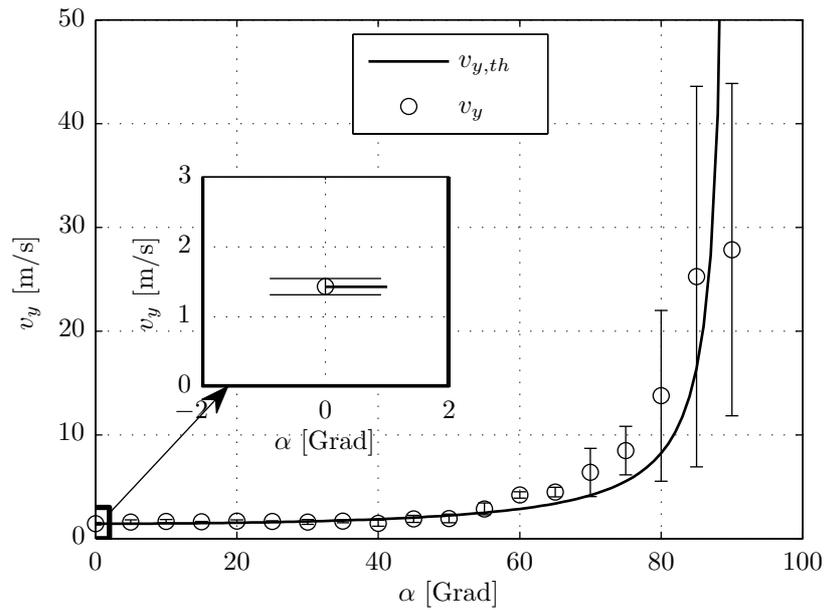
$$\alpha = \arctan \frac{v_x}{v_y} \quad (2.21)$$

mit den Geschwindigkeitskomponenten

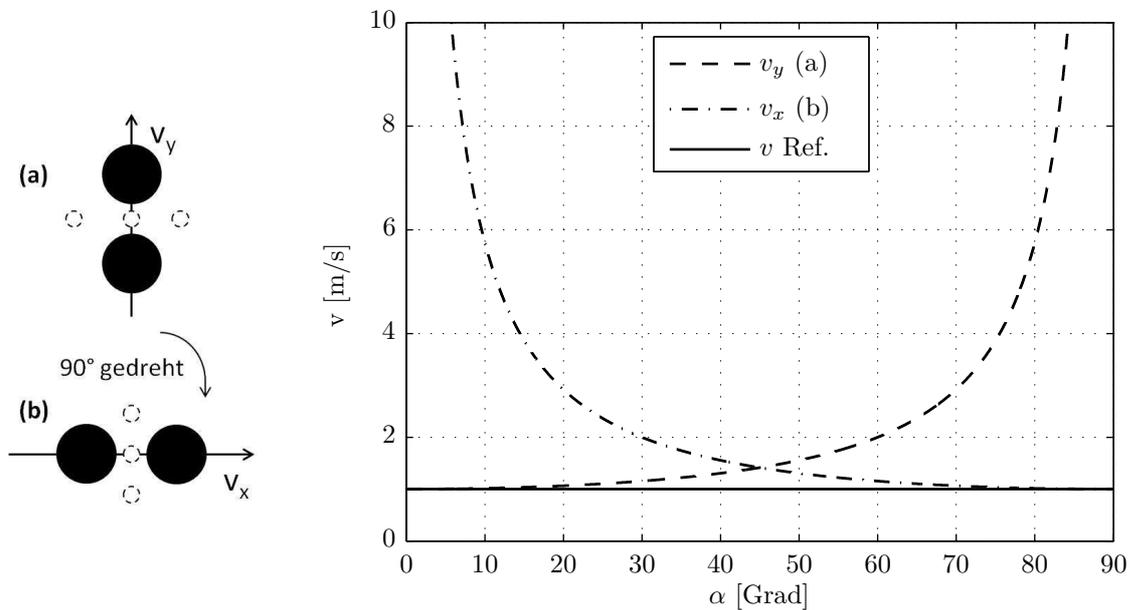
$$v_y = \frac{s}{t \cos \alpha} \quad (2.22)$$

$$\text{und } v_x = \frac{s}{t \sin \alpha}. \quad (2.23)$$

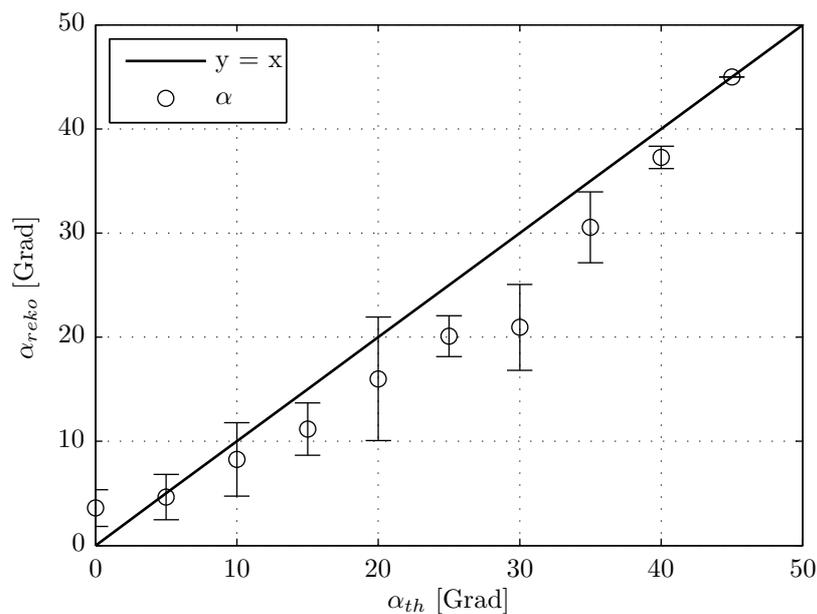
Die Winkelrekonstruktion lässt sich mit den Partikelgeschwindigkeitsmessungen an der Fallapparatur überprüfen. Der eingestellte Neigungswinkel der Sonde wurde mit den rekonstruierten Durchflugwinkeln verglichen. Die Abbildung 2.14 zeigt diesen Vergleich. Dieser bestätigt eine hinreichende Genauigkeit rekonstruierter Durchflugwinkel



**Abbildung 2.12:** In einer Fallapparatur gemessene Partikelgeschwindigkeitskomponente  $v_y$  in Abhängigkeit der Durchflugwinkel; Vergrößerter Ausschnitt zeigt den Fehlerbalken der Messabweichung von  $v_y$  für den Fall der senkrechten Faserausrichtung mit  $\alpha = 0^\circ$  und bekannter Partikelfallgeschwindigkeit von 1,4 m/s



**Abbildung 2.13:** (links) Schematische Darstellung der Sondenausrichtung zur Messung der Partikelgeschwindigkeitskomponenten  $v_y$  mit (a) senkrechter Faserausrichtung und zur Messung der Partikelgeschwindigkeitskomponente  $v_x$  mit (b) waagerechter Faserausrichtung. Das Empfängerfaserpaar ist zur Vereinfachung mit nur einem Punkt abgebildet. (rechts) Die Partikelgeschwindigkeitskomponenten  $v_x$  und  $v_y$  in Abhängigkeit des Durchflugwinkels

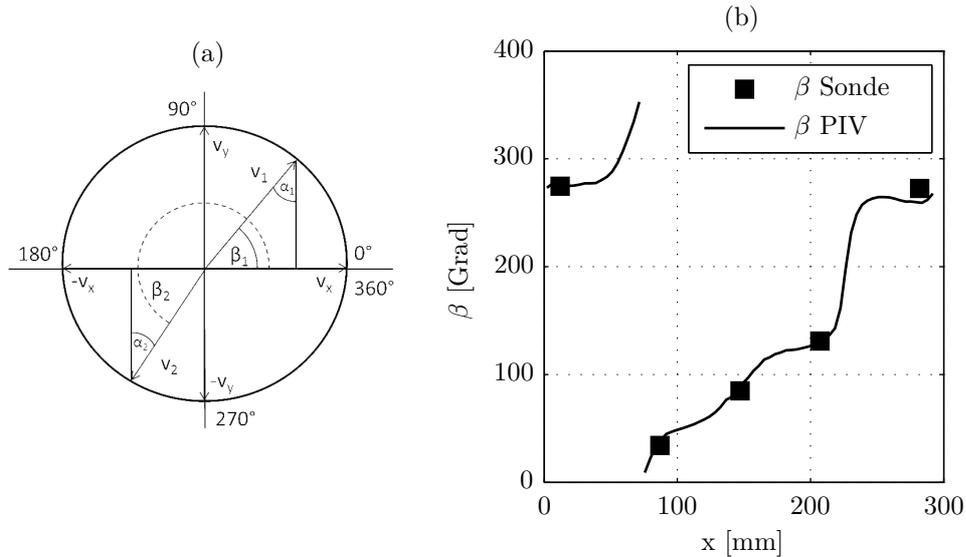


**Abbildung 2.14:** Rekonstruktion der Durchflugwinkel aus Einzelmessung von  $v_x$  und  $v_y$  in der Fallapparatur im Vergleich zu den eingestellten Neigungswinkel der faser-optischen Sonde

mit einem mittleren Fehler von 17,2 %. Die größten Unsicherheiten in den hier durchgeführten Messungen resultieren aus der Winkeleinstellung der Sonde in der Vorrichtung und aus der Vermessung von Einzelpartikeln. Die Fehlerbalken in Abbildung 2.14, bestimmt durch drei Wiederholungsmessungen, verdeutlichen die Messunsicherheiten.

In der praktischen Umsetzung sollen die Partikelgeschwindigkeitskomponenten in einer ungerichteten Mehrphasenströmung gemessen werden. Das System einer Wirbelschicht bietet mit starken Richtungsänderungen der Partikel die besten Voraussetzungen, um die dargelegte Winkelrekonstruktion für die Berechnung der Partikelgeschwindigkeitskomponenten der Sondenmessungen zu validieren. Durch das Zirkulationsverhalten der Partikel finden permanente Richtungswechsel im oberen und unteren Bereich der Wirbelschicht statt. Eine starke Blasenbildung intensiviert die Unstetigkeiten der Partikelströmungsrichtung. Zur Validierung der gemessenen Strömungswinkel unter Einsatz der faseroptischen Sonde werden die Ergebnisse mit der anerkannten Messmethode der PIV verglichen. Diese liefert neben den Partikelgeschwindigkeitsvektoren ebenfalls die Information zur Partikelströmungsrichtung. Zum Einsatz kommen beide Messmethoden in einer flachen, rechteckigen Wirbelschicht, in welcher eine zweidimensional ausgebildete Partikelströmung erzeugt werden kann. Der Aufbau der gesamten Versuchsanlage ist im Abschnitt 3.1.1 detailliert beschrieben. Während in der PIV-Messmethodik mit einem Kamerasystem die gesamten Zirkulationsbewegungen der Partikel zweidimensional gemessen werden können, wird die faseroptische Sonde über eine Lochstellenmatrix an Messstellen in die Rückwand der Wirbelschicht eingebracht, siehe Abbildung 3.4. Als Prozesszustand in den Untersuchungen wird das Partikelsystem  $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$  in der Wirbelschicht mit der Gasgeschwindigkeit von  $u = 3 \cdot u_{mf}$  in einen durchmischten Zustand versetzt. Weitere ergänzende Informationen zu der Prozesskonfiguration in den Validierungsversuchen zeigt die Tabelle 3.3.

In den Messungen mit beiden Systemen muss berücksichtigt werden, dass der Durchflugwinkel zeitlich veränderlich sein kann. Deshalb werden die jeweiligen gemessenen Partikelgeschwindigkeitskomponenten über eine definierte Zeitspanne gemittelt. Die dabei notwendige Gesamtmess-

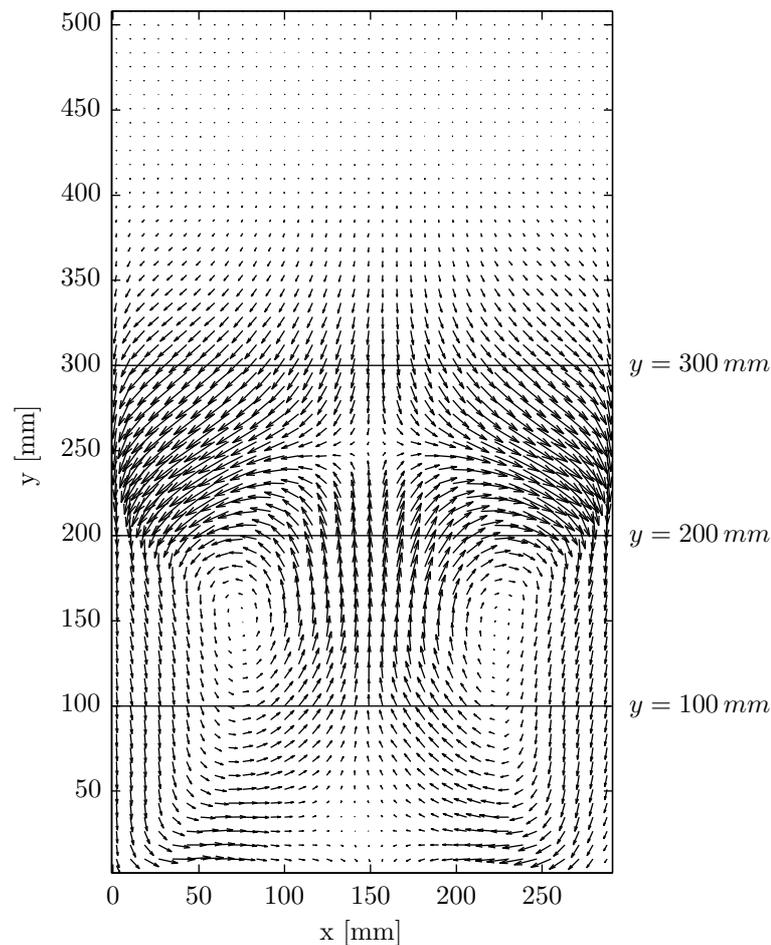


**Abbildung 2.15:** (a) Definition des Strömungswinkels  $\beta$  und (b) Vergleich der gemittelten Partikelströmungswinkel in einer Wirbelschicht, bestimmt durch die Winkelrekonstruktion der Sondenmessung und aus den PIV-Messungen; Vermessene Schichthöhe beträgt  $y = 100 \text{ mm}$ .

zeit zum Erhalt reproduzierbarer Mittelwerte wird im Anhang E.2 gezeigt. Folglich resultiert die Information eines zeitlich gemittelten Durchflugwinkels.

Die PIV liefert in den orts aufgelösten Messungen den Verlauf der Strömungswinkel  $\beta$  über die gesamte Anlagenbreite sowie über die gesamte Anlagenhöhe. Die faseroptische Sonde hingegen wurde in drei verschiedenen Schichthöhen mit je fünf horizontalen Messstellen durch die Rückwand in die Anlage eingebracht. Der Sondenkopf schließt dabei mit der Anlagenrückwand bündig ab. Die in den Versuchen gemessenen Strömungswinkel  $\beta$  ergeben sich aus dem Durchflugwinkel  $\alpha$  und den Strömungsrichtungen der Partikel. Die Abbildung 2.15 (a) zeigt die Definition des Strömungswinkels  $\beta$  aus den Partikelgeschwindigkeitskomponenten.

Die Abbildung 2.15 (b) zeigt den Vergleich für beide Messsysteme in der Schichthöhe  $y = 100 \text{ mm}$  oberhalb des Verteilerbodens. Die Abbildung A.3 im Anhang zeigt ergänzende Darstellungen der Strömungswinkel  $\beta$  für die Schichthöhen  $y = 200$  und  $300 \text{ mm}$ . Zum besseren Verständnis zeigt die Abbildung 2.16 das Partikelströmungsfeld mit den ausgewerteten Schichthöhen. Für die beiden unteren Messhöhen ( $y = 100$  und  $200 \text{ mm}$ ) kann eine hinreichend gute Übereinstimmung zwischen beiden Messmethoden gefunden werden. Unterschiede zwischen beiden Messmethoden zeigen sich in höheren Schichtbereichen. Im oberen Partikelbett dünnt die Partikelvolumenfraktion stark aus. In dünn besetzten Bereichen bewegt sich ein nicht unerheblicher Teil der Partikel mit einem gewissen Abstand zur Apparatewand. Die bildbasierte PIV kann unabhängig von diesem Abstand die Partikelströmung auswerten. Die Sonde hingegen besitzt nur eine eingeschränkte Messtiefe von wenigen Millimetern. Dadurch wird ein gewisser Anteil an Partikeln nicht erfasst. Folglich kann ein zuverlässiger Vergleich der Messmethoden aufgrund der unterschiedlichen optischen Messtiefen nur in Bereichen dichter Partikelströmung durchgeführt werden, in denen sich die Partikel mit Wandkontakt aufhalten. In diesen Bereichen gibt es nachweislich eine Übereinstimmung der Messergebnisse beider Messmethoden. Dieses bestätigt die aufgestellte Vorgehensweise in der Winkelrekonstruktion zur Bestimmung des Partikelströmungswinkels und der daraus resultierenden Berechnung zweidimensionaler Partikelgeschwindigkeitskomponenten unter Anwendung der faseroptischen Sonde. Einen weiterführenden Vergleich der Messmethoden, weitere Messergebnisse der Partikelgeschwindigkeitskomponenten sowie die Überprüfung der Einsetzbarkeit der flachen Wirbelschicht enthält das Kapitel 3.

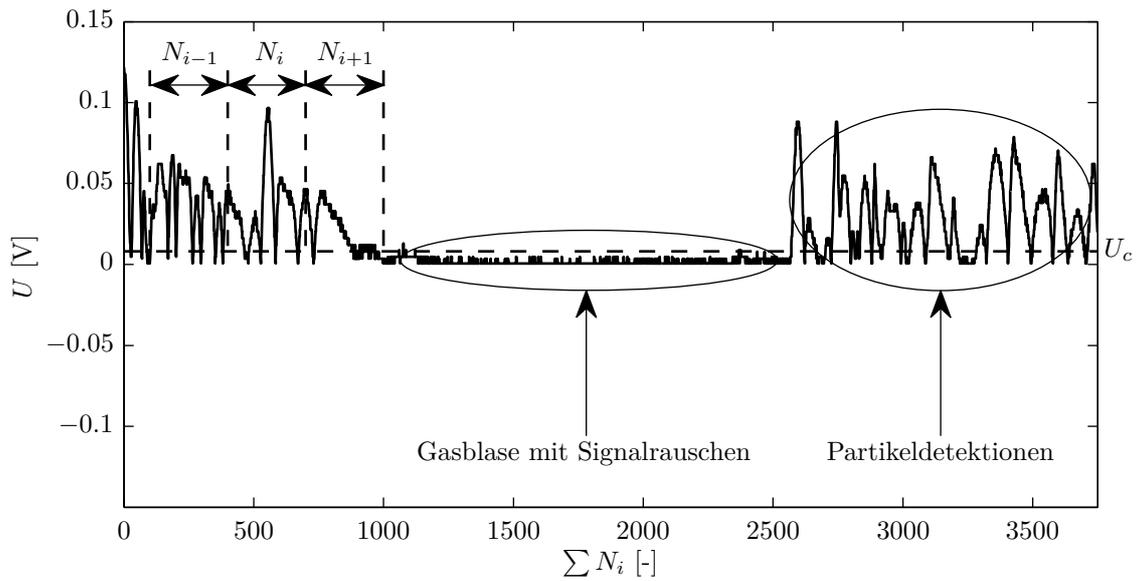


**Abbildung 2.16:** Mit PIV gemessenes Partikelgeschwindigkeitsvektorfeld der Wirbelschicht mit einer Fluidisationsgeschwindigkeit von  $u = 3 \cdot u_{mf}$

### 2.3.2.3 Differenzierung zwischen Blasen- und Partikelgeschwindigkeit

In der Messung von Partikelgeschwindigkeiten unter Verwendung der faseroptischen Sonde ist die nachträgliche Signalbeurteilung absolut wichtig. Das Gesamtsignal enthält Bestandteile resultierend aus Partikelquerungen und Leersignale mit Rauschüberlagerung bei passierenden Gasblasen. Abbildung 2.17 zeigt ein Messsignal mit entsprechenden Signalcharakteristiken verursacht von Gasblasen und Partikeln. Per se kann aus der Auswertung des gemessenen Gesamtsignals nicht eindeutig differenziert werden, ob es sich bei dem Ergebnis um die Partikel- oder die Blaugeschwindigkeit handelt. Bei einer ungefilterten Verwendung des Gesamtsignals in der Auswertung ergibt sich nach der Kreuzkorrelation ein nicht differenzierbarer Mischwert zwischen der Blaugeschwindigkeit und der Partikelgeschwindigkeit. Die Tendenz in dem Mischwert geht in Richtung der mittleren Blaugeschwindigkeit. Diese Tendenz lässt sich schlussfolgern aus den langen Signalbestandteilen der Gasblasen, die in der Signalauswertung der Kreuzkorrelation stärker gewichtet werden.

Um aus dem kontinuierlichen Signal die Bestimmung von Blaugeschwindigkeiten ausschließen zu können und nur die Geschwindigkeitsinformation der Partikel zu erhalten, müssen aus dem

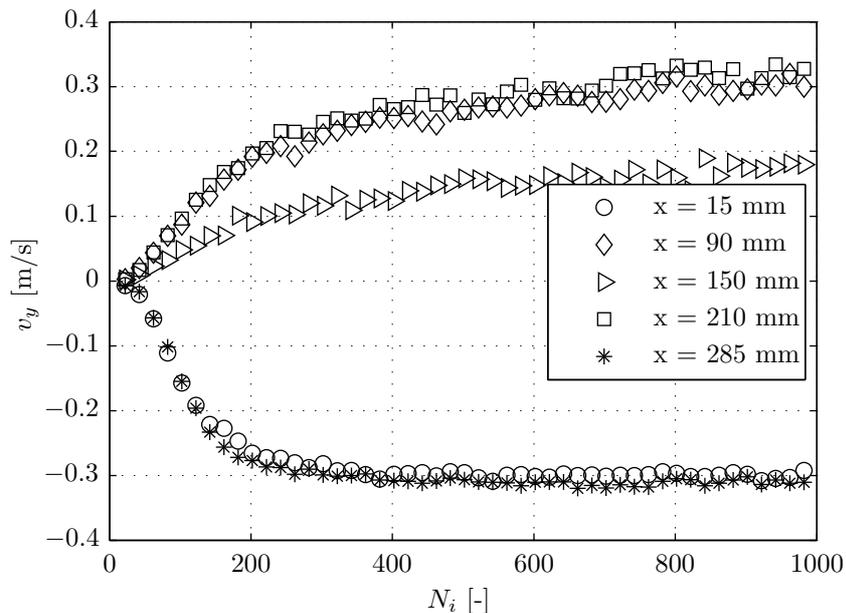


**Abbildung 2.17:** Signalausschnitt der Geschwindigkeitsmessung mittels der faseroptischen Sonde; Differenzierung zwischen Signalbestandteilen aus Partikelquerungen und Gasblasen

Messsignal die charakteristischen Signalbestandteile der Gasblasen eliminiert werden. Ähnlich wie die Vorgehensweise von Hartge u. a. [58] und in dem Aufnahmemechanismus der PIV ist eine Unterteilung des gesamten Signals in einzelne Sequenzen mit einer diskreten Anzahl von Messwerten  $N_i$  möglich. Durch diese Signalzerlegung wird das Signal in einzelne Teilintervalle unterteilt. Ein Teilintervall lässt sich spezifischer hinsichtlich der Partikel- oder Blasencharakteristik mit höherer Genauigkeit verarbeiten als vergleichsweise ein vollständiges Messsignal. Abbildung 2.9 (a) zeigt ein entsprechendes Teilintervall entnommen aus einer Messreihe, welches zur Geschwindigkeitsbestimmung herangezogen wird. Die Länge dieses Teilintervalls ist abhängig von verschiedenen Systemfaktoren, wie zum Beispiel vom Betrag der gemessenen Partikelgeschwindigkeit selbst oder von den Produkteigenschaften. Eine präzise Abschätzung ist schwierig, da beeinflussende Faktoren sich während der Messungen ändern. Prinzipiell darf das Teilintervall nicht zu kurz gewählt werden, da sonst zu wenig Messwerte zur Bestimmung der Signalverschiebung vorliegen und sich folglich die Messunsicherheit stark erhöht. Andernfalls darf das Signal eine bestimmte Länge nicht überschreiten, da die Häufigkeit steigt, dass Teilintervalle aufgrund von Blasenbestandteilen eliminiert werden.

Die Abbildung 2.18 zeigt die berechnete Partikelgeschwindigkeit für steigende Teilintervalllängen  $N_i$ . Für größere Teilintervalllängen strebt die Partikelgeschwindigkeit gegen einen festen, verlässlichen Wert. Aus der Betrachtung verschiedener Messreihen wurde eine Teilintervalllänge von 500 Messwerten als ausreichend gewählt. Zur Verbesserung der statistischen Sicherheit können die Teilintervalle überlappen. Bei einer Überlappung von 50 % verdoppelt sich somit die Gesamtanzahl der Auswertungsintervalle, die zur Partikelgeschwindigkeitsbestimmung herangezogen werden.

Ein weiterer wichtiger Beurteilungsschritt des Signals ist das Identifizierungskriterium einer Gasblase. Ab welcher Signallänge liegt innerhalb eines Teilintervalls eine Gasblase vor? Blasenbestandteile in Form charakteristischer Signalflecken oder Signalrauschen verfälschen die Partikelgeschwindigkeitsbestimmung. Eine Blasenidentifikation ist dahingehend schwierig, da bei niedrigen Signalwerten nicht eindeutig zwischen einer Gasblase oder Partikelgeschwindigkeiten



**Abbildung 2.18:** Auswertung des Partikelgeschwindigkeitssignals mit steigenden Teilintervalllängen  $N_i$  in der Sequenzierung des Gesamtsignals, gemessen in der flachen, rechteckigen Wirbelschicht an fünf horizontalen Messstellen der Schichthöhe 100 mm

unterschieden werden kann. Niedrige Signalamplituden werden teilweise durch höhere Partikelentfernungen von der Sonde verursacht, da der Anteil des reflektierten Lichts und somit der resultierende Spannungsmesswert abnimmt. Die Aussage 'niedriger Signalwert' definiert sich für Signalwerte unterhalb eines Cut-off Wertes  $U_c$ , der vom Betrag geringfügig größer ist als das Signalrauschen. Die entscheidende Frage stellt sich, ab welcher Signallänge, beziehungsweise ab welcher Anzahl an Messwerten in einem Intervall, die aufeinanderfolgend unterhalb von  $U_c$  liegen, eine Gasblase vorliegt oder Partikel mit einem weiten Abstand queren? In den Untersuchungen hat sich ein Grenzwert von 100 Signalwerten etabliert. Liegen mehr als 100 aufeinanderfolgende Signalwerte in einem Teilintervall unterhalb von  $U_c$ , wird das gesamte Teilintervall einer Gasblase zugeordnet. Dieses blasenidentifizierte Teilintervall wird aus dem Messsignal gelöscht, damit ausschließlich Partikelinformationen im Messsignal enthalten bleiben. Für den Fall von weniger als 100 Messwerten unterhalb der Grenze  $U_c$ , wird von Partikelgeschwindigkeiten ausgegangen. Das Teilintervall bleibt unverändert erhalten und wird zur Geschwindigkeitsbestimmung herangezogen.

## 2.4 Zeit- und Frequenzanalyse der Schichtdruckschwankungen

Eine Erfassung der Wirbelschichtdynamik kann durch die Messung der Schichtdruckschwankungen erfolgen. Dieses Messverfahren eignet sich zur indirekten Beurteilung der Dynamik und des damit verbundenen Systemzustands der Wirbelschicht. Im Detail wird in der Differenzdruckmessung die Dynamik eines Zweiphasensystems, genauer die Bewegungsänderungen der fluiden Phase erfasst. Insbesondere durch das heterogene Fluidisationsverhalten, verursacht durch Blasenbildung und Blasenausbreitung innerhalb der durchströmten Partikelschicht, kommt es lokal zu nicht-periodischen Druckänderungen. Anhand einer statistischen Drucksignalauswertung lässt sich die Strömungsdynamik des Fluids als charakteristisches Regime bestimmen. Bei

klassischen Wirbelschichten gibt es typische Regime, wie blasenbildendes, schlagendes, turbulentes oder transportierendes Schichtverhalten. Die Druckschwankungsmessungen ermöglichen die Identifikation von Fluidisationsregimen sowie das Feststellen von Regimeänderungen.

Grundsätzlich gibt es drei verschiedene Methoden Drucksignale auszuwerten. Eine Analyse kann im Zeit-, Frequenz- oder im Zustandsbereich erfolgen. Analysen im Zeitbereich sind meist einfach zu berechnende Methoden wie Mittelwert, Standardabweichung oder Rescale Range Analysen wie Hurst, V- oder P-Statistiken. Im Frequenzbereich werden oftmals Spektralanalysen oder Wavelets angewandt. Alternativ gibt es die Möglichkeit der Analyse im Zustandsraum, wie zum Beispiel die Kolmogorov Entropie. Eine Zusammenfassung mit Definitionen gängiger Verfahren verschiedenster statistischer Analysemethoden der Druckschwankungssignale in Wirbelschichten, sowie eine kritische Diskussion der komplexen Signalauswertung geben Bi [13] und van Ommen u. a. [106].

Im Folgenden soll auf drei Auswertungsmethoden eingegangen werden, welche sich für die Anwendung eines Wirbelschichtsystemvergleichs besonders eignen. Im Zeitbereich wird zur ersten Beurteilung der Druckschwankungsintensität die Standardabweichung  $\sigma$  des Drucksignals  $p$  verwendet. In einem Systemvergleich mit unterschiedlichen Bauformen muss das Drucksignal und folglich die Standardabweichung von apparativen Einflüssen gelöst werden. Hierzu wird das Drucksignal auf den Mittelwert  $\mu$  einer Messreihe bezogen. Dieser Ausdruck wird als empirischer Variationskoeffizient  $\nu$  definiert

$$\nu = \frac{\sigma(p)}{\mu(p)} = \frac{\sqrt{\frac{1}{N-1} \sum_{i=1}^N (p_i - \bar{p})^2}}{\frac{1}{N} \sum_{i=1}^N p_i}. \quad (2.24)$$

Vergleicht man den Variationskoeffizienten bei einer Abfolge unterschiedlicher Fluidisationsgeschwindigkeiten, so lässt sich in einem gewissen Bereich der Fluidisationsgeschwindigkeit ein Maximum identifizieren. Dieses Maximum ist ein Indiz auf einen Wechsel von einem blasenbildenden in ein turbulentes Regime. Diese Extremwertbeziehung mit dem Ort des Maximums muss jedoch differenziert behandelt werden. Es existieren ungeklärte Kopplungen zwischen der Hydrodynamik, der Bettmassenverteilung und der mittleren Suspensionsdichte [106]. Eine bessere Messgröße in diesem Zusammenhang ist die Taktzeit, welche auch als Alternative zur Frequenzanalyse zu betrachten ist [18]. Die Taktzeit des Drucksignals beschreibt die Anzahl der Signalquerungen durch den Signalmittelwert und ist ein Maß des Regimezustands. Bei einer entsprechenden Tiefpassfilterung des Ausgangssignals eignet sich diese Auswertungsmethode, neben der Identifizierung des Fluidisationsregime, ebenfalls zur Feststellung der Defluidisation in Wirbelschichtagglomerationsprozessen [8]. In Abhängigkeit der Taktzeit von der Fluidisationsgeschwindigkeit sind im Funktionsverlauf typische Merkmale, wie zum Beispiel ein Maximum, vorhanden. Ein solches Maximum liegt bezogen auf die Fluidisationsgeschwindigkeit üblicherweise vor dem Maximum resultierend aus der Standardabweichungsanalyse. Die Taktzeit ist ein präziseres Indiz für einen Regimeübergang. Ein Nachteil der Taktzeitberechnung liegt in der Rauschanfälligkeit. Mit einer Tiefpassfilterung des Signals unter Verwendung einer Cut-off Frequenz bei der Hälfte bis ein Drittel der Aufnahme Frequenz können jedoch verlässliche Werte bestimmt werden.

Die Auswertung der Drucksignale im Frequenzbereich unter der Verwendung von Spektralanalysen kann ein anderes und detailliertes Abbild des Wirbelschichtzustands geben. Eine übliche Methode die Frequenzen der Wirbelschicht zu bestimmen ist, die Dichte des Leistungsspektrums

## 2 Experimentelle Methoden

$$S = \frac{|P(\omega)|^2}{0,5L}. \quad (2.25)$$

Das Leistungsdichtespektrum  $S$  wird aus dem Fourier-transformierten Signal (FFT) mit der allgemeinen Form

$$P(\omega) = \int_{-\infty}^{\infty} p(t)e^{-j\omega t} dt \quad (2.26)$$

bestimmt. Der größte Informationsgehalt aus dem Leistungsspektrum liegt in der Häufigkeit der Hauptfrequenzen der globalen Schichtdruckschwankungen. In klassischen Wirbelschichten liegen diese Hauptfrequenzen üblicherweise in der Bandbreite zwischen 1 - 10 Hz. Aus den Peaks des Leistungsdichtespektrums lässt sich insbesondere für die Geldart Klassen A und B spezielles Fluidisationsverhalten identifizieren [53, 76]. Frequenzen können so blasenbildenden, natürlichen oder blasenzerplatzenden Ursprungs zugeordnet werden. Eine durchgeführte Frequenzanalyse ist jedoch immer subjektiv, da diese abhängig von dem Aufnahmeintervall, der Aufnahmefrequenz oder der Anzahl gemittelter Spektren ist [71].

Im Rahmen dieser Arbeit werden die Differenzdruckmessungen zur Charakterisierung der Fluidisationszustände in zwei verschiedene Wirbelschichtbauformen eingesetzt. Ziel ist eine Beantwortung der Frage, inwiefern hydrodynamische Unterschiede zwischen beiden Anlagenbauformen vorliegen und diese die Zirkulationsbewegungen der Feststoffphase beeinflussen.

### 3 Anwendbarkeit einer flachen Wirbelschicht zur Strömungsanalyse

Die Wirbelschicht ist ein typisches Beispiel einer hochkomplexen Mehrphasenströmung. Aufgrund der verschiedenen strömenden Phasen in der Wirbelschicht sind bestimmte Bedingungen an eine messtechnische Untersuchung geknüpft. Insbesondere bei dichten Partikelströmungen mit Partikelvolumenfraktionen bis zu  $\approx 60\%$  wird eine spezielle Berücksichtigung in der apparativen Versuchsplanung gefordert. Sind statt lokal begrenzter Messuntersuchungen zum Beispiel die Feldinformationen von Interesse, so kann bei dichten und opaken Wirbelschichtströmungen eine flache Konstruktion mit transparenten Wänden eingesetzt werden. Ziel soll die Extraktion von orts aufgelösten Strömungsfeldern und Partikelverteilungen innerhalb einer Schnittebene durch das System sein. In der Schnittebene müssen Fluidblasenbildung oder Partikelzirkulationsbewegungen zweidimensional wiedergegeben werden und dürfen nicht in Bewegungsabhängigkeit mit der Tiefe der Apparatur stehen.

Die Konstruktion einer flachen Wirbelschicht basiert auf einer rechteckigen Grundfläche. Die Anlagentiefe ist signifikant kleiner als die Anlagenbreite. Durch diese Geometrie entsteht eine zusammengedrückte Partikel- und Gasströmung, die als pseudo-zweidimensional bezeichnet werden kann. Diese spezielle Konstruktion steht im absoluten Gegensatz zu industriellen Produktionsanlagen, welche entweder zylindrisch geformt sind oder als Rinnenapparatur mit rechteckiger Grundfläche ein deutlich kleineres Seitenverhältnis besitzen. Die flache Wirbelschicht wird ausschließlich in der Wissenschaft verwendet. Hauptgrund für den Einsatz dieser Spezialkonstruktion ist die fehlende Möglichkeit Strömungsvorgänge in Produktionsanlagen zu untersuchen. Mit der flachen Wirbelschicht wird ein Einblick in die Austausch- und Interaktionsprozesse für ein verbessertes Prozessverständnis ermöglicht. Die Austauschprozesse beziehen sich auf die beteiligten Phasen. Entscheidende Vorgänge sind die Blasenbildung des Fluids, sowie das Zirkulationsverhalten und die örtliche Verteilung der Partikel. Daraus folgt der Wärme- und Stoffübergang zwischen Fluid und der Feststoffphase und somit die Effizienz des Prozesses. Die Verwendung einer flachen Wirbelschicht kann in den vergangenen wissenschaftlichen Arbeiten auf vier verschiedene Themenschwerpunkte zurückgeführt werden. Die wissenschaftlichen Arbeiten beschäftigen sich mit der Charakterisierung von Gasblasen, Segregations- und Mischeffekten, Partikelbewegungsverhalten innerhalb der Wirbelschicht und mit dem Vergleich von Messungen zu numerischen Berechnungsmodellen. Die Tabelle 3.1 gibt eine ausführliche Übersicht zu den wichtigsten Veröffentlichungen auf den vier Themengebieten.

Dieses Kapitel soll sich mit der Beantwortung der Frage beschäftigen, ob solche speziellen flachen Wirbelschichtkonstruktionen äquivalentes Verhalten zu dreidimensional geprägten Anlagen widerspiegeln können. Es gibt verschiedene Aussagen in der Wissenschaft und Literatur, dass systemrelevante Unterschiede vorliegen. Aussagen in der Literatur findet man vor allem über abweichende Formfaktoren von Gasblasen [52, 84]. Ein kritischer Nachweis zu detaillierten Unterschieden in den Partikelzirkulationsbewegungen fehlt jedoch. Um einen Nachweis zur Einsetzbarkeit zu erbringen, wird eine flache Wirbelschicht mit einer halbtechnischen, zylindrischen Wirbelschichtanlage verglichen. Die gemessenen Systemeigenschaften Partikelvolumenfraktionsverteilung, Partikelgeschwindigkeit und die Hydrodynamik werden für beide Anlagenbauformen gegenübergestellt.

**Tabelle 3.1:** Übersicht zu Veröffentlichungen zum Themenschwerpunkt flacher, rechteckiger Wirbelschichten zur Strömungsanalyse

Schwerpunktsthema	Veröffentlichung	PIV	DIA	Gegenstand der Forschung	
Characterisierung der Gasblasen in der Wirbelschicht	Pyle u. Harrison [109], 1967			<ul style="list-style-type: none"> <li>• Blasenauftiegschwindigkeit in einer Wirbelschicht</li> </ul>	
	Geldart [52], 1970			<ul style="list-style-type: none"> <li>• Untersuchung der Gasblasen in 2D und 3D geprägten Anlagen</li> <li>• Gasblasen im 2D System sind kleiner ausgeprägt als in räumlich ausgedehnten Anlagen</li> </ul>	
	Lim u. a. [90], Lim u. Agarwal [88, 89], 1990, 1992, 1994		x	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Erstes DIA unter Verwendung von Auf- und Durchlicht</li> <li>• Blasencharakterisierung mit und ohne Einbauten</li> <li>• Mischungsverhalten monodisperser Partikel</li> </ul>	
	Kage u. a. [76], 2000			<ul style="list-style-type: none"> <li>• Vergleich von Leistungsspektrumsdichten der Druckschwankungen für Geldart Klasse A Partikel</li> <li>• Gegenüberstellung flache-zylindrische Wirbelschicht</li> </ul>	
	Caicedo u. a. [22], 2003			x	<ul style="list-style-type: none"> <li>• DIA für Formfaktor- und Seitenverhältnisanalyse von Gasblasen in Abhängigkeit der Gasgeschwindigkeit</li> </ul>
	Santana u. a. [122], 2005	x			<ul style="list-style-type: none"> <li>• PIV-Untersuchungen des Blasenereptionsmechanismus</li> </ul>
	Laverman u. a. [85, 84], 2007, 2008	x	x		<ul style="list-style-type: none"> <li>• PIV-Analyse des Partikelzirkulationsverhaltens</li> <li>• DIA zur Blasenidentifikation, Blasenauftiegschwindigkeit und Blasendurchmesser</li> <li>• Blasenverhalten abhängig von der Anlagenbreite</li> </ul>
	Sánchez-Delgado u. a. [121], 2010	x	x		<ul style="list-style-type: none"> <li>• PIV und DIA Untersuchung zur Unterscheidung zwischen Blasen und Feststoffphase</li> <li>• Störungen auf die Feststoffphase verursacht durch Blasenauftieg</li> </ul>
	Asegehegn u. a. [7], 2011			x	<ul style="list-style-type: none"> <li>• DIA zur Blasencharakterisierung in der Wirbelschichten mit und ohne eingebauten Rohren</li> </ul>

**Tabelle 3.1:** Übersicht zu Veröffentlichungen zum Themenschwerpunkt flacher, rechteckiger Wirbelschichten zur Strömungsanalyse

Schwerpunktsthema	Veröffentlichung	PIV	DIA	Gegenstand der Forschung
Segregation und Mischung	Goldschmidt u. a. [54, 55], 2003, 2004		x	<ul style="list-style-type: none"> <li>• DIA für Segregationsdynamik in Wirbelschichten</li> <li>• Vergleich und Validierung eines DPM (Discrete Particle Model)</li> </ul>
	van Bokkers u. a. [14], 2004	x		<ul style="list-style-type: none"> <li>• PIV Untersuchung des Misch- und Segregationsverhaltens einer bidispersen Schüttung</li> <li>• Vergleich zu einem DPM mit Verwendung verschiedener Widerstandsmodelle</li> </ul>
	Zhang u. a. [157], 2010			<ul style="list-style-type: none"> <li>• Mischvorgänge von zwei unterschiedlichen Partikeltypen in einer Bottom-Spray Wirbelschicht</li> <li>• Vergleich mit DEM Simulationen</li> </ul>
Partikelbewegungsverhalten	Link u. a. [94], 2005			<ul style="list-style-type: none"> <li>• Erstellung einer Regime-Karte für das Wirbelschicht Bottom-Spray Verfahren</li> </ul>
	Liu u. a. [96], 2008	x		<ul style="list-style-type: none"> <li>• PIV-Partikelgeschwindigkeitsmessung, Spektralanalyse und granulare Temperatur in einer Strahlschicht</li> </ul>
	van Buijtenen u. a. [20], 2011	x	x	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Untersuchung der Auswirkung des Restitutionskoeffizienten auf das Partikelbewegungsverhalten im Wirbelschicht Bottom-Spray Verfahren</li> <li>• DIA zur Bestimmung der Partikelvolumenfraktion</li> <li>• Kopplung zwischen DIA und PIV</li> </ul>
	van Buijtenen u. a. [21], 2011	x	x	<ul style="list-style-type: none"> <li>• PIV und DIA zur Untersuchung der Interaktionen mehrerer Spouts/ Düsen im Wirbelschicht Bottom-Spray Verfahren</li> </ul>
	Börner u. a. [15], 2011	x	x	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Kopplung zwischen PIV und DIA zur Bestimmung von Partikelverweilzeiten für verschiedene Wirbelschichtgranulationstypen</li> </ul>
	Agarwal u. a. [4], 2012	x		<ul style="list-style-type: none"> <li>• PIV-Untersuchung mehrerer Jets/ Spouts im Bottom-Spray Verfahren</li> </ul>

**Tabelle 3.1:** Übersicht zu Veröffentlichungen zum Themenschwerpunkt flacher, rechteckiger Wirbelschichten zur Strömungsanalyse

Schwerpunktsthema	Veröffentlichung	PIV	DIA	Gegenstand der Forschung	
Validierung von CFD/ DEM Simulationen	Jong u. a. [74], 2012	x	x	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Überarbeitung der DIA-Auswertung (cDIA/ nDIA) unter Verwendung eines DPM's</li> </ul>	
	Link u. a. [93], 2004	x	x	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Erste Verwendung von DIA zur Bestimmung von Partikelvolumenfraktionen in einer Bottom-Spray Wirbelschicht</li> <li>• Vergleich mit DPM unter Verwendung eines Hard-Sphere Ansatzes</li> </ul>	
	Taghipour u. a. [131], 2005			<ul style="list-style-type: none"> <li>• Vergleich von CFD Simulationen unter Verwendung verschiedener Widerstandsmodelle mit Schichtdruckmessungen an einer 2D Wirbelschicht</li> </ul>	
	Zhao u. a. [158], 2008	x		<ul style="list-style-type: none"> <li>• PIV-Untersuchung der Partikelströmung in einer Strahlschicht mit eingebautem Steigrohr</li> <li>• Vergleich mit DEM Simulationen</li> </ul>	
	Schreiber u. a. [128], 2011			x	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Blasencharakterisierung in einer Wirbelschicht mit eingebauten Rohren</li> <li>• Vergleich der Messungen aus [7] mit CFD Simulationen</li> </ul>
	Cloete u. a. [24], 2013	x			<ul style="list-style-type: none"> <li>• Vergleich von PIV-Messungen mit einem Standard 2D-TFM in CFD Berechnungen</li> </ul>

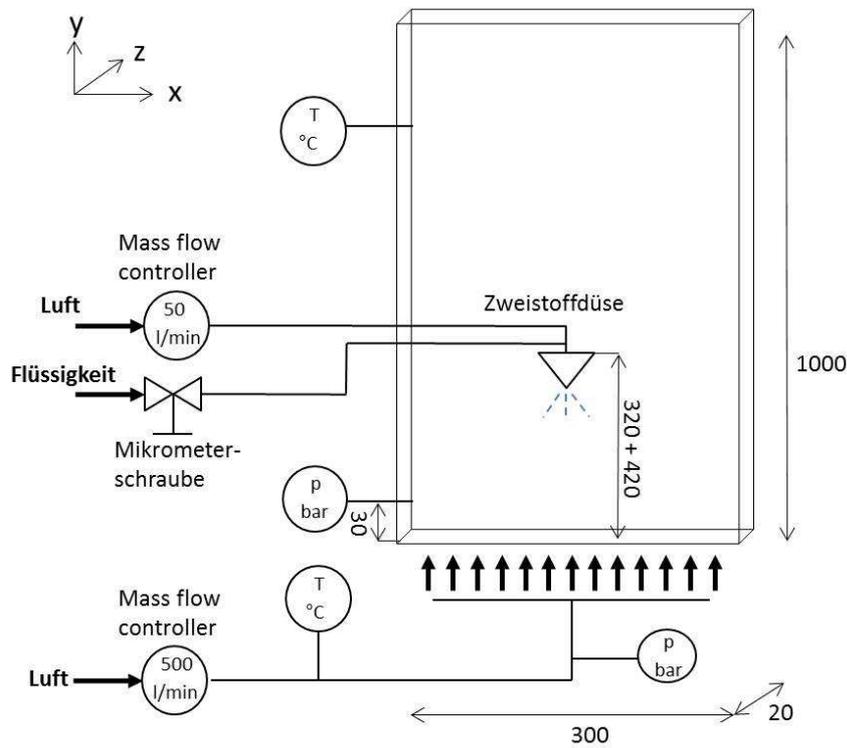
## 3.1 Versuchstechnik

### 3.1.1 Flache Wirbelschicht

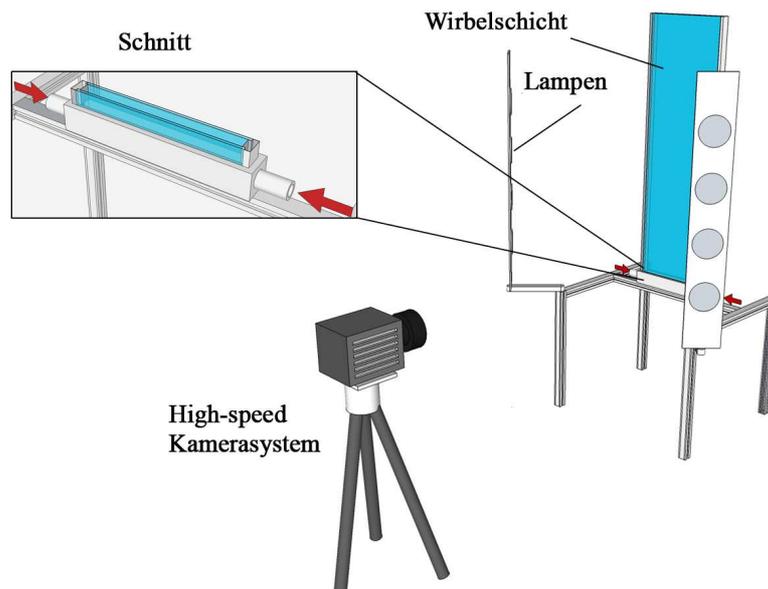
Für die experimentellen Untersuchungen der Strömungscharakteristika wurde eine flache Wirbelschicht im Eigenbau angefertigt. Die Abmaße der Wirbelschichtkammer betragen  $300 \times 20 \times 1000 \text{ mm}^3$  (Breite  $\times$  Tiefe  $\times$  Höhe). Die Vorder- und die Rückseite der Anlage bestehen aus Einscheibensicherheitsglas. Dieses Material ist weniger spröde als handelsübliches Floatglas, verschleißt weniger und lässt sich besser in die Anlage einspannen. Die Glasscheiben wurden von innen mit einer Schutzfolie beklebt. Diese Schutzfolie verhindert das Eintrüben der Glasscheiben durch Korrosion und Oberflächenabrieb. Dieser wird verursacht durch die Bewegungen des härteren Versuchsmaterials auf der Oberfläche. Weiterhin verringern die Folien das Anhaften von Schmutz und Partikeln aufgrund elektrostatischer Aufladung. Eingefasst sind die Glasscheiben in einen Rahmen aus Aluminiumprofilen, der zusätzlich elektrostatische Aufladungen ableiten kann. Das Bodensegment der Wirbelschicht besteht aus einem hohlgefrästen Aluminiumblock. Dieser besitzt einen seitlichen Einlass für die Luftversorgung. Als Bodenplatte/ Anströmboden wurde ein Sintermetallfilter aus Edelstahl mit der Dicke von 3 mm und einer mittleren Porengröße von  $100 \mu\text{m}$  gewählt. Dieses poröse Sintermaterial ermöglicht bei einem akzeptablen Druckverlust eine homogene Anströmung in die Wirbelschicht. Die Luftversorgung erfolgt über das Druckluftnetz mit 5 bar Vordruck. Die Regelung der einströmenden Luftmenge wird mit einem MFC (Mass Flow Controller) der Größe 700 l/min vom Typ Bronkhorst Mättig (F-203AV-M50-ABD-44-V) eingestellt. Wahlweise ist es möglich, die Eintrittsluft in die Wirbelschicht vorzuheizen. Hierzu kann ein 1 kW Luftheizer vorgeschaltet werden, um Luft-eintrittstemperaturen bis  $80^\circ\text{C}$  einzustellen. Das Bodensegment der Anlage ist so konzipiert, dass es für die Einstellung verschiedener Wirbelschichtkonfigurationen gewechselt werden kann. Zur Realisierung der Top-Spray Wirbelschicht wurde eine außenmischende Zweistoffdüse vom Modell Schlick 970-S8 verbaut. Die Düsenluftversorgung erfolgte ebenfalls über das Druckluftnetz, geregelt über einen 50 l/min großen MFC (Bronkhorst Mättig F-201AC-RAA-G22-V). Wahlweise wurde mit und ohne Eindüsung einer Flüssigkeit gearbeitet. Bei der Eindüsung lässt sich der Flüssigkeitsmassenstrom mit einer Mikrometerschraube an der Düse unabhängig vom Düsendruck präzise einstellen. Der minimal einstellbare Flüssigkeitsstrom beträgt dabei 28 ml/h. Die Sprüheigenschaften lassen sich an der Zweistoffdüse durch die Kappeneinstellung beeinflussen. So kann ein Sprühwinkel zwischen  $20\text{-}40^\circ$  eingestellt werden. Die Einbauhöhe der Düse lässt sich stufenlos variieren. In den Versuchen, zusammengefasst in der Tabelle D.1 im Anhang, wurden zwei verschiedene Düsenhöhen, 320 mm und 420 mm oberhalb des Anströmbodens, verwendet. Die Abbildung 3.1 zeigt schematisch die beschriebene Konfiguration der flachen Wirbelschicht.

Um die Feststoffbewegungen in dieser Anlage analysieren zu können, werden die Bewegungsmuster mit einem Hochgeschwindigkeitskamerasystem digital aufgezeichnet. Bei dem System handelt es sich um ein LaVision 2D Flow Master PIV Messsystem mit einer HighSpeedStar 3-1K Kamera, siehe Abschnitt 2.1, welches zentral vor die Wirbelschichtanlage positioniert wurde, siehe Abbildung 3.2. Die Hochgeschwindigkeitskamera besteht aus einem 10-bit monochromen CMOS-Sensor mit einer maximalen Auflösung von  $1024 \times 1024$  Pixeln bei einer maximalen Aufnahmezeit von 1 kHz. Zur Speicherung der Bilddaten ist im Kamerasystem ein 12 GB großer RAM-Datenspeicher eingebaut. Dieser ermöglicht die Aufnahme von maximal 9600 Bildern in Folge, bevor die Daten auf der Systemfestplatte abgespeichert werden müssen. Zur Verlängerung von Aufnahmezeiten der Kamera bei gegebener Speichergröße wurde die Aufnahmezeit durch eine externe Trigger-Steuerung, erzeugt mit einem Frequenzgenerator, verringert. Durch die TTL-Auslösesteuerung konnte die Aufnahmezeit bis auf 10 Hz reduziert werden. Um dabei zusätzlich eine möglichst kurze Belichtungszeit

### 3 Anwendbarkeit einer flachen Wirbelschicht zur Strömungsanalyse



**Abbildung 3.1:** Schematischer Aufbau der flachen, rechteckigen Wirbelschichtanlage in Top-Spray Konfiguration; Alle Maße sind in mm.



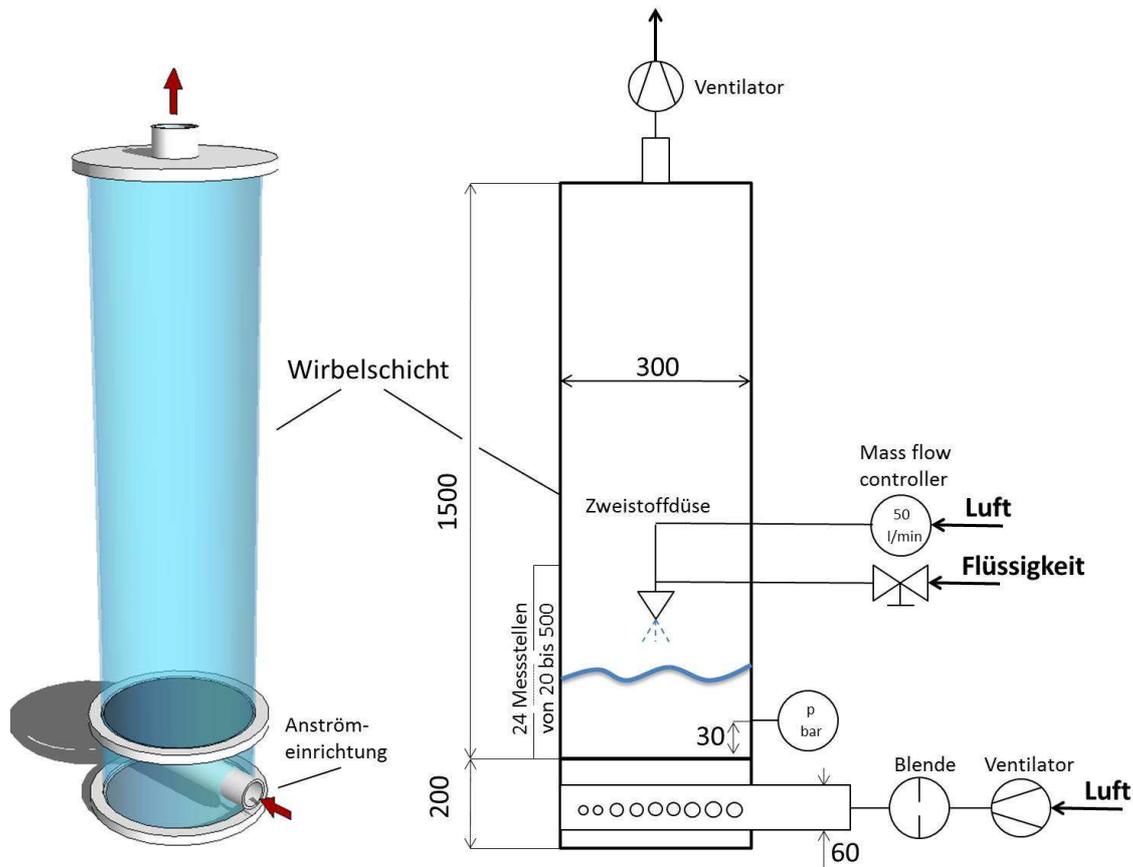
**Abbildung 3.2:** Gesamtaufbau der flachen Wirbelschichtanlage zur Aufnahme von Partikelbewegungen mit einem Kamerasystem

Paramete	Einstellung/ Wert	Einheit
<b>Kameraaufnahmen</b>		
Aufnahmerate Doppelbilder	10	[Hz]
zeitl. Bildabstand $\Delta t$	0,001	[s]
Belichtungszeit	1/25.000	[s]
Blendenöffnung	4,2	[–]
Brennweite des Objektivs	85	[mm]
Kamerabstand zur Anlage	2,5	[m]
Belichtung	8×50	[W]
Bildauflösung	1024 × 1024	[px]
Skalierungsfaktor $k_p$	0,524	[px/mm]
<b>PIV-Auswertung</b>		
Interrogation Area Größe	16 x 16	[px]
Bildgröße	125 x 72	[Interrogation Area]
Überlappung der Interrogation Areas	50	[%]
Sliding Background Filter	800	[–]
Intensitäts-Offsetwert	10	[–]
Kreuzkorrelation	Standard-FFT, no zero-padding	
Iterationsmethode	Single-Pass-Mode	
Post-processing	Median-Filter	
<b>DIA-Auswertung</b>		
Interrogation Area Größe	16 x 16	[px]
Überlappung der Interrogation Areas	50	[%]
Offset $I_{min}$	100	[–]
Min/ Max Filtergröße	11 x 11	[px]
Tiefpassfiltergröße	20 x 20	[px]
Stdabw. des Gaußschen Tiefpassfilters	0,1	[–]
Totvolumen der Düse	$9,6 \cdot 10^{-5}$	[m <sup>3</sup> ]

**Tabelle 3.2:** Aufnahme-, PIV und DIA Einstellungen in den Kameraaufnahmen zur Partikelgeschwindigkeits- und Partikelvolumenfraktionsmessung

in den Kameraaufnahmen realisieren zu können, notwendig um schnelle Partikelbewegungen scharf abzubilden, muss die Anlage lichtintensiv ausgeleuchtet werden. Dazu wurden acht 50 W Niedervolthalogenscheinwerfer vor der Anlage montiert. Die Lampen lassen sich in allen drei Achsen verstellen, um die kreisförmigen Spots zu einer möglichst gleichmäßigen Beleuchtungsfläche auf der Anlage auszurichten. Zur Elimination von Lichtfluktuationen in den Beleuchtungen, verursacht durch das 50 Hz Wechselstromnetz, wurden die Lampen mit einem Gleichstromgenerator mit einer maximalen Leistung von 400 W versorgt. Eine Übersicht zu den verwendeten Kamera- und Programmeinstellungen zur PIV und DIA-Auswertung in der Aufnahme von Partikelbewegungsmustern und zur Bestimmung von Partikelgeschwindigkeit und Partikelvolumenfraktion

### 3 Anwendbarkeit einer flachen Wirbelschicht zur Strömungsanalyse



**Abbildung 3.3:** Schematischer Aufbau der zylindrischen Wirbelschichtanlage in Top-Spray Konfiguration; Alle Maße sind in mm.

gibt die Tabelle 3.2. Details zu den Anlagenparametern der flachen, rechteckigen Wirbelschicht sind in der Tabelle 3.3 dargelegt.

#### 3.1.2 Zylindrische Wirbelschicht

Für den Vergleich der flachen Wirbelschicht mit einem dreidimensional geprägten System wurde eine halbtechnische, zylindrische Wirbelschichtanlage gebaut und eingesetzt. Die Wirbelschichtanlage, deren Aufbau in Abbildung 3.3 dargestellt ist, wurde hauptsächlich aus PMMA gefertigt und besitzt zur direkten Vergleichbarkeit der Messergebnisse einen äquivalenten Versuchsaufbau wie die flache Wirbelschicht. Das heißt, der Anlagendurchmesser beträgt 300 mm, korrespondierend zur Anlagenbreite des flachen Systems. Der Anströmboden wurde mit identischem Material, Edelstahlfilter mit 3 mm Dicke und 100  $\mu\text{m}$  Porendurchmesser, gewählt. Zur Realisierung einer gleichmäßig verteilten Einlassströmung in die Schicht wurde unterhalb des Anströmbodens der seitliche Lufteinlassbereich in die Anströmkammer mit einem perforierten Einlasskanal verlängert. Neben dem Druckverlust über den Anströmboden wird dadurch eine gleichmäßige Anströmung garantiert.

Die Luftversorgung der Wirbelschicht erfolgt über zwei Luftversorgungseinheiten. Die eine Einheit ist ein Saugventilator oberhalb der Schicht kombiniert mit einem Luftfilter zur Absaugung und Reinigung der Abluft aus der Anlage. Die zweite Einheit ist eine Reihenschaltung zweier Druckventilatoren mit angeschlossener Blendenmessstrecke zur Luftdurchsatzmessung. Die

Eigenschaft	flache Wirbelschicht	zyl. Wirbelschicht	Einheit
Versuchsprodukt	$\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$	$\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$	
Produktgröße $d_p$	0,0018	0,0018	[m]
Schichtmasse $m_{bed}$	0,515	6.65	[kg]
Festbetthöhe $h_{fb}$	0,15	0,15	[m]
Anlagenhöhe $h$	1	1,5	[m]
Breite/ Durchmesser $d/b$	300	300	[m]
Anströmfläche $A_{bed}$	$6 \cdot 10^{-3}$	0,07069	[m <sup>2</sup> ]
max. Fluidmassenstrom ( $4 \cdot u_{mf}$ )	58,1	684	[kg h <sup>-1</sup> ]
Luftdurchsatzmessung	MFC	Blende	
max. Düsenluftmassenstrom $M_d$	3,6	3,6	[kg h <sup>-1</sup> ]
Eingedüste Wassermenge $M_w$	-	0,228	[l h <sup>-1</sup> ]

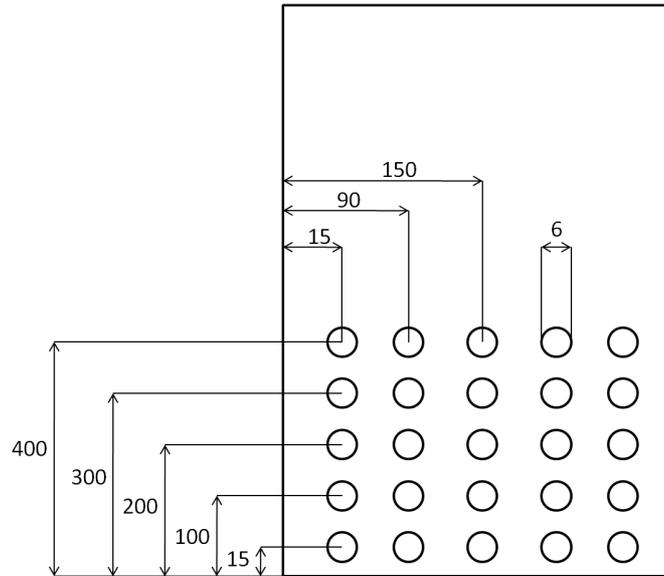
**Tabelle 3.3:** Gewählte Einstellungen und Anlagenparameter in den experimentellen Untersuchungen

Regelung und Datenerfassung der Luftmassenströme erfolgt über die SPS der zweiten Versorgungseinheit. Zur Einstellung der Top-Spray Konfiguration kann die zylindrische Wirbelschicht mit derselben Zweistoffdüse aus der flachen Anlage erweitert werden. Die Düse wird ebenfalls in den Höhen 320 mm und 420 mm oberhalb des Anströmbodens, mittig und nach unten strömend eingebaut. Die Luftversorgung der Düse erfolgt über das Druckluftnetz mit 5 bar. Der Durchsatz wird über einen MFC der Größe 50 l/min geregelt. Die Tabelle 3.3 zeigt eine Gegenüberstellung der Anlagenparameter zwischen der zylindrischen und der flachen Wirbelschichtbauform.

## 3.2 Vergleich angewandter Messtechnik

In einem Vergleich verschiedener Anlagensysteme mit der Verwendung von zwei grundlegend verschiedenen Messtechniken muss sichergestellt sein, dass die zu vergleichenden Messgrößen äquivalent wiedergegeben werden können. Nur so kann ein entsprechender Systemvergleich herausgearbeitet werden. Im besonderen Maß gilt dies für die Messung der Partikelvolumenfraktionen und der Partikelgeschwindigkeit. Des Weiteren muss sichergestellt werden, welches System für eine spätere Anwendung zur Untersuchung der Partikelströmungsvorgänge und in der Partikelverweilzeitanalyse am besten geeignet ist.

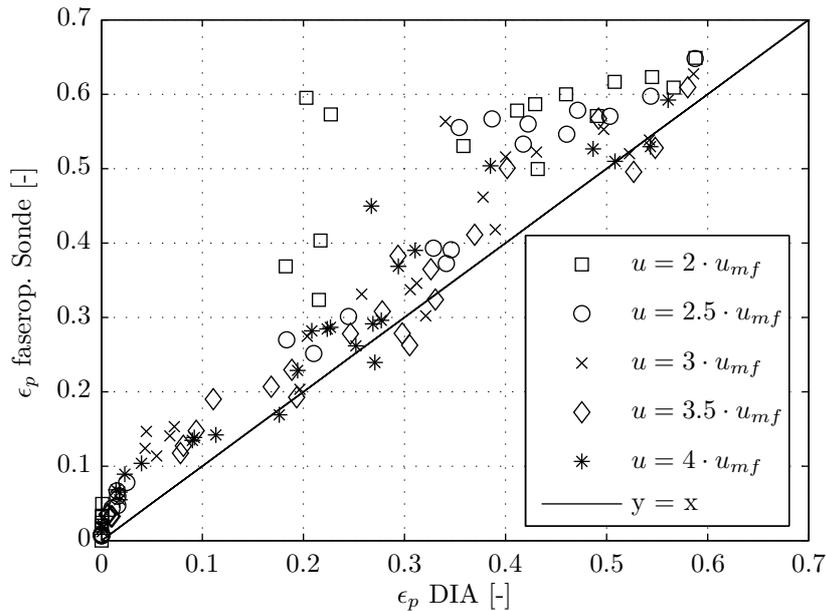
Betrachtet man beide eingesetzten Messtechniken, bildbasierend mit der Kamera und die faseroptische Sonde, so unterscheiden sich diese maßgeblich in der Intrusivität der Strömung, sowie im eigentlichen Messprinzip. Ein direkter Vergleich der beiden Messsysteme innerhalb derselben Anlage soll deshalb die Einsetzbarkeit validieren. Eine entsprechende Untersuchung wurde in der flachen Wirbelschicht durchgeführt. Hierzu wurde die Rückwand der Wirbelschicht mit einer Messstellenmatrix versehen, deren Messstellenpositionen in Abbildung 3.4 dargestellt sind. In den Messstellen wird die faseroptische Sonde in die Schicht eingebracht. Der Kopf der Sonde schließt mit der Innenwand der Anlage bündig ab. Dies minimiert den intrusiven Einfluss auf die Partikelströmung und erhöht die Messgenauigkeit. Neben den Sondenmessungen an der Rückwand wurden Bildaufnahmen der Partikelströmung mit dem Kamerasystem von der Anlagenvorderseite durchgeführt. Eine Gegenüberstellung der erfolgten Auswertungen der Partikelvolumenfraktion ist in der Abbildung 3.5 dargestellt. Aus den Ergebnissen lassen sich verschiedene Einschränkungen der Messmethoden ableiten. Grundsätzlich zeigt sich, dass



**Abbildung 3.4:** Messstellenmatrix in der Rückwand der flachen Wirbelschicht zur Einbringung der faseroptischen Sonde; Alle Maße sind in mm.

die Messwerte der Partikelvolumenfraktion der faseroptischen Sonde systematisch höher liegen als in der DIA Bildauswertung. Dies variiert jedoch zwischen den einzelnen Fluidisationsgeschwindigkeiten. Bei niedrigeren Fluidisationsgeschwindigkeiten wird die Abweichung zwischen den Systemen größer. Grund ist die verringerte Mobilität des Partikelbettes. Dadurch steigt die Häufigkeit statisch verharrender Partikel vor der Sondenspitze an. Folglich werden der Informationsgewinn und die Messgenauigkeit der Partikelvolumenfraktion in wenig bewegten Schüttungen verschlechtert. Der Extremfall ist eine ruhende Schüttung vor der Sonde. Anders als in der Bildauswertung kann unter diesen Bedingungen eine Partikelvolumenfraktion nicht mehr gemessen werden. Je nach Partikelanordnung vor der Sonde, können physikalisch unrealistische Werte mit  $\epsilon_p \gg 0,6$  entstehen.

Ein weiterer Messbereich mit prägnanter Abweichung existiert für niedrige Partikelvolumenfraktionen. Insbesondere dünn besetzte Partikelströme sind in der DIA-Bildauswertung durch Korrekturen der Rauschminimierung affektiert. Dies betrifft vor allem die notwendige Korrektur mit dem konstanten Offset-Wert  $I_{min}$ . Dabei werden teilweise Partikelbestandteile aus den Bildern herausgefiltert mit einem Informationsverlust für die Partikelvolumenfraktionsbestimmung. Die Partikelvolumenfraktion wird zu niedrig prädiiziert. Weitere Unterschiede in den Partikelvolumenfraktionswerten zeigen sich in größeren Messhöhen in der Wirbelschicht. Im oberen Bereich der Anlage dünnt die Schicht mit niedrigen Partikelvolumenfraktionen aus. Partikel bewegen sich verstärkt in der Anlagenmitte mit geringen Wandkontakten. Die unterschiedlichen optischen Messtiefen beider Systeme verursachen dabei abweichende Messergebnisse. Während die faseroptische Sonde mit einer eingeschränkten Messtiefe von maximal 4 mm nur wandnahe Partikel erfasst, kann das Kamerasystem unabhängig von der Tiefe Partikel detektieren. Voraussetzung ist, dass die Partikel im sichtbaren Bereich liegen und nicht von anderen Partikeln überdeckt werden. Dadurch können grundlegend unterschiedliche Messergebnisse entstehen. Dies verdeutlicht besonders die Messung der Partikelgeschwindigkeiten unter Einsatz beider Messmethoden, dargestellt in Abbildung 3.6 für zwei unterschiedliche Messhöhen. Während im dichten Strömungsbereich der Schichthöhe 200 mm gute Übereinstimmung der Messergebnisse vorliegt, weichen diese bei 300 mm stark voneinander ab. Dieses konnte ebenfalls im vorangegangenen Abschnitt 2.3.2.2 in der Rekonstruktion des Strömungswinkels beobachtet wer-



**Abbildung 3.5:** Vergleich der Partikelvolumenfraktion gemessen mit der faseroptische Sonde und der DIA-Bildaussauswertung in der flachen Wirbelschichtanlage für verschiedene Fluidisationszustände des Partikelmaterials  $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$

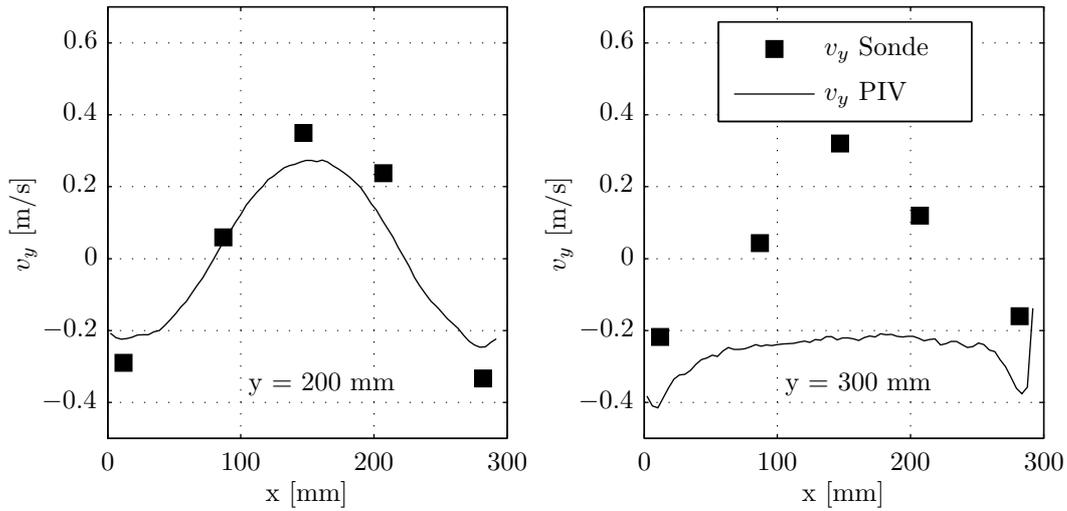
den. In der Schichthöhe 300 mm zeigt sich besonders, dass unterschiedliche Partikelanzahlen je Strömungsrichtung gemessen werden. Das führt dazu, dass schnelle herabfallende Partikel in geringen Partikelvolumenfraktionen, die sich vor allem in der Mitte der Anlage bewegen, von der PIV häufiger gemessen werden, als von der faseroptischen Sonde. Die Folge ist ein negatives Partikelgeschwindigkeitsprofil in der PIV-Messung. In diesem Zusammenhang ist darauf zu verweisen, dass die Messgröße Partikelgeschwindigkeit keine Erhaltungsgröße ist und dieses Messergebnis aus der zeitlichen Mittelung resultiert. Die Abbildung A.4 im Anhang zeigt anhand des Partikelmassenstroms, dass trotz des negativen Geschwindigkeitsprofils ein äquivalenter Massentransport nach oben beziehungsweise unten mit der Bilanzsumme  $M_{up} - M_{down} \approx 0$  gegeben ist.

Eine kritische Beurteilung zur Messgenauigkeit der angewandten Messtechnik beziehungsweise zu baulichen Einflüsse der Versuchsanlagen kann über die Schließung einer Massenbilanz erfolgen. Hierzu werden Massenstrombilanzen des Feststoffs in der zylindrischen und in der flachen Anlage in horizontalen, eindimensionalen Schnittgeraden ausgewertet. Zur Bilanzierung wird die zeitlich gemittelte, vertikale Komponente des Partikelmassenstroms  $M_y$  verwendet. Der zeitlich gemittelte Partikelmassenstrom resultiert aus der Kopplung zwischen der Partikelvolumenfraktion und der vertikalen Partikelgeschwindigkeitskomponente und ergibt für eine Interrogation Area oder für eine Messstelle mit der faseroptischen Sonde mit

$$M_y = \frac{1}{N} \sum_i^N \rho_p v_{y,i}(x, y, t) \epsilon_{p,i}(x, y, t). \quad (3.1)$$

$N$  ist die Anzahl aufeinanderfolgender Messwerte einer Messung korrespondierend zu den jeweiligen Aufnahmezeiten in der Tabelle E.2. Die Abbildung 3.7 (b) zeigt einen Konturplot des zeitlich gemittelten, vertikalen Partikelmassenstroms, gemessen in der flachen Wirbelschicht. Die

### 3 Anwendbarkeit einer flachen Wirbelschicht zur Strömungsanalyse



**Abbildung 3.6:** Vergleich der zeitlich gemittelten Partikelgeschwindigkeitskomponente  $v_y$  gemessen mit der faseroptische Sonde und mit PIV-Auswertung in der flachen Wirbelschichtanlage für die Fluidisationsgeschwindigkeit  $u = 3 \cdot u_{mf}$ ; Verdeutlichung unterschiedlicher optischer Messtiefen beider Messmethoden

Bilanzierung des Partikelmassenstroms erfolgt über die gesamte Schichtbreite von 0 bis  $x = 300$  mm für die jeweiligen Schichthöhen mit

$$0 = \int_0^x M_y dx \quad (3.2)$$

Im Idealfall eines geschlossenen Systems bewegt sich bei präziser Messung der gleiche Massenanteil nach oben sowie nach unten und das Integral in Gleichung (3.2) ist null. Die Abweichung vom Idealfall wird über den Massenbilanzfehler  $E$  definiert, der die Differenz zwischen dem auf- und abwärtsbewegenden Partikelmassenstrom bezogen auf die Partikelmassenstromaufwärtskomponente. Für die Messungen in einer Schichthöhe ergibt sich der Massenbilanzfehler mit

$$E = \frac{\sum_i M_{y,up} - \sum_i |M_{y,down}|}{\sum_i M_{y,up}} \quad (3.3)$$

$$\text{mit } M_y > 0 \Rightarrow M_{y,up} \quad \text{und} \quad M_y < 0 \Rightarrow M_{y,down} \quad (3.4)$$

Der Massenbilanzfehler zeigt sich als ein Werkzeug, um Messabweichungen der eingesetzten Messmethoden und um Einsatzgrenzen der Versuchstechnik zu verdeutlichen. Der Vergleich des Massenbilanzfehlers wird im Folgenden zwischen der flachen Wirbelschicht unter Anwendung der Bildauswertung mit der zylindrischen Anlage unter Einsatz der faseroptischen Sonde präsentiert. Die Abbildung 3.7 (a) zeigt den Massenbilanzfehler beider Messmethoden in beiden Anlagensystemen für die Fluidisationsgeschwindigkeit  $u = 3 \cdot u_{mf}$ . Die Abbildung A.5 im Anhang zeigt den Massenbilanzfehler für die Fluidisationsgeschwindigkeit  $u = 4 \cdot u_{mf}$ .

Im späteren Teil dieser Arbeit wird zur Bestimmung von Partikelverweilzeiten eine Sprühzone als örtlich begrenzter Teilbereich der Wirbelschicht bilanziert. Die Sprühzone liegt in den Schichthöhen zwischen  $y = 150$  bis  $420$  mm. Die Massenbilanzfehler der Kopplung zwischen PIV und DIA liegt bei  $u = 3 \cdot u_{mf}$  bei 51 % und bei  $u = 4 \cdot u_{mf}$  bei 39 %. In Schichthöhen über 300 mm kommt es zu größeren Fehlerwertschwankungen. Ein positiver Bilanzfehler bedeutet in dieser Auswertung, dass die Aufwärtsbewegungskomponente der Partikel im Vergleich zur Abwärtsbewegung überbewertet wird. Die größeren Messunsicherheiten begründen sich in der DIA-Auswertung durch niedrige Partikelvolumenfraktionswerte, wie zuvor beschrieben. Dünn verteilte, sich abwärtsbewegende Partikelströme werden im Vergleich zu dichter gepackten, aufwärtsbewegten Partikeln massenmäßig unterschätzt. Die unterschiedlichen Partikelvolumenfraktionen zwischen Auf- und Abwärtsbewegungen der Partikel resultieren aus den Blaseneruptionsmechanismen im Freeboard-Bereich.

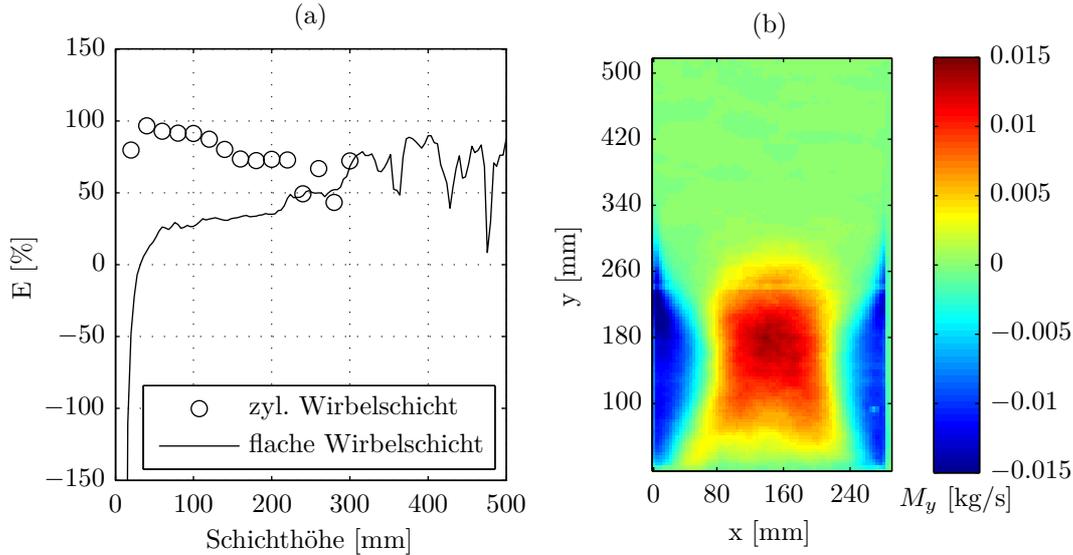
Ein weiterer Einfluss auf den Bilanzfehler ergibt sich durch niedrige Partikelgeschwindigkeiten. Geringe Partikelgeschwindigkeiten existieren meist zusammen mit dicht gepackten Partikelschüttungen. In diesen dichten Schüttungen kommt es zur Ausbreitung der Schicht über die gesamte Anlagentiefe. Partikel werden verstärkt gegen die Apparatewand gedrückt. Die Folge ist eine höhere Beeinflussung der Strömung durch Partikel-Wand-Reibung. Die Partikel an der Wand bewegen sich folglich langsamer als die Kernströmung in der Mitte der Wirbelschichtanlage. Der Betrag der Wandreibung lässt sich nicht quantifizieren. Grund sind ungeklärte Einflüsse, wie der Wandkontakt in Abhängigkeit der Partikelvolumenfraktion, Kontaktflächen, Reibungsbeiwerte und Normalkräfte der Partikel auf die Wand. Langsame Partikelgeschwindigkeiten bei hohen Partikelvolumenfraktionen finden sich in dem linken und rechten Rand der flachen Wirbelschicht wieder, siehe in den späteren Abbildungen 5.2 und 5.3. Dort bewegen sich die Partikel fast ausschließlich nach unten. Aufgrund der hier vorliegenden, signifikanten Wandreibungsverluste, im Vergleich deutlich höher als in der Schichtmitte, wird der abwärtsbewegte Partikelmassenstrom unterschätzt und der Massenbilanzfehler ist daraufhin nahezu durchgängig positiv.

Weiterhin auffällig ist ein negativer Bilanzfehler in den untersten Schichthöhen. Dieser resultiert einerseits aus Partikel-Wand-Reibung und andererseits durch die fehlende Ausbildung eines vollständig turbulenten Gasgeschwindigkeitsprofils über die gesamten Anlagentiefe direkt über dem Verteilerboden. Deutlich niedrigere Gasgeschwindigkeiten an der Apparatewand im Vergleich zur Anlagenmitte verursachen, dass hauptsächlich nach unten segregierende und nicht aufwärtsbewegte Partikel sichtbar sind. Der aufwärtsgerichtete Partikeltransport findet in der optisch unzugänglichen Anlagenmitte statt. In den Kameraauswertungen ist folglich nur die Abwärtsbewegung sichtbar, wodurch dieser extreme Massenbilanzfehler hervorgerufen wird. Dieser Extremwertfehler ist in der Versuchsanlage und in der Messauswertung nicht zu verhindern und findet sich in allen Messergebnissen wieder. Entsprechend wird dieser Bereich von  $y = 0$  bis 50 mm in der Bilanzierung des Systems nicht berücksichtigt.

Die größten Einflüsse auf die vermessenen Partikelbewegungen finden im unteren Teil der Anlage, sowie an den seitlichen Rändern statt. Diese Bereiche müssen bei der Bilanzierung von betrachteten Zonen, wie zum Beispiel die Sprühzone, ausgeschlossen werden. Einschränkungen und Abweichung im Bereich der Anlagenmitte sind hier ebenfalls vorhanden. Jedoch sind diese hinnehmbar und ermöglichen eine akzeptable Bilanzierbarkeit der Sprühzone. Eine explizite Betrachtung der Bilanzschließung einer Sprühzone zeigt der Abschnitt 5.2.

Für die faseroptische Sonde zeigt sich im Vergleich zur Bildauswertung eine andere Charakteristik. Für niedrige Schichthöhen existieren hohe, positive Massenbilanzfehler, welche sich mit zunehmender Schichthöhe relativieren. Im Mittel liegt der absolute Bilanzfehler bei 73 % für die Fluidisationsgeschwindigkeit  $u = 3 \cdot u_{mf}$ . Ab einer Schichthöhe von über 220 mm schlagen die Bilanzfehler in extrem negative Werte um. Das Verhalten lässt sich mit diversen Einschränkungen des Messsystems erklären. Durch die diskrete Messung aller 20 mm vertikal über

### 3 Anwendbarkeit einer flachen Wirbelschicht zur Strömungsanalyse



**Abbildung 3.7:** (a) Vergleich des Massenbilanzfehlers in Abhängigkeit der Schichthöhe für den Strömungszustand bei  $u = 3 \cdot u_{mf}$  gemessen mit der faseroptischen Sonde in der zylindrischen Wirbelschicht und unter Auswertung von PIV und DIA in der flachen Wirbelschicht und (b) Konturplot des vertikalen Partikelmassenstroms in der flachen Wirbelschicht

die Anlagenhöhe sowie horizontal in die Tiefe der Anlage, siehe Abbildung 3.13, ist die örtliche Auflösung der Partikelvolumenfraktion und Partikelgeschwindigkeit relativ gering. Der Randbereich mit hohen Partikelvolumenfraktionen und permanenter Partikelabwärtsbewegung wird zu grob erfasst. Partikelauftwärtsbewegungen werden im Vergleich zu den Aufwärtsbewegungen in der Anlagenmitte unterschätzt. Weitere Einflüsse auf die Messung sind gegeben durch die Intrusivität der Sonde, häufige Richtungsänderungen der Partikel, intensive Durchmischung und ungleichmäßige Blasenbildung. Vor allem durch die letztgenannten Einflüsse intensiviert sich eine dreidimensional ausgebildete Partikelströmung. Problematisch ist hierbei die Erfassung der räumlich ausgedehnten Partikelströmungen. Die Einsetzbarkeit der faseroptischen Sonde zur Partikelgeschwindigkeitsmessung zeigt Abschnitt 2.3.2, jedoch nur für die erfolgreiche Anwendung einer ebenen Partikelströmung. In der zylindrischen Wirbelschicht gibt es Partikel, die sich auf die Sonde hinzu- oder wegbewegen. Mit der Zweikomponentenmessung und der Winkelrekonstruktion innerhalb einer Ebene wird die Bewegungsrichtung der dritten Dimension nicht erfasst. Da diese Komponente ebenfalls einer Winkelabhängigkeit unterliegt, bedarf es einer gesonderten Betrachtung mit Erweiterung der Auswertungsmethodik zur Bestimmung dreidimensionaler Partikelgeschwindigkeiten. Die Bilanzierung einer Sprühzone kann entsprechend mit Einsatz der faseroptischen Sonde innerhalb der zylindrischen Wirbelschicht nicht durchgeführt werden. Örtliche Auflösung und Messgenauigkeit sind nicht ausreichend. Diesbezüglich wird die Bilanzierung einer Sprühzone über Messungen in der flachen Wirbelschicht unter Anwendung der Bildmessmethoden durchgeführt.

Zieht man jedoch die zuerst präsentierten Vergleiche beider Messmethoden heran, so konnte gezeigt werden, dass beide Messmethoden in einem bestimmten Einsatzbereich vergleichbare Einzelergebnisse liefern. Dies trifft für die Einzelmessung der Partikelvolumenfraktion und der Partikelgeschwindigkeit innerhalb einer Messstelle zu. Die Messung der Partikelgeschwindigkeit ist auf den Sonderfall einer ebenen Partikelströmung beschränkt. Innerhalb des Systemvergleichs zwischen der flachen mit der zylindrischen Wirbelschicht werden die einzelnen Messgrößen im nachfolgenden Abschnitt 3.3 miteinander verglichen. Partikelmassenströme sowie eine Zonen-

bilanzierung wird ausschließlich über die bildbasierten Messungen mit der Kopplung zwischen PIV und DIA absolviert.

## 3.3 Vergleichsanalyse zwischen flacher und zylindrischer Wirbelschicht

Vor der expliziten Anwendung der flachen, rechteckigen Wirbelschichtanlage soll die Frage geklärt werden, ob die Partikelzirkulationsbewegungen innerhalb der Anlage adäquat zu denen in zylindrisch geformten Wirbelschichten sind. Prinzipiell kann dieses angezweifelt werden, da verschiedene Einflussfaktoren, wie ein abweichendes Oberflächen-Volumenverhältnis der geometrischen Anlagengrundformen, unterschiedliche Bettmassen oder eingeschränkte Freiheitsgrade der Partikelbewegung existieren. Um zu überprüfen, ob die gewählte Anlagenkonfiguration der flachen Wirbelschicht für eine Parameteranalyse der Partikeldynamik einsetzbar ist, wurden verschiedene messtechnische Herangehensweisen angewandt, beschrieben in Kapitel 2. Die Grenzen und Einschränkungen der eingesetzten Messtechnik wurden im vorherigen Abschnitt 3.2 erläutert. Im nachfolgenden Kapitel werden die strömungsmechanischen Unterschiede zwischen den beiden Anlagenbauformen sowie die Ursachen hierfür beschrieben.

### 3.3.1 Vergleich der Schichtdruckschwankungen

Mit der Analyse von Schichtdruckschwankungen wird die hydrodynamische Ähnlichkeit des Systemzustands beziehungsweise des Fluidisationsregimes zwischen beiden Wirbelschichtanlagen bei gleichen Anströmbedingungen geprüft. Eine hinreichende Übereinstimmung ist die Grundvoraussetzung für eine generelle Einsetzbarkeit der flachen Wirbelschicht. Das Fluidisationsregime wird über die Schichtdruckschwankung identifiziert. Diese wurden in beiden Wirbelschichtanlagen mit einem digitalen Differenzdrucksensor mit einem Messbereich von 0 - 25 mbar in einer Schichthöhe von 30 mm oberhalb des Verteilerbodens gemessen, siehe Abbildung 3.8. Der Differenzdrucksensor misst die Druckdifferenzschwankungen zwischen der fluidisierten Partikelschicht mit dem konstanten Umgebungsdruck. Die Abbildung 3.9 zeigt ein aufgenommenes Differenzdrucksignal. Die Druckaufnahmezeit betrug 40 Hz. Mit dieser Aufnahmezeit lassen sich vor allem die globalen Schichtdruckschwankungen der aufsteigenden Gasblasen erfassen. Diese liegen in klassischen Wirbelschichten in einem Frequenzspektrum zwischen 1 - 10 Hz.

Im Zeitbereich werden die Druckmessreihen einer Amplitudenanalyse unterzogen, beginnend mit dem Variationskoeffizienten. Der Variationskoeffizient in Abhängigkeit der Fluidisationsgeschwindigkeit ist für beide Anlagenbauformen in der Abbildung 3.10 dargestellt. In verschiedenen Druckmessreihen mit ansteigenden Fluidisationsgeschwindigkeiten können aus den Verläufen beider Variationskoeffizienten keine signifikanten Unterschiede zwischen den Anlagenbauformen abgeleitet werden. Kurvenverlauf und Anstieg sind nahezu identisch. Für den oberen Fluidisationsbereich kündigt sich in beiden Messreihen ein Maximum an. Dieses kann jedoch nicht eindeutig identifiziert werden. Um hierzu ein genaueres Abbild zu bekommen, wird die Taktzeit der Druckmessreihen ermittelt, dargestellt in Abbildung 3.11. Die Taktzeit liefert hierbei ein präziseres Abbild unterschiedlicher Systemzustände beziehungsweise Regimewechsel. Die Maxima der Kurvenverläufe sind eindeutig vorhanden mit einer ausgeprägten Differenz zwischen den Fluidisationsgeschwindigkeiten. Die Positionen der Maxima geben Rückschlüsse auf eine Regimeverschiebung. Der Übergang von einem blasenbildenden zu einem turbulenten Fluidisationsregime setzt für die zylindrische Wirbelschicht bei einer niedrigeren Fluidisationsgeschwindigkeit ein. Grund für den Regimeversatz ist eine verringerte Mobilität der Partikel in der flachen Wirbelschicht. Aufgrund eines achtmal größeren Verhältnisses von Wandoberfläche zu

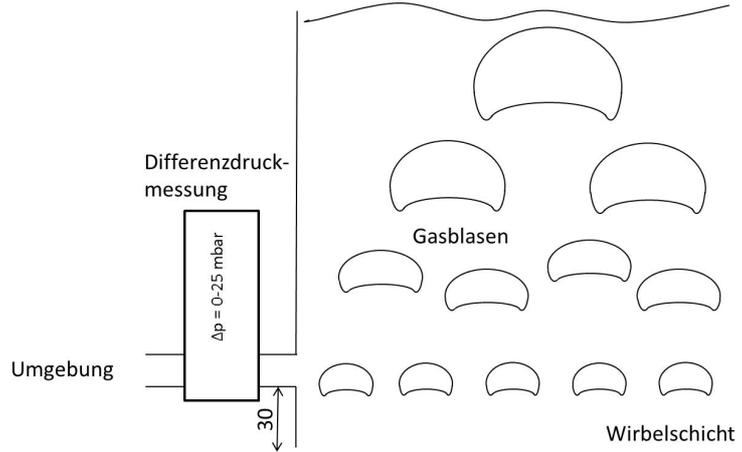


Abbildung 3.8: Messung der Schichtdruckschwankungen in der Wirbelschicht

Anlagenvolumen in der flachen Wirbelschicht im Vergleich zur zylindrischen Anlage, sind Partikel deutlich intensiver von Wandreibung affektiert. Mit häufigeren Partikelwandkontakten führt der Wandreibungsverlust zu einem Abbau kinetischer Bewegungsenergie und somit zu einem verzögerten Regimewechsel.

Werden die Druckmessreihen im Frequenzbereich mittels der Spektralanalyse ausgewertet, ergibt sich ein differenzierbares Abbild der Unterschiede zwischen flacher und zylindrischer Wirbelschicht. Für ansteigende Fluidisationsgeschwindigkeiten sind die Leistungsdichtespektren für beide Anlagentypen in Abbildung 3.12 dargestellt. Geht man bezüglich der Verteilung der Frequenzen in den Spektren nach der Theorie von Kage u. a. [76], so kann den Maxima (lokale und globale Maxima) unterschiedliches Blasenverhalten zugeordnet werden. Kage beschrieb für die Geldart Klasse D, die Klasse des verwendeten Produkts  $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ , dass im Leistungsdichtespektrum ein Hauptmaximum und zusätzlich ein bis zwei lokale Maxima charakteristisch sind. Das Hauptmaximum resultiert aus dem schlagenden Blasenverhalten und kann den hydrodynamischen Mechanismen der Blasenbildung und Blasenruption zugeordnet werden. Das von Kage beschriebene Hauptmaximum ist in den Messergebnissen beider Anlagenbauformen deutlich zu finden. Der Unterschied zwischen beiden Anlagenbauformen sind zwei lokale Maxima, die ausschließlich in den Leistungsdichtespektren der zylindrischen Wirbelschicht enthalten sind. Diese werden insbesondere in der doppellogarithmischen Darstellung erkennbar. Ein weiterer signifikanter Unterschied zwischen beiden Anlagenbauformen ist die Frequenz an der Stelle des Hauptmaximums. Diese Differenz ergibt sich mit

$$\Delta f_{max} = |f(P_{zyl,max}) - f(P_{fl,max})| \quad (3.5)$$

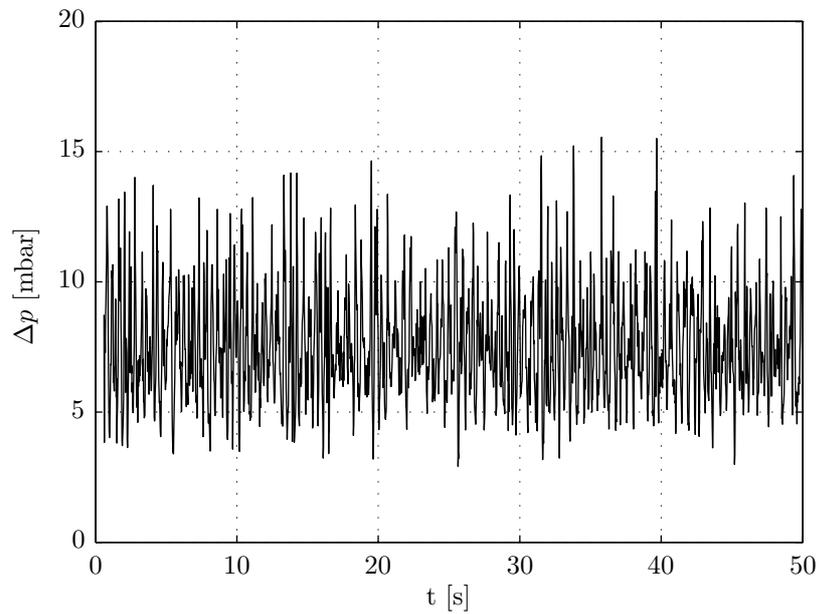
unter der Bedingung

$$\left. \frac{dP_{zyl}}{df} \right|_{f_{P_{zyl,max}}} = 0 \quad \text{und} \quad \left. \frac{dP_{fl}}{df} \right|_{f_{P_{fl,max}}} = 0 \quad (3.6)$$

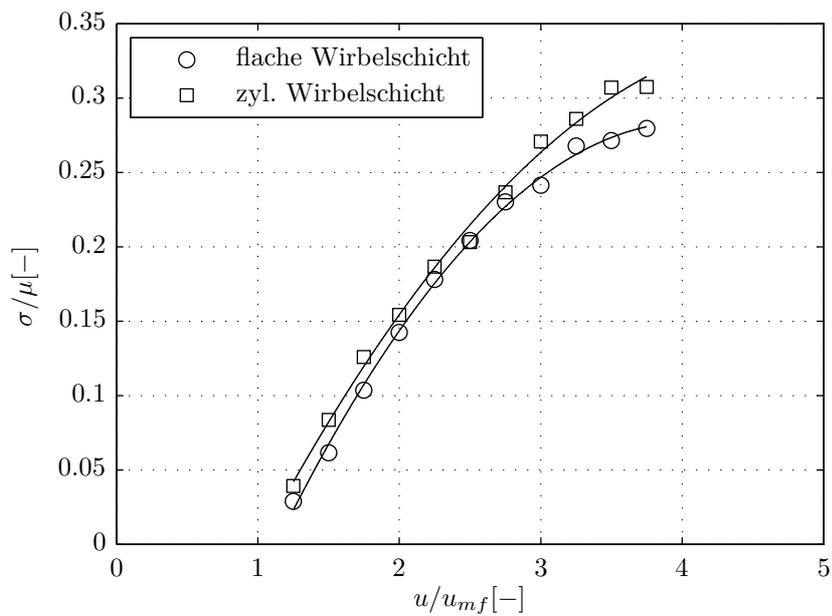
Über alle betrachteten Fluidisationsgeschwindigkeiten existiert im Mittel eine Differenz von  $\overline{\Delta f_{max}} = 0,9$  Hz. Die Abbildung A.7 im Anhang zeigt die einzelnen Differenzen der Hauptmaximafrequenzen für alle Fluidisationsgeschwindigkeiten.

Unterschiede in den Leistungsspektren resultieren maßgeblich durch unterschiedliche Blasenformen. Die räumliche Ausbreitung der Gasblasen wird durch die Bauform der Anlage beeinflusst.

### 3.3 Vergleichsanalyse zwischen flacher und zylindrischer Wirbelschicht



**Abbildung 3.9:** Differenzdrucksignal der Schichtdruckschwankungen gemessen in 30 mm Schichthöhe bei einer Fluidisationsgeschwindigkeit von  $u = 3 \cdot u_{mf}$  in der zylindrischen Wirbelschicht



**Abbildung 3.10:** Vergleich des Variationskoeffizienten in der Amplitudenanalyse der Druckmessreihen im Zeitbereich

### 3 Anwendbarkeit einer flachen Wirbelschicht zur Strömungsanalyse

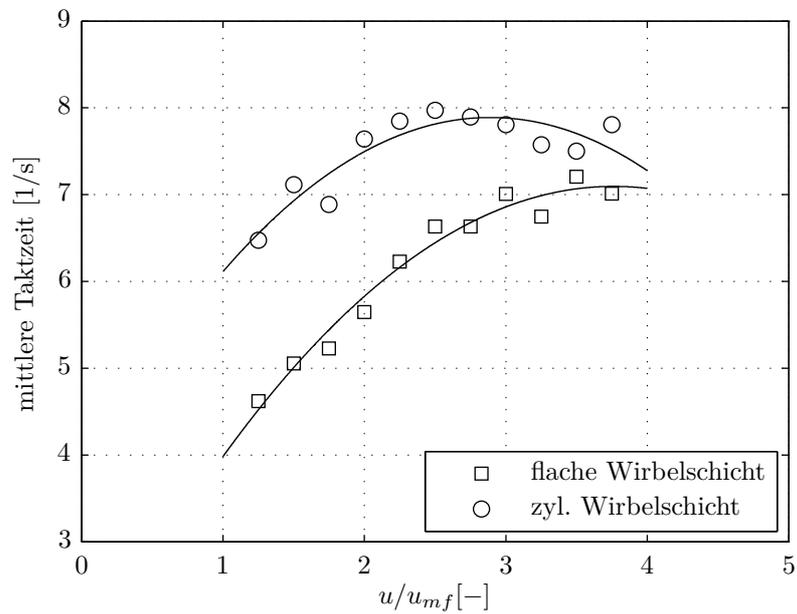


Abbildung 3.11: Vergleich der mittleren Taktzeit der Druckmessreihen im Zeitbereich

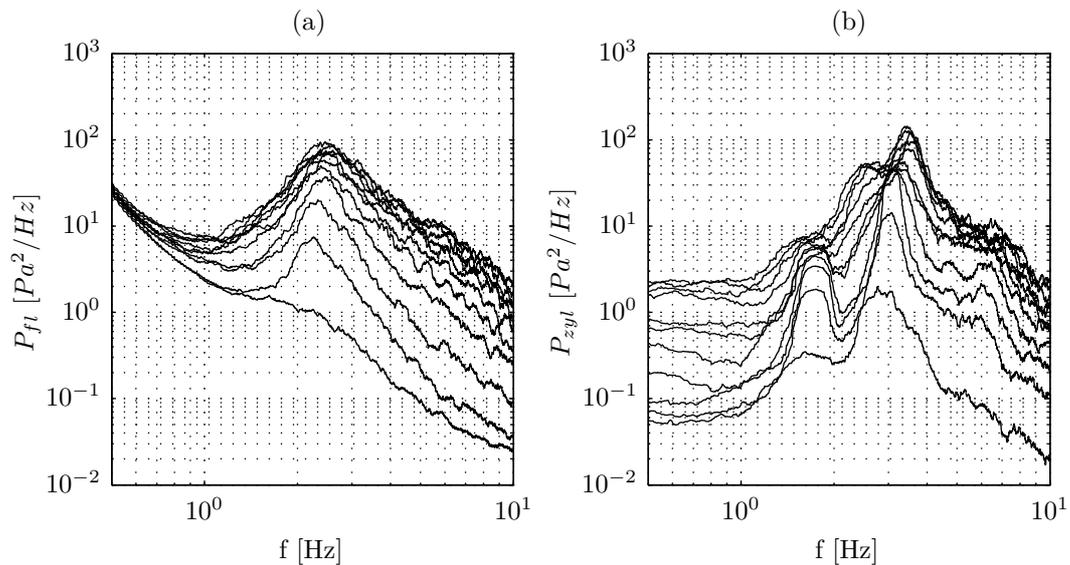


Abbildung 3.12: Leistungsdichtespektren für zunehmende Fluidisationsgeschwindigkeiten  $u = \{1, 25; 1, 5; 1, 75; \dots; 3, 75\} \cdot u_{mf}$  (für Kurvenverläufe von unten nach oben ansteigend) für (a) die flache und (b) für die zylindrische Wirbelschicht; Die Abbildung A.6 im Anhang zeigt eine lineare Achsenkalierung

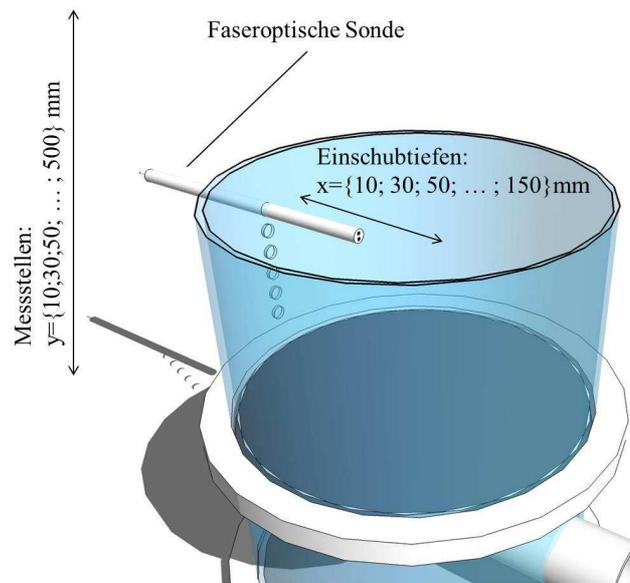
### 3.3 Vergleichsanalyse zwischen flacher und zylindrischer Wirbelschicht

So können sich Gasblasen in der zylindrischen Anlage weitestgehend frei im Raum ausdehnen. In der flachen Anlage hingegen ist die Ausdehnung in alle drei Raumrichtungen durch die eng aneinander stehenden Wände begrenzt. Die Gasblasen in der flachen Anlage besitzen durch die räumliche Limitierung weniger eine sphärische Form, sondern haben über die Anlagentiefe eine konstante Ausdehnung. Die Information aus den Leistungsdichtespektren sind Frequenzen, in denen die höchsten Energiedichten auftreten. Die höheren Energiedichten entsprechen in der Differenzdruckmessung den Druckwellen der Gasblasen. Folgernd aus den Unterschieden beider Spektren lässt sich ableiten, dass in der zylindrischen Wirbelschicht häufiger Gasblasen den Drucksensor passieren. Die gestiegene Häufigkeit in der Messung kann mit der Größe der Blasen in Korrelation gesetzt werden. Geldart [52] führte eine Untersuchung zu Größenunterschieden der Gasblasen in zwei- und dreidimensionalen Wirbelschichten durch. Dabei stellte Geldart fest, dass Gasblasen im dreidimensionalen System größer geformt sind, gegenüber dem 2D System. Dieses Verhalten beobachtete er maßgeblich bei höheren Fluidisationgeschwindigkeiten. Das 2D Wirbelschichtsystem in den Untersuchungen von Geldart war 12,7 mm tief, gefüllt mit dem Partikelmaterial Sand, Durchmesser 0,127 mm. Das Verhältnis zwischen Anlagentiefe und Partikeldurchmesser liegt somit bei 100. Das hier verwendete 2D System ist deutlich extremer ausgeführt. Das Verhältnis zwischen Anlagentiefe und Partikeldurchmesser liegt bei 11,1. Das deutlich geringere Verhältnis führt zu einer stärkeren Beeinflussung der Gasblasen durch die Apparatewände. Gasblasen sind über die gesamte Anlagenbreite ausgedehnt. Man kann bei aufsteigenden Gasblasen durch die Anlage hindurchschauen. Damit sind die Gasblasen deutlich mehr 2D mit konstanter Ausdehnung über die Anlagentiefe als in dem System von Geldart.

Die größere Häufigkeit der Blasendetektion in der zylindrischen Anlage impliziert, dass Gasblasen im Durchmesser kleiner sind als im 2D System. Dagegen spricht die Art der Druckmessung in der Wirbelschicht. Druckwellen der passierenden Gasblasen werden aufgrund der lokalen Messung eindimensional erfasst. In der eindimensionalen Messung wird jeweils nur über die Sehnenlänge einer Gasblase ein Drucksignal detektiert. In der flachen Wirbelschicht liegt eine andere Sehnenlänge vor, da Gasblasen den Drucksensor mittig passieren mit der Ausdehnung über die gesamte Anlagentiefe. In der zylindrischen Anlage können bei heterogener Blasenbildung seitliche Ausläufer der Gasblase gemessen werden. Folgt darauf eine weitere Gasblase, ebenfalls mit ihrem Randbereich, resultiert über die gesamte Messzeit eine höhere Blasenhäufigkeit. Dieses Verhalten steht nicht zwangsweise mit dem Vorhandensein kleiner Gasblasen im Zusammenhang. Die Häufigkeit der Gasblasendetektion ist somit abhängig von der Sehnenlänge der Gasblasen während des Passierens am Drucksensor. Ein Unterschied in den Leistungsdichtespektren zwischen beiden Anlagenbauformen ist somit systembedingt immer vorhanden. Van der Schaaf u. a. [123] versuchten über die Messmethode der Schichtdruckschwankungen auf Längenskalen von Blasen zu schließen. Van der Schaaf wertete die Drucksignale mittels des inkohärenten Kreuzleistungsspektrums aus. Über die Standardabweichung der Inkohärenz konnte er jedoch nur einen Proportionalitätsfaktor zum mittleren Blasendurchmesser ableiten. Die Information zu einer Blasengrößenverteilung fehlt, um anhand der Schichtdruckschwankungen detailliert auf Größenunterschiede der Blasen zwischen den beiden Anlagen eindeutig einzugehen.

Aus der Frequenzanalyse lässt sich zusammenfassend zeigen, dass Gasblasen in der flachen und in der zylindrischen Wirbelschicht eine unterschiedliche räumliche Ausdehnung besitzen. Ableitungen zur Blasengröße lassen sich nicht eindeutig vornehmen. In den neuesten Untersuchungen wird versucht, die faseroptische Sonde zur Messung von Sehnenlängen der Gasblasen einzusetzen. Über eine Transformation lässt sich die Blasengrößenverteilung bestimmen. Somit wäre eine Aussage zu Größenunterschieden möglich. Das Messprinzip der Sehnenlängenverteilung ist in Anlehnung an die Messung von Partikelgrößenverteilungen von Fischer u. a. [45].

### 3 Anwendbarkeit einer flachen Wirbelschicht zur Strömungsanalyse



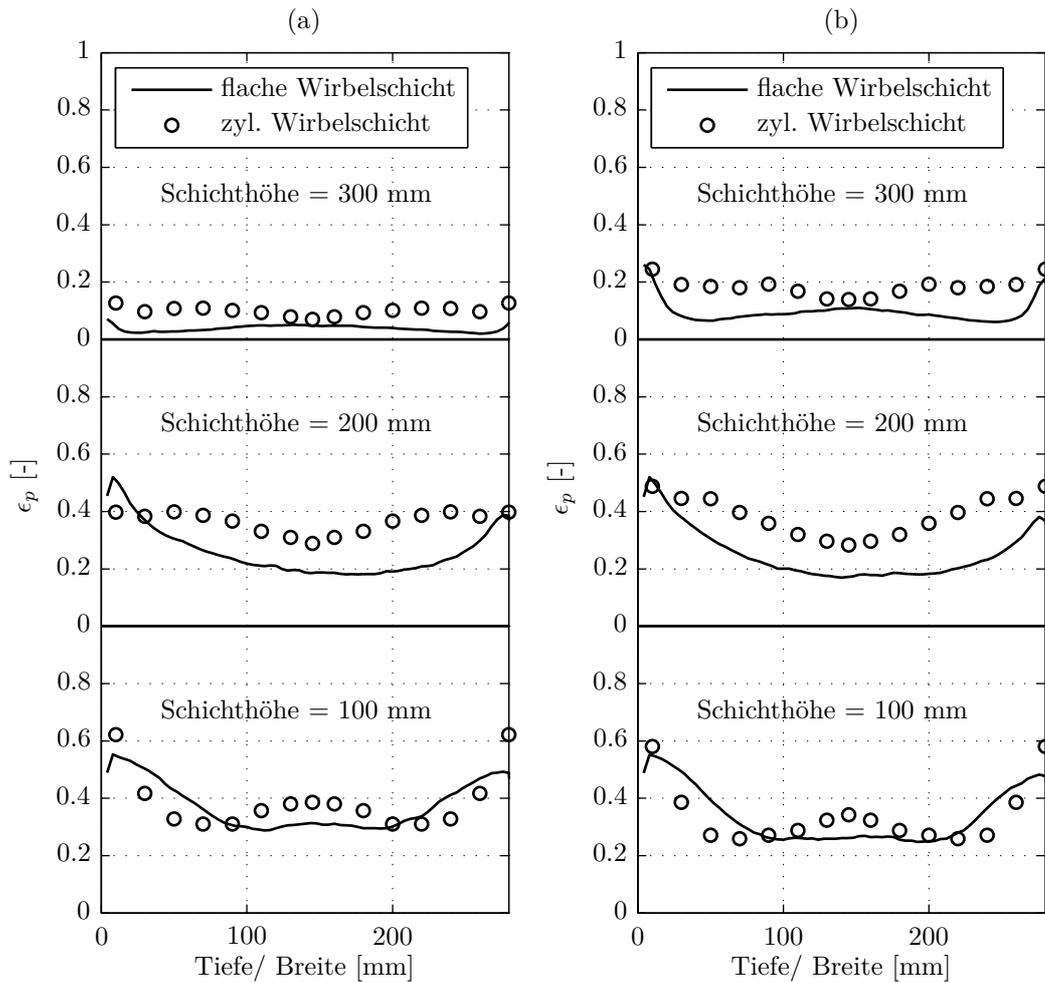
**Abbildung 3.13:** Vermessung der zylindrischen Wirbelschicht mittels der faseroptischen Sonde; 24 Messstellen von 20 mm oberhalb des Verteilerbodens beginnend alle 20 mm bis zur Höhe 500 mm; 7 Einschubtiefen von 10 mm bis 150 mm alle 20 mm

#### 3.3.2 Vergleich der Partikelvolumenfraktionen und -geschwindigkeiten

Der Vergleich von Partikelvolumenfraktionen und Partikelgeschwindigkeiten gibt ein örtlich besser aufgelöstes Abbild interner, dynamischer Verteilungsvorgänge in den beiden Wirbelschichtanlagen. Hierzu wurde die flache Wirbelschicht mit den bildgebenden Messverfahren untersucht, wie beschrieben in den Abschnitten 2.1 und 2.2. Die zylindrische Wirbelschicht wurde mit der faseroptischen Sonde in verschiedenen Schichthöhen und Schichttiefen vermessen. Die Vorgehensweise zur Vermessung einer vertikalen Schnittebene durch die Anlagenmitte der zylindrischen Anlage verdeutlicht die Abbildung 3.13.

Die Abbildungen 3.14 und A.8 im Anhang zeigen die gemessenen Partikelvolumenfraktionsprofile für ansteigende Schichthöhen in der flachen Wirbelschicht verglichen mit der zylindrischen Anlage. Qualitativ zeigen die Verläufe beider Messungen eine ziemlich gute Übereinstimmung. Wandnahe Bereiche mit höheren Partikelvolumenfraktionen, sowie eine ausgedünnte Partikelströmung im mittleren Schichtbereich aufgrund des zentralen Blasenanstiegs, werden in beiden Profilen wiedergegeben. Betragsmäßig zeigt sich jedoch, dass die Partikelvolumenfraktionswerte in mittleren bis höheren Schichtbereichen in der zylindrischen Anlage höher ausfallen. Ein Grund hierfür ist das dreidimensional ausgeprägte Schichtverhalten in der zylindrischen Anlage. Partikel aus der Tiefe können in den Messbereich der Sonde eintreten und erhöhen die Menge an detektiertem Feststoff. Partikelcluster und Partikelstrahlen bilden insbesondere zwischen den Gasblasen einen höher verdichteten Feststoffanteil aus. Diese passieren aufgrund der räumlich uneingeschränkten Strömung häufiger die Messsonde. Ebenso entscheidend ist die Tiefenausbreitung von Blasen. Passieren Gasblasen die Sonde nicht mittig, so ist der Blasenanteil im Messsignal geringer. Über die gesamte Messzeit werden höhere Partikelvolumenfraktionen gemessen. Hinzu, wie schon in Abschnitt 3.2 dargelegt, existieren Differenzen zwischen beiden angewandten Messmethoden insbesondere für geringe Partikelvolumenfraktionen. Entsprechend sind betragsmäßig höhere Partikelvolumenfraktionswerte nicht zwangsweise systemcharakteris-

### 3.3 Vergleichsanalyse zwischen flacher und zylindrischer Wirbelschicht

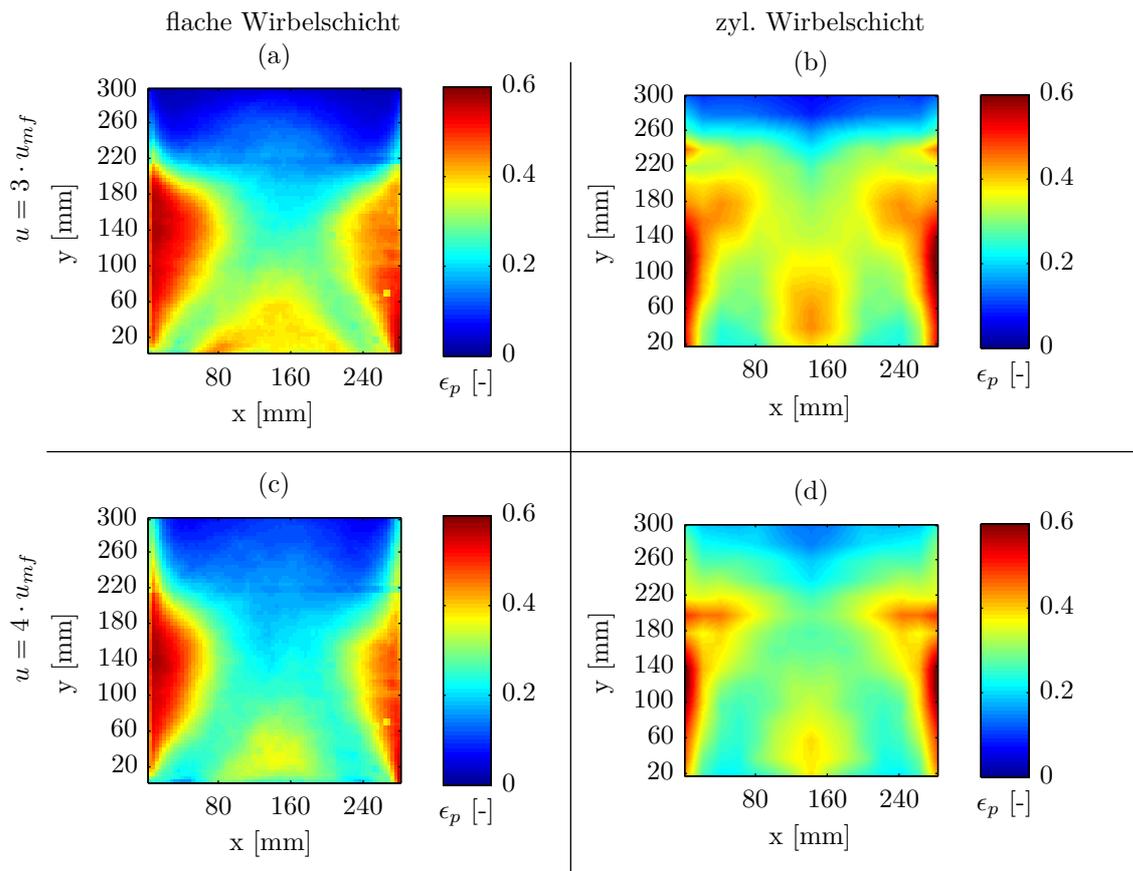


**Abbildung 3.14:** Vergleich der zeitlich gemittelten Partikelvolumenfraktionen dargestellt für drei unterschiedlichen Schichthöhen für die Fluidisationszustände (a)  $3 u_{mf}$  und (b)  $4 u_{mf}$ ; Profile in Zwischenhöhen sind im Anhang A.8 dargestellt

tisch, sondern eine Abhängigkeit der Messtechnik. Der dominierende Einfluss auf die erhöhten Partikelvolumenfraktionen ist nicht abschätzbar.

Ein detaillierteres Abbild örtlicher Partikelverteilung liefert die Konturdarstellung der Partikelvolumenfraktion, dargestellt in Abbildung 3.15. Gegenübergestellt sind die Messergebnisse der Fluidisationsgeschwindigkeiten  $u = 3$  und  $4 \cdot u_{mf}$ . Innerhalb der Gegenüberstellung der Konturplots verdeutlicht sich der ungleiche Blasenanstieg und Blasenkoaleszenzmechanismus in beiden Anlagen. Dieser lässt sich in den zentralen Schichtbereichen mit einer Partikelvolumenfraktion um 0,2 ausmachen. Gasblasen in der flachen Wirbelschicht werden durch einen breiteren Randbereich beim Aufstieg in der Schicht deutlich eher in die Schichtmitte gedrückt. Blasenvereinigung und Koaleszenz setzen in niedrigeren Schichthöhen ein als vergleichsweise in der zylindrischen Anlage. Durch die frühe Blasenkoaleszenz sind in der flachen Wirbelschicht in größeren Schichthöhen zahlenmäßig weniger aber dafür größere Blasen vorhanden. In dem seitlichen Rückströmbereich bilden sich in der flachen Wirbelschicht aufgrund des größeren Randinflusses höhere Partikelvolumenfraktionen aus. Dieser Bereich wird selten bis gar nicht von

### 3 Anwendbarkeit einer flachen Wirbelschicht zur Strömungsanalyse



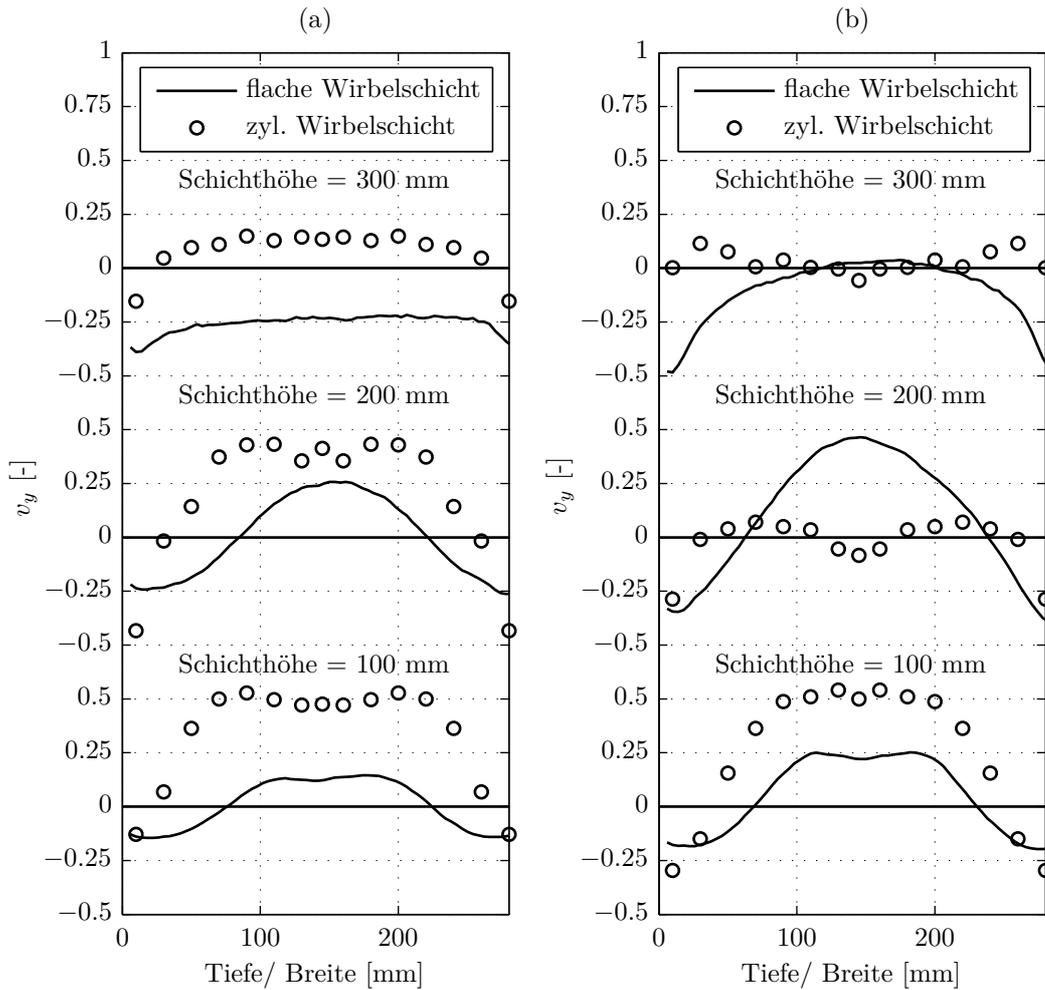
**Abbildung 3.15:** Gegenüberstellung der Konturabbildungen der zeitlich gemittelten Partikelvolumenfraktion aus der flachen (links) und der zylindrischen Wirbelschicht (rechts) bei den Fluidisationsgeschwindigkeiten  $u = 3 \cdot u_{mf}$  (oben) und  $u = 4 \cdot u_{mf}$  (unten)

Gasblasen passiert. Insbesondere die Partikelwandreibung intensiviert die Ausbildung der dichteren und größeren Rückströmzone.

Darüber hinaus bestätigt sich aus der Konturdarstellung eine Diskrepanz in der Schichthöhe. Definiert man die Schichthöhe über das Volumen, in welchem über die gesamte Messzeit 95 % der Schichtmasse enthalten sind, so ergibt sich bei  $u = 3 \cdot u_{mf}$  für die flache Wirbelschicht eine Schichthöhe von 252 mm und für die zylindrische Anlage eine um 15 % größere Schichthöhe mit 290 mm. Die Hauptursache hierfür ist ebenfalls die ausgeprägtere Partikelwandreibung im flachen System. Ein Teil der kinetischen Energie, welche vom strömenden Fluid auf die Partikel übergeht, geht an Stelle einer Schichthöhenzunahme durch Reibung verloren. Partikelbewegungen und das Zirkulationsverhalten sind dadurch gehemmt.

Zieht man die Partikelgeschwindigkeit als zu vergleichende Eigenschaft hinzu, ergibt sich ein Einblick in die Dynamik beider Prozesse. Die Abbildung 3.16 zeigt gemessene Profile der vertikalen Partikelgeschwindigkeitskomponente  $v_y$  in horizontalen Querschnitten. Ein besser ortsaufgelöstes Bild der Partikelgeschwindigkeiten geben die Konturplots in Abbildung A.1 im Anhang. Vergleicht man die gemessenen Partikelgeschwindigkeiten beider Referenzanlagen, so können keine hinreichenden Übereinstimmungen gefunden werden. Die Form der Profile stimmt teilweise überein, betragsmäßig liegen sie aber deutlich auseinander. Der Grund für diese Abweichung liegt vor allem, wie bereits in Abschnitt 3.2 dargelegt, in der fehlerhaften Partikelgeschwindig-

### 3.3 Vergleichsanalyse zwischen flacher und zylindrischer Wirbelschicht



**Abbildung 3.16:** Vergleich der vertikalen Partikelgeschwindigkeitskomponente  $v_y$  dargestellt für horizontale Profile in unterschiedlichen Schichthöhen für die Fluidisationszustände (a)  $u = 3 \cdot u_{mf}$  und (b)  $u = 4 \cdot u_{mf}$ ; Geschwindigkeitsmessung der faseroptischen Sonde ist symmetrisch zur Achse  $z = 150$  mm

keitsmessung mit der faseroptischen Sonde. Aktuell eignet sich der Auswertungsalgorithmus nur für die zweidimensionale Geschwindigkeitskomponentenmessung einer ebenen Partikelströmung. In der zylindrischen Wirbelschicht liegen jedoch Partikelbewegungen in allen drei Raumkoordinaten vor, welche die angewandte Geschwindigkeitsmessung der zwei einzelnen Komponenten verfälscht. Generell lässt sich bestätigen, dass die höchsten Partikelgeschwindigkeiten in der Mitte der Anlage vorliegen. Sich mittig aufwärtsbewegende Partikel werden durch die Gasblasen nach oben getragen und segregieren am seitlichen Randbereich in Richtung des Verteilerbodens. Dieses Zirkulationsverhalten der Partikel findet man in beiden Anlagen äquivalent wieder.

Aus den gezeigten Untersuchungen und Erfahrungen aus dem Betrieb der Versuchsanlage lassen sich Gestaltungshinweise für die Verwendung einer flachen Wirbelschicht ableiten. Negative Effekte einer zweidimensional geprägten Strömung können minimiert werden, wenn Produkteigenschaften und Anlagenparameter in Zusammenhang stehen. Eines der wichtigsten Parameter in der Versuchsgestaltung ist das bereits erwähnte Verhältnis von Anlagentiefe zum Partikeldurchmesser. Für das gewählte Partikelmaterial  $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$  mit dem Durchmesser 1,8 mm liegt

### 3 Anwendbarkeit einer flachen Wirbelschicht zur Strömungsanalyse

das Dimensionsverhältnis bei 11,1. Für das Produkt  $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ , Durchmesser 600  $\mu\text{m}$  und ein Dimensionsverhältnis von 33,3 konnte beobachtet werden, dass sich das Zirkulationsverhalten über die Anlagentiefe ausbreitet. Das heißt, Partikel bewegten sich zentral nach oben und zirkulierten am vorderen und hinteren Rand nach unten. Aufgenommene Partikelbewegungen sind in den Massenstrombilanzen abwärts dominiert und entsprechen nicht dem tatsächlichen Zirkulationsverhalten. In einer weiteren Messung wurde ein Partikeldurchmesser von 3,0 mm und ein Dimensionsverhältnis von 6,67 getestet. Tatsächliches zweidimensionales Strömungsverhalten konnte nachgewiesen werden. Jedoch ist das Produkt so groß, dass die Blasenbildung und das Schichtverhalten nicht mehr äquivalent zu typischen Wirbelschichten mit dem Anwendungsbereich von Granulationsprozessen sind. Aus diesen Erfahrungen leitet sich zur Realisierung einer nahezu zweidimensionalen Partikelströmung ein empfohlener Bereich für das Dimensionsverhältnis zwischen 10 bis 20 ab. Innerhalb des definierten Bereiches breiten sich Gasblasen über die gesamte Anlagentiefe aus und sind im Maximaldurchmesser messbar. Des Weiteren bildet sich keine Kernströmung in der Anlagenmitte aus, in der sich die Partikel mit anderen Strömungseigenschaften ausbreiten als im Wandbereich, welcher in bildbasierten Messungen tatsächlich ausgewertet wird.

Weitere Gestaltungsregeln an die Produkt- und Anlageneigenschaften werden durch die PIV-Auswertemethodik gegeben. Aufgenommene Partikel müssen innerhalb der digitalen Bilder mindestens aus 3 zusammenhängenden Pixeln bestehen. Dies ist die untere Grenze für die Untersuchung von dichten Mehrphasenströmungen, wenn in den PIV-Aufnahmen eine Frontalbeleuchtung mit einer inkohärenten Lichtquelle verwendet wird. Weiterhin muss ein ausreichender Farbkontrast zwischen den Partikeln und dem Hintergrund vorliegen, um Partikel in den Auswertungen eindeutig identifizieren zu können.

Schlussfolgernd aus den durchgeführten Untersuchungen lässt sich zeigen, dass die flache Wirbelschichtanlage trotz gewisser Grenzbereiche einsetzbar ist. Auszuschließende Bereiche betreffen die Wirbelschichttränder direkt über dem Verteilerboden und nahe den Seitenwänden. Massenbilanzen und hohe Partikelvolumenfraktionen geben hier ein abweichendes Partikelströmungsbild wieder, als es in der zylindrischen Anlage vorliegt. Entgegen dieser Randbereiche konnten in der Schichtmitte sowie über die Schichtdruckschwankungsmessung gute Übereinstimmungen gefunden. Dies zeigt sich an einem niedrigen Massenbilanzfehler, eine geringe Regimeverschiebung und gleiche Partikelvolumenfraktionsverteilungen. Aufgrund dieser Bestätigungen werden im späteren Teil dieser Arbeit detaillierte Auswertungen in der Schichtmitte mit der Definition prozesscharakteristischer Zonen durchgeführt. Bei der Anwendung der gewählten Messtechnik konnte innerhalb der Messungen der Partikelgeschwindigkeit, aufgrund mangelnder Messgenauigkeit der faseroptischen Sonde, kein übereinstimmender Vergleich durchgeführt werden. Um mit der faseroptischen Sonde räumliche Mehrphasenströmungen, wie innerhalb der Wirbelschicht, durchführen zu können, muss eine Dreikomponentenmessung der Partikelgeschwindigkeiten etabliert werden. Messungen mit der faseroptischen Sonde wurden entsprechend nicht weiter verfolgt.

## 4 DEM-CFD Simulationen zur Untersuchung der Wirbelschichtdynamik

Numerische Berechnungen erfahren zusehends mehr Bedeutung in der Analyse und Optimierung verfahrenstechnischer Prozesse. Mit Hilfe verschiedener Berechnungsmethoden kann das Systemverhalten analysiert werden, welches sich experimentell nur mit intensivem Aufwand oder in manchen Fällen überhaupt nicht erfassen lässt. Mit den erzielten Erkenntnissen kann das generelle Prozessverständnis erhöht werden. Zusätzlich kann durch vielfältige Parametervariationen eine Prozessoptimierung durchgeführt werden mit dem Ziel einer Verbesserung des Gesamtverfahrens. Betrachten wir eine Mehrphasenströmung mit einer Feststoff- und einer Fluidphase, wie die Wirbelschicht, so gibt es grundsätzlich zwei verschiedene Ansätze, die Strömungsvorgänge zu simulieren. Eine in der Vergangenheit sehr häufig eingesetzte Methode ist das Two-Fluid-Modell (TFM) in der CFD (Computational Fluid Dynamics). Hierbei wird die Gasströmung als Kontinuum betrachtet. Die disperse Feststoffphase wird in dieser Modellvorstellung ebenfalls als eine kontinuierliche fluide Phase abstrahiert. In der Kontinuumstheorie zweier interpenetrierender Fluide werden über die KTGF (Kinetic Theory of Granular Flow) unter Anwendung des Euler-Granular Modells in einer gitterbasierten, finiten Volumenmethode die Interaktionen beider fluider Phasen mit einer Druck-Geschwindigkeitskopplung berechnet. In der Anwendung dieses Modellansatzes gibt es jedoch verschiedene Probleme in Schließungstermen des granularen Stresses und für diverse Austauschkräfte [86]. Problematisch ist vor allem die Berechnung der Widerstandskraft beziehungsweise die Wahl des Modells für das zu untersuchende System [42]. Die Widerstandskraft ist in Wirbelschichtsystemen die entscheidende Beschleunigungskraft auf die Feststoffphase und somit maßgebend für den Simulationserfolg. Weiterhin gibt es in den Two-Fluid-Modellen Probleme in den Mechanismen der Energiedissipationen unelastischer Zusammenstöße, insbesondere bei hohen Partikelvolumenfraktionen. Dadurch kann eine Genauigkeit, wie in der Navier-Stokes Gleichung für eine reine Fluidströmung, niemals erreicht werden [82]. Wesentlicher Vorteil in dieser Simulationsmethodik ist die Möglichkeit der Berechnung großer Systeme in vergleichsweise geringen Rechenzeiten [57].

Mit steigenden Rechenleistungen in den letzten Jahren wird die Betrachtung von Mehrphasenströmungen mit einer Kopplung zwischen CFD und DEM (Diskrete Elemente Methode) zu einer etablierten Untersuchungsmethode. Hierbei wird die disperse Feststoffphase elementweise diskret berechnet. Die Fluidphase wird weiter als Kontinuum betrachtet. Eine Kopplung kann je nach Mehrphasensystem unterschiedlich durchgeführt werden. Eine Variante ist die Lagrange-Kopplung bei maximalen Festvolumenanteilen unter 10 %. Die Kopplung erfolgt über einen Impulsaustausch zwischen Fluid und Feststoff ohne Berücksichtigung von interpartikulären Kollisionereignissen. Bei hohen Partikelvolumenfraktionen haben Partikelkollisionen einen deutlich größeren Einfluss und die Feststoffphase wird als zusätzliche, interpenetrierende Phase berücksichtigt. Mit der Euler-Kopplung unter Einsatz des Euler-Granular Modells werden beide Phase in einem Impuls- und Massenaustausch, und falls erforderlich zusätzlich in einem Energieaustausch, berechnet. Die mathematischen Grundlagen der Euler-Kopplung basieren auf den Multi-Partikelmodellen von Kuipers u. a. [80], Tsuji u. a. [136] und Hoomans u. a. [67]. Ein signifikanter Nachteil dieser Simulationsmethodik ist die Einschränkung auf die zu untersuchende Systemgröße. Eine hohe Anzahl von diskreten Partikeln in der DEM verursacht einen sehr hohen

Rechenaufwand. Simulationen sind meist auf zwei Dimensionen oder auf eine Anlagengröße im Labormaßstab beschränkt.

Aus Gründen der Einschränkungen der TFM-Simulationen beschäftigt sich das vorliegende Kapitel mit den gekoppelten DEM-CFD Berechnungen, welche die besondere Möglichkeit der Einzelpartikeluntersuchung innerhalb durchströmter Partikelkollektive, wie die Wirbelschicht, ermöglicht. In der Anwendung wird auf kommerzielle Rechenprogramme zurückgegriffen. Für die DEM-Berechnung wird das Programm EDEM 2.3.1 verwendet, welches ein Kopplungsmodul zu der CFD Software Ansys, Fluent 12.1.16 besitzt. Unter der Systemvereinfachung eines Skalierungsansatzes auf Basis der Ähnlichkeitstheorie werden partikeldynamische Eigenschaften für das Wirbelschichtsystem in Top-Spray Ausführung simuliert.

### 4.1 Grundlagen gekoppelter DEM-CFD Simulationen

Ein Wirbelschichtsystem wird im DEM-CFD Ansatz in einer Euler-Kopplung simuliert. Dabei wird die partikuläre Phase mittels der DEM berechnet. Die DEM basiert auf dem Lagrange-Systembeobachter. Dabei werden in einer mechanistischen Herangehensweise Partikel oder Partikelkollektive in einer gitterlosen Betrachtung untersucht. Alle angreifenden Kräfte werden auf die im dreidimensional aufgespannten Raum befindlichen, diskreten Partikel berechnet. Wirkende Kräfte sind die Schwerkraft, Fluidkräfte oder Kräfte aus Interaktionen der Partikel untereinander. Die DEM entstammt von Cundall u. Strack [27] mit der Entwicklung eines ersten Programmcodes namens „Ball“ für sphärische Partikel. Das Einsatzgebiet der DEM Simulationstechnik ist primär die Untersuchung des Schüttgutverhaltens in Lagerungs-, Transport oder Dosierprozessen in der feststoffverarbeitenden Industrie. Maßgeblich steht das Verhalten des Partikelkollektives in technischen Apparaten im Fokus. Zhu u. a. [160, 161] geben hierzu einen Überblick über theoretische Entwicklungen zum Stand der Technik, sowie über mögliche Anwendungen und deren Resultate.

Der Berechnungsvorgang in der DEM kann in drei wesentliche Berechnungsschritte: die Nachbarschaftsanalyse, die Kräfteberechnung und die zeitliche Integration, unterteilt werden. In der Nachbarschaftsanalyse wird nach Partikeln, die im direkten Kontakt zueinander stehen, gesucht. In der Nachbarschaftsanalyse kann eine Art Gitter verwendet werden. Dieses Analysegitter hilft, das Untersuchungsgebiet in einzelne Subdomains zu unterteilen. Drei verschiedene Bereiche lassen sich separieren: Bereiche ohne Partikel, Bereiche mit vereinzelt Partikeln ohne Kontaktstellen und Bereiche mit in Kontakt stehenden Partikeln. Eine effiziente Vorunterteilung des Prozessraums kann maßgeblich zu einer beschleunigten und effektiveren Berechnung führen. Dies geschieht, in dem Bereiche ohne in Kontakt stehende Partikel vom Berechnungsschritt zwei ausgenommen werden. Der zweite Berechnungsschritt ist die Kräfteberechnung der im Kontakt stehenden Partikel. Basierend auf dem Kraftverschiebungsgesetz werden die Kontaktkräfte berechnet. Im Kraftverschiebungsgesetz gehen die Materialeigenschaften und die Relativbewegungen der Kontaktpartner ein. Das Kontaktverhalten wird mit fallspezifischen Kontaktmodellen beschrieben. Im dritten Berechnungsschritt werden die Bewegungsänderungen aus den wirkenden Kräften berechnet. Dies erfolgt mit der zweiten Newtonschen Bewegungsgleichung

$$m_i \frac{dv_i}{dt} = m_i \frac{d^2c_i}{dt^2} = \sum_i F_i \quad (4.1)$$

mit  $v_i$  der Geschwindigkeit und  $c_i$  der Position des Elementes  $i$ . Werden die Kräfte einzeln nach Deen u. a. [29] aufgelöst, ergibt sich die Bewegungsgleichung mit

$$m_i \frac{dv_i}{dt} = V_i \nabla p + \frac{V_i \beta_m}{\epsilon_p} (u - v) + m_i g + F_{c,i} + F_{pp,i}. \quad (4.2)$$

Die wesentlichen, einflussnehmenden Kräfte resultieren aus dem Druckgradienten der Fluidströmung, der Widerstandskraft, der Gewichtskraft, den Kontaktkräften  $F_{c,i}$  und den kontaktlosen interpartikulären Kräften  $F_{pp,i}$ , wie zum Beispiel elektrostatische Kräfte. Neben den translatorischen Bewegungsänderungen wird des Weiteren der Drehimpuls der Partikel berücksichtigt

$$J_i \frac{d\omega_i}{dt} = M_i. \quad (4.3)$$

Hierbei ist  $M$  das Drehmoment und  $J$  das Trägheitsmoment. Für den besonderen Fall sphärischer Partikel ergibt sich das Trägheitsmoment mit

$$J_i = \frac{5}{2} m_i r_i^2. \quad (4.4)$$

Die Widerstandskraft, die auf ein Partikel wirkt, wird durch ein umströmendes Fluid hervorgerufen. In der Literatur werden verschiedene Modelle vorgeschlagen. Modelle, die besonders für die Berechnung durchströmter und bewegter Partikelkollektive geeignet sind, wurden für monodisperse Systeme von Ergun [44], Wen u. Yu [145] und Di Felice [36] und für bi- beziehungsweise polydisperse Schüttungen von Beetstra u. a. [11] aufgestellt. Das Widerstandsmodell nach Di Felice wurde mit Hinblick auf Wirbelschichtsysteme ausgearbeitet. Es enthält eine verbesserte Korrektur der Widerstandskraft für unterschiedlich hohe Partikelvolumenfraktionen in Form einer Leerraumfunktion. Die korrigierte Widerstandskraft ergibt sich mit

$$F_d = F_{d,0} g(\epsilon_p). \quad (4.5)$$

$F_{d,0}$  ist die Widerstandskraft auf ein sphärisches Einzelpartikel ohne Einfluss benachbarter Partikel

$$F_{d,0} = \frac{\beta_m d_p}{\mu_f} = c_{d,0} \frac{\rho_g (u - v)^2}{2} \frac{\pi d_p^2}{4} \quad (4.6)$$

mit

$$c_{d,0} = \left( 0,63 + \frac{4,8}{\sqrt{Re}} \right)^2. \quad (4.7)$$

und

$$Re = \frac{d_p (u - v)}{\nu_g} \quad (4.8)$$

Die Leerraumfunktion  $g(\epsilon_p)$  ergibt sich mit Bezug auf die empirischen Grundlagen von Richardson u. Zaki [115] und Rowe [118] zu

$$g(\epsilon_p) = \epsilon_p^{-\beta}. \quad (4.9)$$

Der Exponent  $\beta$  folgt aus der Anpassung eines weiten Arbeitsbereiches von Betriebszuständen des Wirbelschichtprozesses mit folgender empirischer Gleichung

$$\beta = 3,7 - 0,65 \exp\left(-\frac{(1,5 \log(Re))^2}{2}\right). \quad (4.10)$$

Innerhalb der DEM sind Interaktionen der Partikel untereinander eines der komplexesten Vorgänge in der Berechnung. Neben dem einfachen Kollisionsvorgang mit normaler und tangentialer Kraftverschiebung findet Energieabsorption durch Reibung oder durch Dämpfung eines elastoplastischen beziehungsweise plastischen Stoßverhaltens statt. Es können Anziehungskräfte, wie van der Waals und elektrostatische Kräfte, oder weitere Bindungs- sowie Abstoßungskräfte vorliegen. Diese interpartikulären Wechselwirkungen werden mit fallspezifischen Kontaktmodellen beschrieben. Diese Modelle beeinflussen maßgeblich die Genauigkeit der Kollisionsberechnung und haben folglich eine große Auswirkung auf die Nachbildung des Gesamtprozesses. Es wird zwischen linearen und nicht-linearen Modellen unterschieden, die nicht unbedingt aufgrund ihrer Komplexität eine bessere Beschreibung des Stoßvorgangs ermöglichen [37]. Grundsätzlich lassen sich zwei Klassifikationen in der Stoßbeschreibung definieren. Im sogenannten Hard-Sphere Ansatz [68] werden Stöße zwischen Partikeln auf impulsbasierten Austauschkräften bestimmt. Dieser Ansatz eignet sich besonders bei hohen Kollisionsgeschwindigkeiten mit sehr kleinen Kontaktzeiten zwischen den Stoßpartnern und bei weniger dichten Partikelsystemen. Gleichzeitige Mehrfachkollisionen können mit diesem Ansatz nicht berücksichtigt werden. Der Soft-Sphere Ansatz, entwickelt von Cundall u. Strack [27], hingegen ermöglicht die Berechnung langsamer Stöße durch das Erlauben einer Überlappung der Partikelvolumina. Diese Überlappung simuliert eine Schubwelle, die durch beide Partikel hindurchgeht. Der Rayleigh Zeitschritt beschreibt die Ausbreitung dieser Schubwelle und wird über eine quasi-statische Auflösung des Stoßvorgangs mit

$$t_r = \frac{\pi d_p}{2} \left(\frac{\rho_p}{G}\right)^{1/2} / (0.1631\nu + 0.8766) \quad (4.11)$$

bestimmt [1, 104]. Der DEM-Zeitschritt sollte zwischen  $0,2 \cdot t_r$  und  $0,4 \cdot t_r$  gewählt werden. Diese Modellbeschreibung eignet sich aufgrund einer besseren und detaillierten Stoßauflösung besonders bei langsamen Stoßgeschwindigkeiten mit elastisch-plastischen oder plastischen Verformungen. Während der Kollision existiert eine gewisse Kontaktzeit zwischen beiden Stoßpartnern. Da in Wirbelschichten, insbesondere bei niedrigen Fluidisationsgeschwindigkeiten, langsames Stoßverhalten vorliegt, wird dieser Ansatz zur Stoßbeschreibung eingesetzt.

Für die Berechnung des einfachen Stoßes zwischen Kontaktpartnern ohne kontaktlose interpartikuläre Kräfte gibt es zwei konkurrierende Modelle: Das Modell „Linear Spring“ [27] und das nicht-lineare Hertz-Mindlin Modell [102]. Das Hertz-Mindlin Modell basiert auf der Elastizitätstheorie eines normalgerichteten Kontaktproblems nach Hertz [64] mit der Vereinfachung einer no-slip Bedingung der tangentialen Kontaktausrichtung. Der Kontakt in Normalrichtung wird beschrieben über eine Parallelschaltung einer Feder mit einem Dämpfungselement. Die tangentialen Richtung wird mit einer Reihenschaltung von Feder-/ Dämpfungselementen mit einem Reibungsgleiter definiert. Die Abbildung 4.1 zeigt den Aufbau dieses Kontaktmodells. Im Vergleich der Kontaktmodelle untereinander konnten Di Renzo u. Di Maio [37] zeigen, dass kein wesentlicher Unterschied in der Berechnung der Verschiebungskräfte zwischen den beiden genannten Modellen vorliegt. Aufgrund der physikalischen Grundlage der Beschreibung nach Hertz-Mindlin wurde dieses Modell verwendet, dessen vereinfachte Grundlagen auf Mindlin [101]

#### 4.1 Grundlagen gekoppelter DEM-CFD Simulationen

zurückzuführen sind. Dieses Hertz-Mindlin Modell wird nachfolgend anhand der mathematischen Grundlagen des verwendeten Berechnungsprogramms [1] zusammengefasst.

Die Normalkraft zwischen beiden in Kontakt stehenden Partnern ergibt sich als eine abhängige Größe der gegenseitigen Überlappung  $\delta_n$  zwischen zwei Kontaktpartnern  $a$  und  $b$  mit

$$F_n = \frac{4}{3}E^*\sqrt{R^*}\delta_n^{3/2}, \quad (4.12)$$

$\nu$  entspricht der Querkontraktionszahl,  $R^*$  dem Medianradius und  $E^*$  dem äquivalenten Elastizitätsmodul mit

$$\frac{1}{R^*} = \frac{1}{R_a} + \frac{1}{R_b} \quad (4.13)$$

und

$$\frac{1}{E^*} = \frac{1 - \nu_a^2}{E_a} + \frac{1 - \nu_b^2}{E_b}. \quad (4.14)$$

Die Normaldämpfungskraft zwischen beiden Kontaktpartnern folgt mit

$$F_{n,d} = -2\sqrt{\frac{5}{6}}\beta_s\sqrt{k_n m^* v_n^{rel}}. \quad (4.15)$$

$k_n$  und  $\beta_s$  beschreiben hierbei die normale Steifigkeit

$$\beta_s = \frac{\ln e_n}{\sqrt{\ln^2 e_n + \pi^2}} \quad (4.16)$$

$$k_n = 2E^*\sqrt{R^*\delta_n}. \quad (4.17)$$

$m^*$  die äquivalente Masse der Partikel und  $v_n^{rel}$  die normale Komponente der relativen Geschwindigkeit beider Kontaktpartner. Es ist

$$m^* = \left( \frac{1}{m_a} + \frac{1}{m_b} \right)^{-1} \quad (4.18)$$

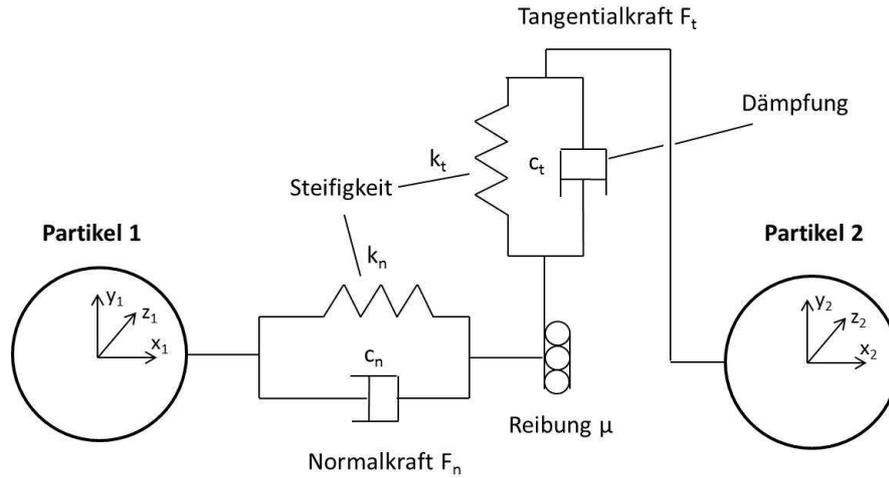
Die Tangentialkraft mit der no-slip Bedingung, welche Mikrorutschphänomene vernachlässigt, folgt mit einer linearen Beschreibung der tangentialen Überlappung  $\delta_t$

$$F_t = -k_t\delta_t \quad (4.19)$$

mit der entsprechenden tangentialen Steifigkeit

$$k_t = 8G^*\sqrt{R^*\delta_n}. \quad (4.20)$$

Hierbei ist  $G^*$  das äquivalente Schubmodul beider Kontaktpartner mit



**Abbildung 4.1:** Kontaktmodell für die Beschreibung von normaler und tangentialer Kontaktverschiebung anhand eines Feder-Dämpfer System

$$\frac{1}{G^*} = \frac{2 - \nu_a}{G_a} + \frac{2 - \nu_b}{G_b}. \quad (4.21)$$

Die Tangentialdämpfungskraft berechnet sich mit

$$F_{t,d} = -2\sqrt{\frac{5}{6}}\beta_s\sqrt{k_t m v_t^{rel}}. \quad (4.22)$$

Die Tangentialkraft ist begrenzt durch die Coulomb'sche Reibung in Abhängigkeit vom statischen Reibungskoeffizienten  $\mu$ . Des Weiteren wird die Rollreibung mit dem Rollreibungskoeffizienten  $\mu_r$  als wichtige Größe eingeführt. Die Rollreibung wird als Moment auf die in kontaktstehenden Oberflächen aufgetragen.

Die zweite, fluide Phase im Wirbelschichtsystem wird mit der gitterbasierten, finite Volumenelemente der Standard-CFD berechnet. Die Lösung erfolgt über die diskretisierte, volumenge-mittelte Navier-Stokes Gleichung für jedes finite Volumenelement des CFD-Gitters

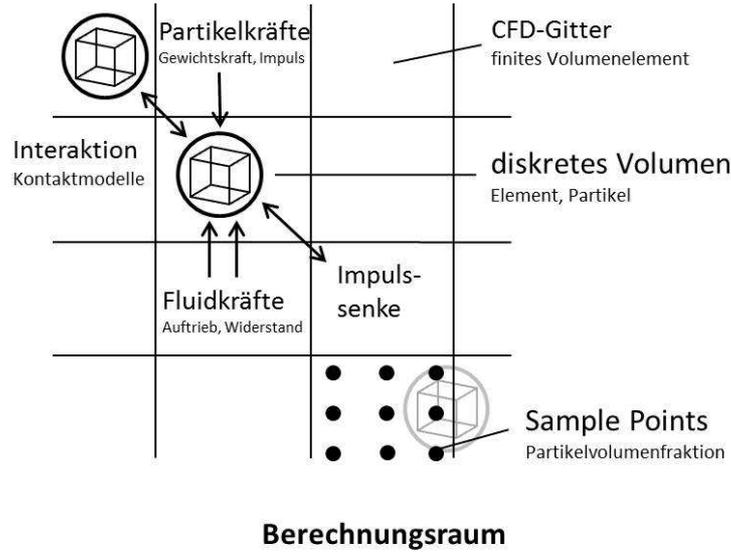
$$\frac{\partial}{\partial t} (\epsilon \rho_g) + \nabla (\epsilon \rho_g u) = 0. \quad (4.23)$$

Innerhalb des CFD-Gitters ist jede Variable separat definiert. Neben der Massenerhaltung der Fluidströmung muss ebenso die Impulserhaltung erfüllt werden

$$\frac{\partial}{\partial t} (\epsilon \rho_g u) + \nabla (\epsilon \rho_g uu) = -\epsilon \nabla p + \nabla \tau_g + \epsilon \rho_g g - S_p. \quad (4.24)$$

Die Turbulenz der Fluidströmung wird mit dem  $k$ - $\epsilon$ -Modell für kleine Reynolds-Zahlen, abgeleitet durch Jones u. Launder [73], beschrieben.

Beide berechneten Phasen, diskret und kontinuierlich, müssen in einer Kopplung zusammengeführt werden. In der Kopplung muss berücksichtigt werden, dass beide beteiligten Phasen sich gegenseitig beeinflussen. Dies begründet sich vor allem mit Partikelvolumenfraktionen bis  $\epsilon_p \approx 0,6$  innerhalb der Wirbelschichtströmung. Es muss ein vollständiger Massen- und Impuls-



**Abbildung 4.2:** Grundschemata der gekoppelten DEM-CFD Simulation

austausch stattfinden. Der Wärmeübergang mit einem Energieaustausch wird in der Kopplung nicht berücksichtigt. In der Kopplung wird in dem verwendeten CFD-Programm das Euler-Granular Modell in der iterativen Lösung der Druck-Geschwindigkeitskopplung nach dem Phasenkopplungsschema „Simple“ verwendet. Dieses Modell definiert eine Impulsenke  $S_p$  in einem Gitterelement der Fluidströmung, mit welcher der Impulseinfluss der diskreten Phase berücksichtigt wird. Im Gegenzug werden Informationen der Fluidströmung für die Berechnung von Widerstands- und Auftriebskräften bereitgestellt. Die Abbildung 4.2 zeigt eine vereinfachte Darstellung des Kopplungsmechanismus. Die Impulsenke  $S_p$  innerhalb eines Gitterelements resultiert aus der Summe aller Partikelkräfte bezogen auf das Zellvolumen [29]

$$S_p = \frac{1}{V_{cell}} \int_{V_{cell}} \sum_{i=0}^{N_p} \frac{V_i \beta_m}{\epsilon_p} (u - v_i) D(r - r_i) dV. \quad (4.25)$$

Eine wichtige Größe dabei ist der eingenommene Anteil der Partikel beziehungsweise die Partikelvolumenfraktion innerhalb einer Gitterzelle

$$\epsilon_p = \frac{\frac{N_c}{N_p} \sum_{i=1}^{N_p} V_i}{V_{cell}}. \quad (4.26)$$

Diese wird über eine diskrete Anzahl von Prüfstellen  $N_c$ , sogenannten „Sample Points“, ausgewertet.

Die instationäre Kopplung findet mit einem permanenten Wechsel zwischen beiden Berechnungsalgorithmen statt. Die berechnete Fluidströmung eines CFD-Zeitschritts wird an die DEM übertragen zur Berechnung der Partikelbewegungsänderung mit Berücksichtigung aktualisierter Fluidkräfte. Die neuen Partikelpositionen werden nach der zeitlichen Integration der DEM-Berechnung an das CFD Programm als lokale Impulsenken zurückgegeben. Wissenschaftliche Anwendungen dieser DEM-CFD Kopplung in der Wirbelschichttechnik beschäftigten sich mit dem Zirkulationsverhalten in Strahlschichten [112, 159], mit Partikelmischeffekten [38, 39], sowie

#### 4 DEM-CFD Simulationen zur Untersuchung der Wirbelschichtdynamik

mit dem systematischen Vergleich verschiedener Wirbelschichttechnologien für die Granulation [49, 50, 51]. Die Tabelle 4.1 zeigt zusammenfassend die gewählten Einstellungen und Partikeleigenschaften in den Simulationen.

Parameter	Wert/ Einstellung	Einheit
CFD Zeitschritt $t_{cfd}$	$2 \cdot 10^{-4}$	[s]
DEM Zeitschritt $t_{dem}$	$1 \cdot 10^{-6}$	[s]
Rayleigh Zeitschritt $t_r$	$6,85 \cdot 10^{-6}$	[s]
Sample Points $N_c$	20	[–]
Gittergröße für Nachbarschaftsanalyse	$d_p$	[mm]
Geometrie flach	$500 \times 300 \times 20$	[mm <sup>3</sup> ]
Gitteranzahl flach	6.370	[–]
Geometrie zylindrisch	h = 500, d=300	[mm <sup>3</sup> ]
Gitteranzahl zylindrisch	27.850	[–]
Zeit	Instationäre Lösung	
Energiegleichung	Unberücksichtigt, inkompressibles Gas	
Kopplungsmodell	Euler-Modell, Euler-Granular	
Druck-Geschwindigkeitskopplung	Phase-Coupled Simple	
Solver	Pressure-based, inkompressibles Gas	
Turbulenzmodell	k- $\epsilon$ Realizable	
Widerstandsmodell	Di Felice	
Auftriebsmodell	-	
Partikeldurchmesser $d_p$	0,0018	[m]
Partikeldichte $\rho_p$	1040	[kgm <sup>-3</sup> ]
Schubmodul $G$	$5,8 \cdot 10^8$	[Nm <sup>-2</sup> ]
Querkontraktionszahl $\nu$	0,25	[–]
Restitutionskoeff. Partikel-Partikel $e_n$	0,735	[–]
Restitutionskoeff. Partikel-Wand $e_n^w$	0,735	[–]
Reibungsbeiwert Partikel-Partikel $\mu$	0,3	[–]
Reibungsbeiwert Partikel-Wand $\mu^w$	0,3	[–]
Rollreibungkoeff. Partikel-Partikel $\mu_r$	0,01	[–]
Rollreibungkoeff. Partikel-Wand $\mu_r^w$	0,01	[–]

**Tabelle 4.1:** Einstellungen und gewählte Modelle in den DEM-CFD Simulationen, Partikeleigenschaften von  $\gamma$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> nach [6]

## 4.2 Beurteilung der DEM-CFD Simulationen und Vergleich zu Messungen

In der Anwendung der DEM-CFD muss sichergestellt sein, dass die verwendeten Modelle das Wirbelschichtverhalten adäquat wiedergeben können. Die Validierung angewandter Modelle erfolgt mit dem Vergleich zu den bildbasierten Messungen der PIV und DIA. Hierzu wird die flache Wirbelschicht mit gleichen Dimensionen des Versuchstandes nachgerechnet. Die Größe der flachen Wirbelschicht und des Partikelmaterials ermöglicht es, das Versuchssystem 1:1 in hinnehmbaren Rechenzeiten zu simulieren. In den Simulationen wurde das Partikelsystem  $\gamma$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> mit einer Gesamtanzahl von 165.000 Partikeln berechnet.

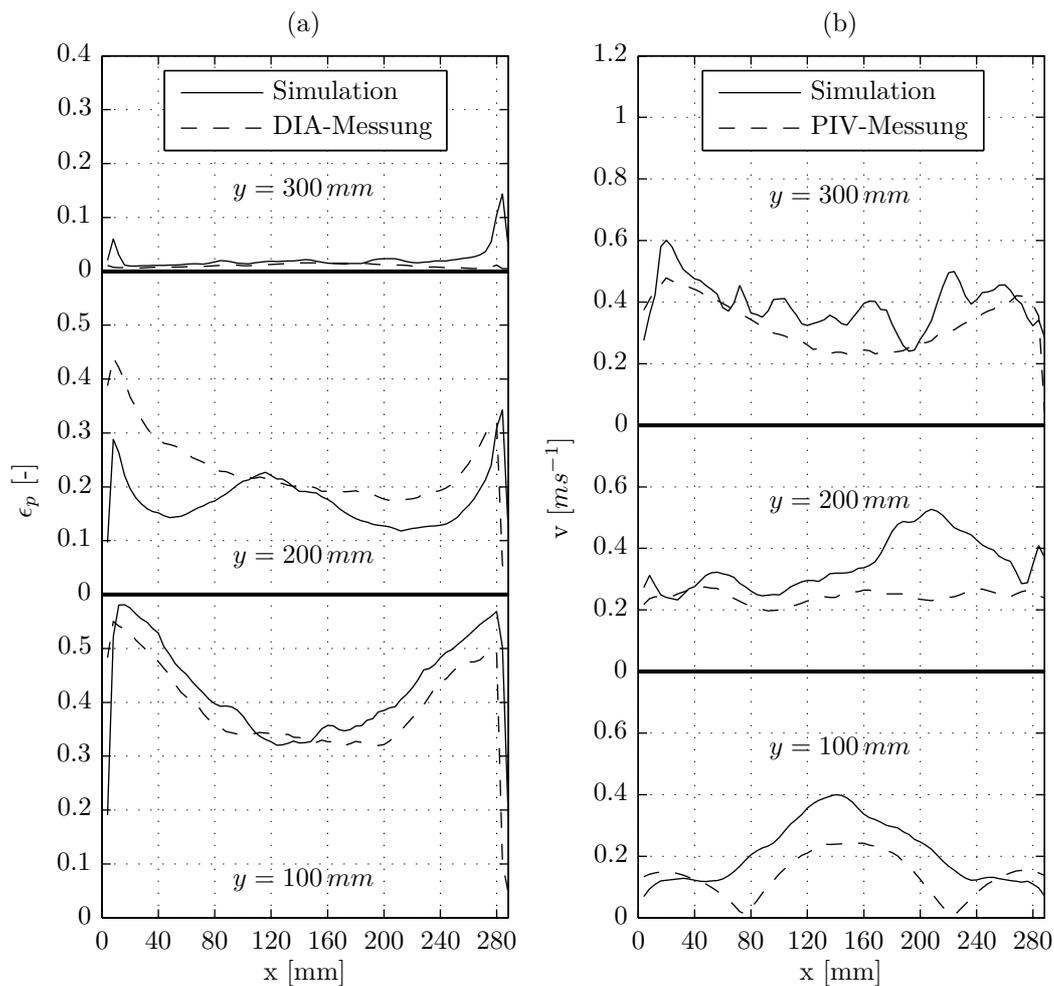
In den DEM-CFD Simulationen wurde eine Realzeit von 5 Sekunden nachgebildet. Hinzu kommt eine Einlaufzeit von 1,5 Sekunden. In der Einlaufzeit wurden die Partikel gleichmäßig innerhalb der Geometrie verteilt und die Gasgeschwindigkeit wurde mit einer linearen Rampe sukzessive gesteigert. Erst nach dem Erreichen einer stationären Fluidisation wurden die Ergebnisse aus den Simulationen extrahiert. Die Materialeigenschaften des Partikelsystems, sowie die gewählten Einstellungen und Modelle in den Simulationen zeigt die Tabelle 4.1.

Zum Vergleich der Simulationen werden die Messgrößen Partikelgeschwindigkeit und Partikelvolumenfraktion herangezogen. Als Referenz dient der Fluidisationszustand bei  $u = 2 \cdot u_{mf}$  für den Vergleich zwischen Messungen und DEM-CFD Simulationen. Zur Auswertung der Simulationsrechnungen und für einen direkten Vergleich werden die Simulationsergebnisse in einem Gitter der Gitterelementgröße  $4 \times 4 \text{ mm}^2$  mit identischer Struktur, wie in der PIV und DIA Analyse, ausgegeben. Die Abbildung 4.3 (a) zeigt hierzu die Partikelvolumenfraktion aus der DIA-Messung verglichen mit den Gitterwerten der DEM-CFD Simulation als Profil in den Schichthöhen  $y = 100, 200$  und  $300 \text{ mm}$ . In den verschiedenen Schichthöhen lässt sich eine hinreichend gute Übereinstimmung im Verlauf und im Betrag feststellen. Der Randbereich mit höheren Partikelvolumenfraktionen sowie der betragsmäßig erniedrigte, blasengeprägte mittlere Schichtbereich besitzen Konformität. Die ortsaufgelöste Partikelverteilung innerhalb der bewegten Partikelschicht kann in den Simulationen gleichermaßen zu den Experimenten wiedergegeben werden. Das übereinstimmende Verhalten kann darüber hinaus mit der Konturdarstellung der Partikelvolumenfraktion, dargestellt in Abbildung B.1 im Anhang, bestätigt werden. Dennoch sei innerhalb des Vergleiches darauf hingewiesen, dass die DIA-Messungen hinsichtlich gewisser Messbereiche Einschränkungen aufweisen, ausführlich dargelegt im Abschnitt 3.2.

Die Gegenüberstellung der Partikelgeschwindigkeiten als zweidimensionaler Vektorbetrag mit

$$v = \sqrt{v_x^2 + v_y^2} \quad (4.27)$$

zeigt die Abbildung 4.3 (b). Die Abbildung verdeutlicht, dass Partikelgeschwindigkeiten in der Simulation betragsmäßig größer sind als in den PIV-Messungen. Diese Abweichung bestätigt sich ebenfalls für die gemittelten Geschwindigkeitsbeträge innerhalb der Zeitschritte beziehungsweise der Messung je 0,001 Sekunde für die Gesamtzeit von 5 Sekunden, dargestellt in Abbildung B.2 im Anhang. Die Diskrepanz der Geschwindigkeitswerte hat verschiedene Ursachen. Modellseitig kann in den DEM-CFD Simulationen die Widerstandskraft nach dem Modell von Di Felice überschätzt worden sein. Im Vergleich zu anderen Alternativmodellen, zum Beispiel die Modellkombination von Ergun [44] und Wen u. Yu [145] mit stark unterschätzten Widerstandskräften, zeigte das Di Felice Modell die beste Übereinstimmung mit den durchgeführten Messungen. Weitere Ursache ist die Art der PIV-Messung. In der PIV-Messung werden maßgeblich die wandnahen Partikel aufgezeichnet und vermessen. Diese unterliegen bei Wandkontakt einem Reibungseinfluss und weisen aufgrund des Energieverlustes eine niedrigere Partikelgeschwindigkeit



**Abbildung 4.3:** (a) Profil der Partikelvolumenfraktion der DEM-CFD Simulationen und der bildbasierten DIA Messung (b) Profil des Partikelgeschwindigkeitsbetrages der DEM-CFD Simulation verglichen mit der PIV Messung; Fluidisationsgeschwindigkeit beträgt  $u = 2 \cdot u_{mf}$

keit als vergleichsweise Partikel ohne Wandkontakt auf. In den DEM-CFD Simulationen hingegen werden alle Partikel für die Geschwindigkeitsauswertung herangezogen. Dazu gehören auch Partikel, die sich in der Anlagenmitte bewegen und keinen Wandreibungsverlust aufweisen. Demnach müssen auswertungsbedingt die Partikelgeschwindigkeiten in den DEM-CFD Simulationen größer sein als in den PIV-Messungen. Abgesehen von der betragsmäßigen Geschwindigkeitsabweichung kann der Verlauf der Partikelgeschwindigkeiten hinreichend gut wiedergegeben werden.

Besonders in den Geschwindigkeitsauswertungen der DEM-CFD Simulationen in höheren Schichtbereichen (bei  $y = 200$  und  $300 \text{ mm}$ ) fällt ein asymmetrisches und schwankendes Geschwindigkeitsprofil auf. Der Grund ist eine nicht ausreichende Simulationszeit, um einen vollständigen, mittleren Strömungszustand der Schicht wiederzugeben. Prinzipiell wird eine längere Simulationszeit benötigt, um verlässliche, reproduzierbare Geschwindigkeitsprofile zu erhalten. Der hohe Rechenbedarf von 170 h, um eine Sekunde Simulationszeit zu erreichen, schränkt jedoch die Rechnung längerer Prozesszeiten massiv ein.

### 4.3 Skalierungsansatz mittels der Ähnlichkeitstheorie

In den Simulationen der flachen Wirbelschicht wurde ein strukturiertes, hexagonales Gitter verwendet. Solche Gitter besitzen exzellente numerische Eigenschaften mit niedriger numerischer Diffusion. Die notwendige Bedingung aus der DEM für die Gitterelementgröße ist, dass die Kantenlänge ungefähr dem Partikeldurchmesser entsprechen sollte. Idealerweise ist das Gitterelement größer als ein Partikel. Die Bedingung ist gefordert, um eine präzise Bestimmung der Partikelvolumenfraktion entsprechend der Gleichung (4.26) innerhalb einer Gitterzelle zu erreichen. Weiterhin gewährleistet die Bedingung Stabilität und angemessene Geschwindigkeit der Simulation [26]. Für die flache Geometrie  $500 \times 300 \times 20 \text{ mm}^3$  wurden 6.370 Gitterzellen verwendet.

Problematisch ist die Vernetzung der Geometrie für die Simulation einer zylindrischen Wirbelschicht unter Berücksichtigung der oben genannten notwendigen Bedingung. Zusätzlich wird später in der zylindrischen Wirbelschicht eine Top-Spray Düse mit einer Fluidströmung, die steile Druck- und Geschwindigkeitsgradienten aufweist, realisiert. Um die Gradienten akkurat aufzulösen, ist ein entsprechend feines Gitter eine Voraussetzung. Hinzu kommt, dass strukturierte, hexagonale Gitter nicht für komplexe zylindrische Geometrien mit variierenden internen Durchmessern geeignet sind. Zur Anwendung kommt ein tetragonales Gitter. Dieser Gittertyp weist eine höhere Gitterelementanzahl als vergleichbare hexagonale Gitter auf. Qualitätsmerkmale, wie Schiefheit oder Seitenverhältnis, sind in der Regel deutlich schlechter konstituiert. Großer Vorteil der tetragonalen Gitter ist die Anpassung an gekrümmte Geometrieoberflächen. Um der notwendigen Bedingung der ungefähren Gitterelementgröße nachzukommen, wurde die Geometrie der zylindrischen Wirbelschicht im ersten Schritt mit einem tetragonalen Gitter vernetzt. In einem zweiten Schritt wurde dieses Gitter in ein polyhedrales Netz überführt. Polyhedrale Netze basieren auf den Grundlinien der tetragonalen/ hybriden Netze. Entscheidende Vorteile polyhedraler Netze sind, neben der reduzierten Elementanzahl und verbesserten Qualitätsmerkmalen, eine schnelle Konvergenz in der zeitlichen Iteration mit gleichzeitig hoher Genauigkeit in der Berechnung [137]. In der Umgebung des Düsenauslasses wird aufgrund steiler Gradienten ein sehr feines Gitter durchgesetzt. Um Fehlerquellen der Volumenfraktionsberechnung in dem feinvernetzten Bereich zu verhindern, werden Partikel aus diesem Bereich bis 10 mm unterhalb des Auslasses ausgeschlossen. Insgesamt besitzt das Netz 27.850 Gitterelemente. Eine vollständig netzunabhängige Lösung kann aufgrund der notwendigen Bedingung nicht erreicht werden. Die Abbildung B.3 im Anhang verdeutlicht dies bei unterschiedlichen Gitteranzahlen in einem horizontalen Querschnitt mit der Darstellung des Geschwindigkeitsbetrages der Fluidkomponente. Eine Gegenüberstellung beider verwendeten Gitter für die flache und für die zylindrische Wirbelschicht zeigt die Abbildung B.5 im Anhang.

Neben der Gitterauflösung ist das verwendete Modell der inkompressiblen Strömung, insbesondere aufgrund hoher Geschwindigkeitsgradienten in der Fluidströmung aus der Düse, zu hinterfragen. Abbildung B.4 im Anhang verdeutlicht, dass im Vergleich zum kompressiblen Modell "Ideales Gas" kein signifikanter Unterschied besteht. Um den Berechnungsaufwand der zusätzlichen Energiegleichung in dem Kontinuumsmodell zu sparen, wird die Gasströmung als inkompressibel behandelt.

### 4.3 Skalierungsansatz mittels der Ähnlichkeitstheorie

Reale Wirbelschichtsysteme sind Partikelkollektive, welche in der Regel aus mehreren Millionen bis Milliarden Einzelpartikeln bestehen. Diese Größe von Systemen lässt sich mit aktuellen DEM Berechnungsprogrammen nicht 1:1 nachbilden. Für Wirbelschichten beziehungsweise Mehrphasenströmungen kommt neben der Partikelberechnung die instationäre Berechnung der Fluidphase hinzu, wodurch sich die Rechenzeit zusätzlich verlängert. Um das Problem der Berechenbar-

keit für verfahrenstechnische Prozesse zu lösen, gibt es die Möglichkeit, das Gesamtsystem zu skalieren. Eine Variante in der Systemskalierung ist die Verkleinerung des Anlagensystems beziehungsweise die Reduktion auf zwei Raumdimensionen. Es werden nur Teilausschnitte berechnet oder die Längenmaße des Systems werden verkleinert [26, 67, 143]. Eine zweite, hier weiter verfolgte Variante ist die Skalierung des Partikelsystems bei gleichbleibender Anlagengröße. In der Skalierung werden die Partikeleigenschaften im System verändert, um eine Reduktion der Gesamtpartikelanzahl zu erreichen. Weniger Partikel im System bedeuten eine deutliche Verringerung der Rechenzeit. Die Änderung der Partikelanzahl erfolgt über die Ähnlichkeitsgesetze der Strömungsmechanik [134]. Bei der Ähnlichkeitstheorie werden verschiedene dimensionslose Kennzahlen, welche für eine Mehrphasenströmung charakteristisch sind, konstant gehalten. Einen solchen Ansatz verwendeten erstmals Link u. a. [92], um DEM-Simulationen mit skalenabweichenden Experimenten zu vergleichen.

In einer Systemskalierung, in der die Bewegungseigenschaften der Partikel in der Fluidströmung unverändert bleiben sollen, sind drei wesentliche Kennzahlen zur Beschreibung notwendig. Für die Definition des Auftriebsverhaltens eines Feststoffes in einer Fluidströmung wird die Archimedes-Zahl verwendet. Diese beschreibt das Verhältnis der Auftriebskraft zur Reibungskraft und ist wie folgt definiert

$$Ar = \frac{gd_p^3(\rho_p - \rho_g)}{\nu_g^2 \rho_g}. \quad (4.28)$$

Die dimensionslose Kennzahl zur Erfassung des Strömungsverhaltens eines Partikels in einer Fluidströmung ist die Reynolds-Zahl. Diese Zahl, benannt nach dem Physiker Osborne Reynolds, ist das Verhältnis zwischen der Trägheits- und der Zähigkeitskraft

$$Re = \frac{d_p u}{\nu_g}. \quad (4.29)$$

Um die Reibungskraft des Fluids zur Widerstandskraft zu berücksichtigen, wird als dritte wichtige Kennzahl die Stokes-Zahl eingeführt

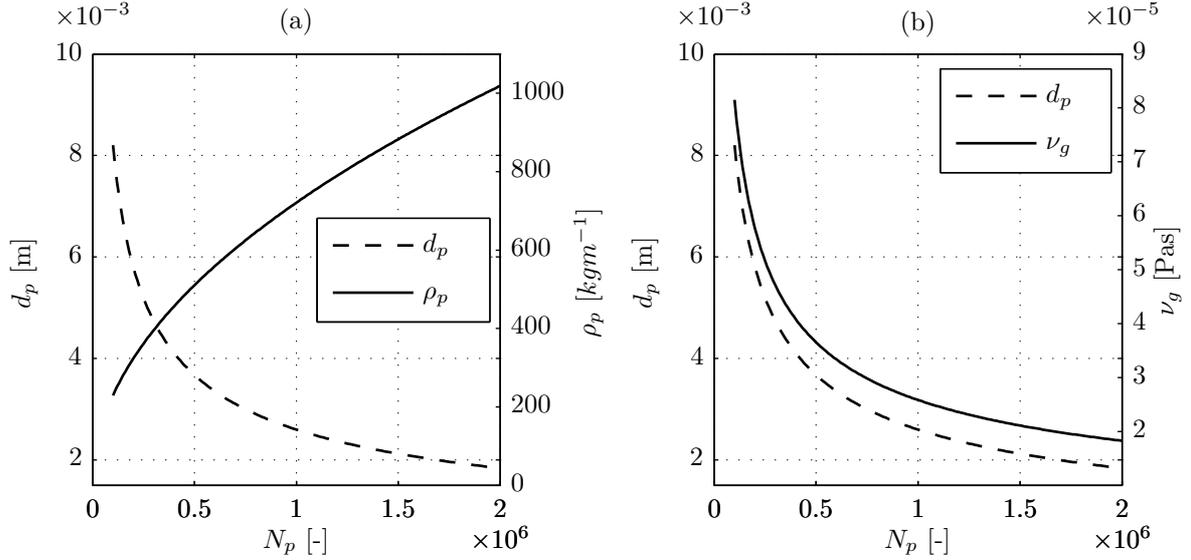
$$St = \frac{F_d}{\nu_g \rho_g d_p u}. \quad (4.30)$$

Grundlage des Skalierungsansatzes ist das Konstanthalten der dimensionslosen Kennzahlen bei reduzierter Partikelanzahl. Um dieses zu erreichen, müssen die Stoffwerte des Fluids und der Partikel angepasst werden. Für die einzelnen Stoffwerte resultieren physikalisch "falsche" Beträge, die aber im Zusammenhang mit den dimensionslosen Kennzahlen ein äquivalentes Strömungsverhalten garantieren. Die angepassten Stoffwerte sind die Partikeldichte  $\rho_p$ , die Gasviskosität  $\nu_g$  und der Partikeldurchmesser  $d_p$ . Unter der Vorgabe einer definierten Reduktion der Partikelanzahl vom Originalsystem mit der Partikelanzahl  $N_p$  auf die Partikelanzahl  $N_{p,2}$ , definiert über den Skalierungsfaktor

$$k_s = \frac{N_{p,2}}{N_p}, \quad (4.31)$$

ergeben sich neue Systemeigenschaften. Über die Massenerhaltung im System leitet sich demzufolge der Partikeldurchmesser mit

### 4.3 Skalierungsansatz mittels der Ähnlichkeitstheorie



**Abbildung 4.4:** Veränderung physikalischer Stoffwerte des Fluids und der Feststoffpartikel bei Veränderung der Partikelanzahl anhand der strömungsmechanischen Ähnlichkeitsgesetze für (a) Partikeldurchmesser und Partikeldichte und (b) Partikeldurchmesser und Gasviskosität

$$d_{p,2} = \sqrt[3]{\frac{6m_{bed}}{\pi\rho_{p,2}N_{p,2}}} \quad (4.32)$$

und

$$m_{bed} = N_p \rho_p \frac{\pi}{6} d_p^3 \quad (4.33)$$

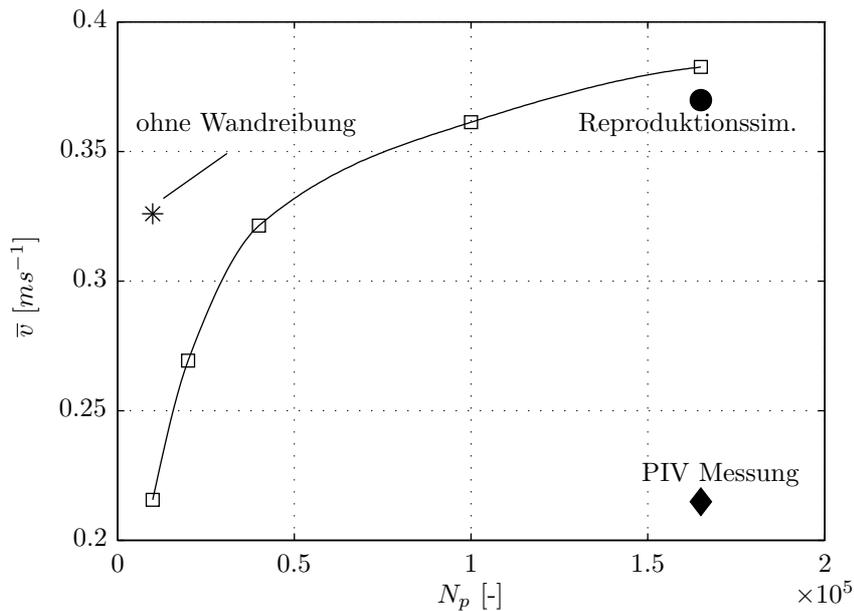
ab. Die Partikeldichte ergibt sich aus der Konstanz der Archimedes-Zahl mit

$$\rho_{p,2} = \frac{d_p}{d_{p,2}} (\rho_p - \rho_g) + \rho_g. \quad (4.34)$$

Die Gleichungen (4.32) und (4.34) sind voneinander abhängig.  $d_{p,2}$  und  $\rho_{p,2}$  folgen aus der Lösung des nichtlinearen Gleichungssystems. Die Gasviskosität berechnet sich über die Konstanz der Reynolds-Zahl

$$\nu_{g,2} = \frac{d_{p,2}}{d_p} \nu_g. \quad (4.35)$$

Die Gasgeschwindigkeit  $u$  kürzt sich aus den Gleichungen, da diese über die Skalierung hinweg konstant bleibt. Anschließend wird anhand der Konstanz der Stokes-Zahl die Gültigkeit der durchgeführten Skalierung überprüft. Die Änderungen der Stoffwerte in Abhängigkeit einer reduzierten Partikelanzahl ist in Abbildung 4.4 dargestellt. Eine Verifizierung der Vorgehensweise in der Skalierung ist zwingend notwendig, um zu zeigen, dass die gewählten dimensionslosen Kennzahlen das unveränderte Bewegungsverhalten der Partikel gewährleisten. Für die Überprüfung wurde der Versuchsaufbau der flachen Wirbelschicht nachgerechnet. Der entscheidende Grund für die Wahl der flachen Wirbelschicht ist die Möglichkeit der 1:1 Simulation. Des Weiteren gibt es eine exzellente Vergleichsmöglichkeit der Messergebnisse mit den Simulationsergebnis-



**Abbildung 4.5:** Gemittelte Partikelgeschwindigkeit für eine skalierte Gesamtpartikelanzahl mit und ohne Berücksichtigung der Partikelwandreibung verglichen zur PIV Messung

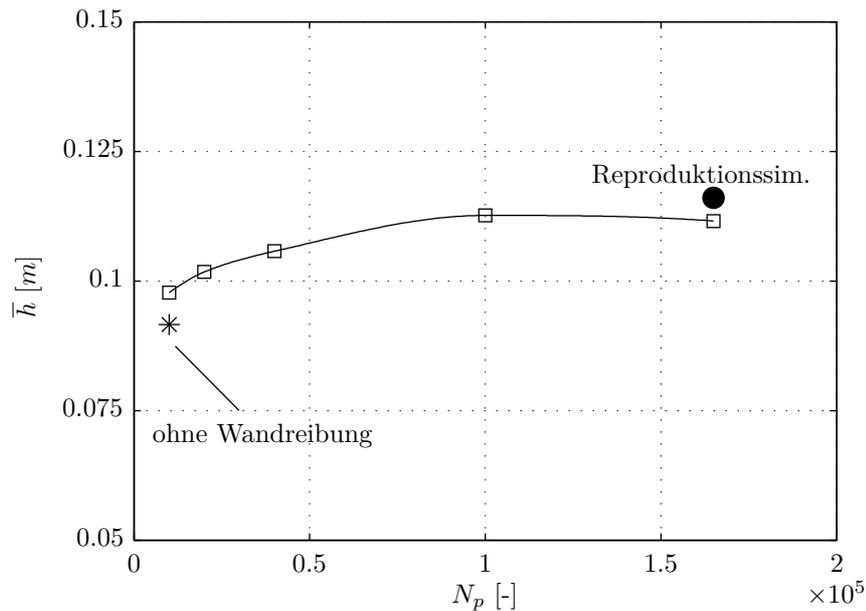
sen. Innerhalb der durchgeführten Experimente waren rund 165.000  $\gamma$ - $\text{Al}_2\text{O}_3$ -Einzelpartikel in der Wirbelschicht. Diese Partikelanzahl kann mit realen Stoffdaten, siehe in der Tabellen 4.1 und im Anhang die Tabelle E.1, simuliert werden. In mehreren Schritten wurde anschließend die Partikelanzahl in den Simulationen auf bis zu 6 % der ursprünglichen Partikelanzahl mit 10.000 Partikeln reduziert.

Die Abbildung 4.5 zeigt, wie sich die mittlere Partikelgeschwindigkeit mit reduzierter Partikelanzahl verlangsamt. Es kann eine Verringerung der Partikelgeschwindigkeit um fast 30 % festgestellt werden. Mit verringerter Partikelanzahl und damit vergrößertem Partikeldurchmesser erhöht sich jedoch die Kontaktfläche bei einem Kontaktereignis zwischen einem Partikel und der Wand bei gleicher Überlappung  $\delta_n$ . Insbesondere in der flachen Wirbelschicht, wie schon in Kapitel 3 gezeigt, ist die Wandreibung ein entscheidender Einflussfaktor. Werden die Reibungskoeffizienten  $\mu^w$  und  $\mu_r^w$  zwischen Partikeln und der Wand auf null gesetzt, zeigt sich der Einfluss der Reibungskomponente. Mit der vernachlässigten Wandreibung ergibt sich nur noch eine Abnahme der Partikelgeschwindigkeit von 15 % im Vergleich zum Ausgangssystem.

Neben der Partikelgeschwindigkeit als kinematische Eigenschaft ist die potentielle Energie der Partikel eine ebenso wichtige Größe für eine Systemvalidierung. Da bei verringerter Partikelanzahl der Partikeldurchmesser, sowie die Partikelmasse zunehmen, verdeutlicht in der Abbildung B.7 im Anhang, wird die potentielle Energie der gesamten Partikelschüttung über die mittlere Schichthöhe  $\bar{h}_{bed}$  ausgedrückt

$$\bar{h}_{bed} = \frac{E_{pot}}{m_{bed}g}. \quad (4.36)$$

Die potentielle Energie, bezogen auf die Referenzhöhe  $y = 0$  am Verteilerboden, ist für jedes Partikel bekannt. Die Abbildung 4.6 zeigt den Verlauf der mittleren Schichthöhe in Abhängigkeit der Partikelanzahl. Es kann für die reduzierte Partikelanzahl eine Schichthöhenabnahme von 15



**Abbildung 4.6:** Mittlere Schichthöhe als Maß der potentiellen Energie der Partikel im System für eine skalierte Gesamtpartikelanzahl

% festgestellt werden. Für die Simulation mit eliminerter Wandreibung ist der Unterschied zur Simulation mit Wandreibung nicht so deutlich ausgeprägt, wie es bei der mittleren Partikelgeschwindigkeit zu sehen ist.

Die mittlere Schichthöhe gibt jedoch keine Information zur örtlichen Verteilung der Partikel innerhalb der Schicht. Hierzu wurde die Partikelvolumenfraktion ausgewertet, dargestellt für verschiedene Skalierungsschritte in Abbildung B.8 im Anhang. Aus den Abbildungen geht hervor, dass mit reduzierter Partikelanzahl die örtliche Auflösung verloren geht. Mit größer werdenden Partikeln gibt es eingeschränkte Bewegungsräume. Die Bildung von Gasblasen wird stark beeinflusst. Die Partikelverteilungen zeigen, dass dicht- oder dünnbesetzte Bereiche weniger deutlich abgegrenzt werden können. Im unteren Teil der Schicht steigen die Partikelvolumenfraktionen an, wobei die Schichthöhe und damit Partikel im oberen Bereich der Anlage abnehmen. Diese Entwicklung des Systemverhaltens wird durch die flache Bauform der Anlage verstärkt. Das Verhältnis Anlagentiefe zu Partikelgröße ist deutlich beeinflusst und beträgt bei 10.000 Partikeln nur noch 4,3. Die Strömung ist damit fast zweidimensional. In diesem Zusammenhang lassen sich höhere Partikelvolumenfraktionen im unteren Teil der Anlage und eine damit verbundene erniedrigte Schichthöhe beobachten. Den Einfluss der Wand auf die Partikelströmung lässt sich durch die Veränderung der Anlagengrundform bei identischer Anströmfläche zeigen. Die Abbildung B.9 im Anhang zeigt bei der skalierten Anzahl von 40.000 Partikeln den Vergleich bei drei unterschiedlichen Anlagengrundformen. Wird ausgehend von der flachen Versuchswirbelschicht die Tiefe der Anlage von 20 auf 40 mm vergrößert, so steigt die mittlere Partikelgeschwindigkeit von 0,32 auf 0,41 m/s. Wird ein zylindrisches Äquivalent mit  $d_a = 87$  mm gewählt, so ist die Bewegungsfreiheit der Partikel durch die Wand deutlich mehr eingeschränkt und die mittlere Partikelgeschwindigkeit sinkt auf 0,15 m/s. Daraus geht hervor, dass die Bauform einen entscheidenden Einfluss auf die Ergebnisse der Partikelskalierung aufweist. Ein Wandeinfluss lässt sich bei diesen Apparatedimensionen schwer ausschließen. Damit zeigt sich, dass die flache Wirbelschicht gewisse Einschränkungen für eine präzise Validierung des Skalierungsansatzes aufweist. Der entscheidende Nutzen und Grund für die Wahl dieser Anlagenbauform liegt in der direkten Vergleichsmöglichkeit zu PIV-Messungen.

Simulation	Partikelanzahl	Rechenzeit in [h/s]
2	165.000	170
3	100.000	106
4	40.000	45
5	20.000	36
6	10.000	28
7	10.000 o. Wandreibung	15

**Tabelle 4.2:** Benötigte Rechenzeiten für die skalierten DEM-CFD Simulationen in der flachen Wirbelschicht; Rechenzeiten beziehen sich auf Stunden Rechenzeit je Sekunde Simulationszeit durchgeführt als nicht parallelisierte Berechnung auf einem Single-Core-CPU mit 2,4 GHz und 12 GB RAM

Entscheidend in der Systemskalierung ist das Erreichen einer Beschleunigung in der Berechnungszeit. Wird die gekoppelte Simulation DEM-seitig um den linearen Skalierungsfaktor  $k_s = 0,05$  reduziert, beschleunigt sich die Rechenzeit um den Faktor 6. Die Tabelle 4.2 zeigt die benötigten Rechenzeiten für die skalierten Simulationen. Die Verkürzung der Rechenzeit ermöglicht die Berechnung größerer Systeme und erweitert die Einsetzbarkeit der rechenaufwändigen DEM-CFD Simulation. Insbesondere in Systemen mit hohen Anzahlen von gleichzeitigen Partikelkontakten steigt die Rechenzeit stark an. Dies trifft für große Partikelanzahlen oder dicht gepackte Partikelkollektive zu.

Als Fazit können diese Simulationen für diverse Untersuchungen bestimmter Systemeigenschaften wie Partikelverteilung, Aufenthalt oder Zirkulationsverhalten verwendet werden. Für Kollisionen, Kräfteberechnungen oder Kontaktzeiten sind allerdings gewisse Änderungen vorhanden. Diese Eigenschaften sind direkt mit der Partikelgröße beziehungsweise mit der Partikelmasse verbunden. Da sich Größe und Masse der Partikel in der Skalierung ändern, müssen diese Systemeigenschaften auf das Originalsystem zurückgerechnet werden. Eine Rückrechnung kann nicht linear über den Skalierungsfaktor erfolgen und bedarf je nach Systemeigenschaft einer gesonderten Betrachtung.

Ziel in der Anwendung des Skalierungsansatzes ist die Simulation der zylindrischen Wirbelschicht mit Top-Spray Düse. Ausgehend von einer Festbetthöhe von 150 mm ergibt sich eine Partikelanzahl von 2.1 Mio. im Originalsystem. Diese Partikelanzahl ist mit überschaubarer Rechenzeit nicht simulierbar. Demzufolge wurde das System mit Faktor  $k_s = 0,048$  auf 100.000 Partikel herunterskaliert. Die Parameter der Skalierung sind in Tabelle 4.3 dargestellt. Da die flache Wirbelschichtbauform in den Validierungssimulationen einen Einfluss auf die Partikelbewegungen besitzt, kann davon ausgegangen werden, dass die apparativen Einflüsse auf die Partikelströmung in der zylindrischen Anlage niedriger sind. Dies bekräftigt die Einsatzfähigkeit des Skalierungsansatzes. Das somit skalierte zylindrische Wirbelschichtsystem bildet den Ausgangspunkt für weitere Simulationsuntersuchungen. Die Tabelle D.2 im Anhang zeigt eine Übersicht zu den in dieser Arbeit durchgeführten Simulationen.

#### 4.4 Einbindung diskreter Tropfen in die DEM-CFD Simulation

Ein weiter verfolgtes Ziel in der Systemskalierung ist, neben der Reduktion der Partikelanzahl und der damit verbundenen Verkürzung der Rechenzeiten, die Einbindung sehr kleiner diskreter Elemente zu ermöglichen. Das kann zum Beispiel eine dritte Phase diskret beschriebener Flüssigkeitstropfen sein, die in der Granulation innerhalb des Wirbelschichtprozesses verdüst

Parameter	Realsystem	skalierte Simulation	Einheit
Partikelanzahl $N_p$	2.084.000	100.000	[–]
Skalierungsfaktor $k_s$	1	0,048	[–]
Partikeldurchmesser $d_p$	0,0018	0,00648	[m]
Partikeldichte $\rho_p$	1040	289	[kgm <sup>-3</sup> ]
Gasviskosität $\nu_g$	$1,79 \cdot 10^{-5}$	$4,9247 \cdot 10^{-5}$	[m <sup>2</sup> s <sup>-1</sup> ]

**Tabelle 4.3:** Skalierte Systemparameter in der DEM-CFD Simulation der zylindrischen Wirbelschicht unter Anwendung des Skalierungsansatzes

werden. Detailinformationen über die Tropfen in der Wirbelschicht können hilfreich sein, um den Verdünnungs- und Beschichtungsprozess in der Granulation besser beschreiben zu können. Wesentliche Eigenschaften dieser Tropfen sind die räumliche Existenz in der fluidisierten Partikelschicht, die Existenzzeit vom Verlassen der Düse bis zur Kollision mit Partikeln, sowie das Trocknungsverhalten im Fluidstrom verknüpft mit einer Deaktivierung bei Tropfentrocknung oder beim Erreichen des Löslichkeitslimits des Bindersystems [33]. Sehr kleine Partikel verursachen zwei entscheidende Besonderheiten in der Simulationsrechnung. Partikel können per Definition innerhalb der Programmumgebung nicht kleiner als  $1 \cdot 10^{-6}$  m im Durchmesser sein. Tropfen, welche mit einer Zweistoffdüse verdüst werden, besitzen bei höheren Düsendrücken ein Tropfengrößenspektrum von 25 bis 50  $\mu\text{m}$  und sind somit nahe der Definitionsgrenze. Ein zweiter Einfluss, verbunden mit der Partikelgröße, ist die Rechenzeit. Je mehr die Partikelgröße gegen die Definitionsgrenze tendiert, desto kleiner wird der Rayleigh Zeitschritt zur präzisen Kollisionsauflösung interagierender Partikel im Soft-Sphere Ansatz, siehe Gleichung (4.11). In diesem Zusammenhang kann die Rechenzeit, teilweise sehr stark, ansteigen.

Skaliert man das Partikelsystem mittels der zuvor beschriebenen Ähnlichkeitsgesetze, so hat dies Einfluss auf das Tropfensystem, welches ebenfalls skaliert wird. Die Verknüpfung zwischen Partikel- und Tropfensystem erfolgt anhand der Gasviskosität  $\nu_g$  aus der Skalierung der Partikel. Die angepasste Gasviskosität  $\nu_{g,2}$  ist bekannt und festgelegt. Setzt man für diese Bedingung die Konstanz der Reynolds-Zahl für das Tropfensystem an, so resultiert der Tropfendurchmesser mit

$$d_{t,2} = d_{t,1} \frac{\nu_{g,2}}{\nu_{g,1}}. \quad (4.37)$$

Die Gasgeschwindigkeit ist konstant und kürzt sich aus der Gleichung. Aus den zwei bekannten, skalierten Größen lässt sich nun über die Konstanz der Archimedes-Zahl die angepasste Tropfendichte mit

$$\rho_{t,2} = Ar_1 \frac{\nu_{g,2}^2 \rho_g}{d_{t,2}^3} + \rho_g \quad (4.38)$$

und

$$Ar_1 = \frac{d_{t,1}^3 g (\rho_{t,1} - \rho_g)}{\nu_{g,1}^2 \rho_g} \quad (4.39)$$

bestimmen. Tropfen besitzen im Vergleich zu den anderen, fluidisierten Partikeln besondere Eigenschaften. Zu diesen Eigenschaften gehört die Benetzungsfähigkeit von Oberflächen. Dieses tritt ein, wenn Tropfen mit Partikeln oder der Apparatewand zusammenstoßen. Um dieses Ver-

Parameter	Realsystem	skalierte Simulation	Einheit
Tropfenerzeugungsrate $M_t$	$2,37 \cdot 10^6$	$1 \cdot 10^6$	[1/s]
Tropfendurchmesser $d_t$	$3,75 \cdot 10^{-5}$	$10 \cdot 10^{-5}$	[m]
Tropfendichte $\rho_t$	1000	364	[kgm <sup>-3</sup> ]
Flüssigkeitsmassenstrom $M_{fl}$	0,236	0,236	[l/h]

**Tabelle 4.4:** Eigenschaften des skalierten Tropfensystems

halten in den Simulationen zu berücksichtigen, müssen bei dem Kollisionsvorgang die Tropfen als einzelnes Element aus dem Berechnungsraum gelöscht werden. Dazu muss in einem ersten Schritt eine erfolgreiche Kollision respektive Kontakt mit einem Tropfenelement detektiert werden. Erfolgt diese Tropfenkollision, wird in einer gesonderten Zählervariable im Partikel diese Kollision vermerkt. Im Anschluss an die Detektion wird der Tropfen aus dem System vollständig inklusive der Zuordnungsvariable (ID) gelöscht. Die Prozedur des Löschens ist notwendig, da sich bei dem Koaleszenzvorgang die Elementanzahl im System verringert und die Tropfen als solche nicht mehr einzeln vorliegen. Ein Abprall der Tropfen von der Partikeloberfläche, aufgrund eines schrägen Stoßes oder hoher Tropfenviskosität, wird innerhalb der Simulationen vernachlässigt. Eine Kollision wird immer als Benetzungsvorgang gewertet. Die Kollisionszählervariable der Partikel kann in dem Zusammenhang genutzt werden, um auf die akkumulierte Masse oder Partikelfeuchte zu schließen. Um einen kontinuierlichen Eindüsungsvorgang zu simulieren, müssen permanent Tropfen im System generiert werden. Über eine Tropfenerzeugungsrate wird ein entsprechender Eindüsungsmassenstrom simuliert.

In den folgenden Simulationen wird von verdüsten Wassertropfen ausgegangen. Der Tropfendurchmesser wird als Mittelwert des angegebenen Tropfengrößenspektrums der Zweistoffdüse mit  $d_{t,1} = 3,75 \cdot 10^{-5}$  m angenommen. Für einen Flüssigkeitsmassenstrom von 0,236 l/h, welcher später ebenfalls in den Experimenten, siehe Abschnitt 5.1.4, eingesetzt wird, ergeben sich skalierte Tropfeneigenschaften, die in der Tabelle 4.4 aufgeführt sind.

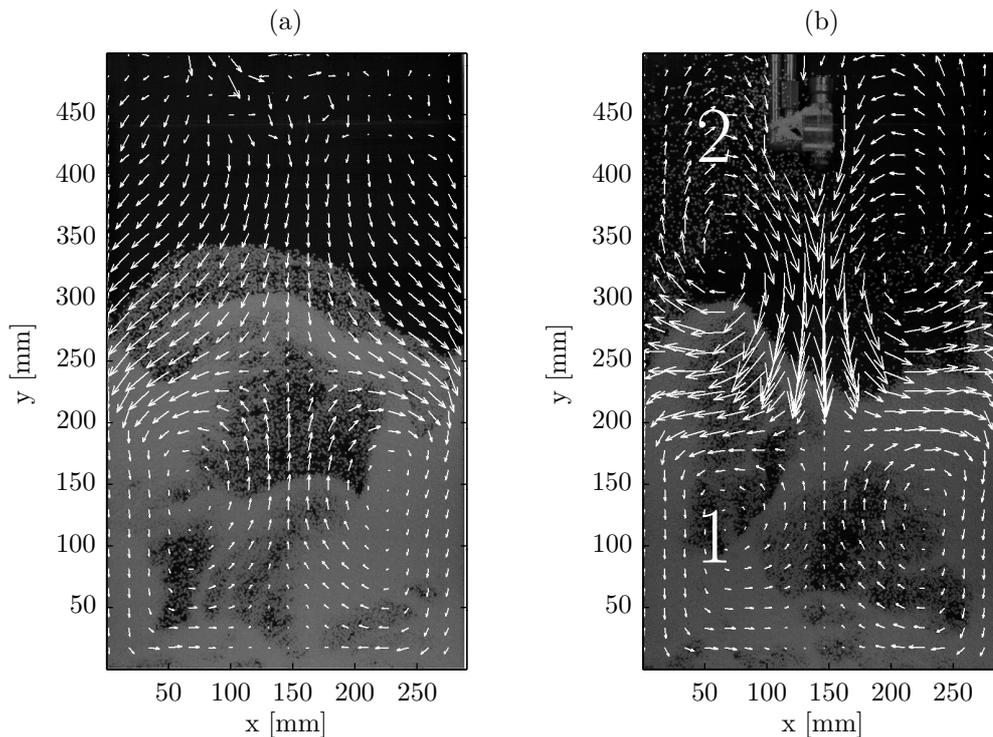
# 5 Kompartimentierung der Wirbelschicht in Sprüh- und Trocknungszone

Betrachtet man den allgemeinen Granulationsvorgang in der Wirbelschicht, so kann dieser eindeutig in mindestens zwei charakteristische Teilprozesse unterteilt werden. Der eine Teilprozess ist die Eindüsung von flüssiger Bindersubstanz in die fluidisierte Partikelschicht. Es wird eine Befeuchtung des Produktes erzielt, wodurch Bindersubstanz auf der Partikeloberfläche abgeschieden wird. Der zweite Teilprozess ist die Trocknung der Binderflüssigkeit nach erfolgter Befeuchtung der Partikel. Der auf der Partikeloberfläche zurückgebliebene Feststoff führt zu einem Schichtwachstum (Coating) beziehungsweise bei interpartikulären Kollisionen zur Verbindung von Partikeln mit dem Aufbau größerer Partikelstrukturen (Agglomeration). Zur Beschreibung dieser zwei Teilprozesse sind die Einteilung des Prozessraums, sowie das räumliche und zeitliche Vorhandensein von Partikeln und Tropfen innerhalb eingegrenzter Zonen entscheidende Informationen. Solche Informationen werden zum Beispiel für die populationsdynamische Modellierung benötigt, um Wachstumsprozesse mathematisch zu beschreiben. Die zeitliche Variable in der Zonenunterteilung ist die Partikelverweilzeit. Die Partikelverweilzeit in einer Zone definiert, wie lange Partikel mit Flüssigkeit besprüht werden oder welche Trocknungszeit der Suspensionsflüssigkeit zur Verfügung steht. Im vorliegenden Kapitel wird auf Basis eines aufgestellten Zwei-Kompartiment-Ansatzes die Wirbelschicht in Zonen eingeteilt. Dabei werden das Zonenvolumen, die räumliche Ausdehnung in der fluidisierten Partikelschicht, Partikelverweilzeiten und das Partikelströmungsverhalten experimentell untersucht. Für die dargelegte Zoneneinteilung werden, neben den experimentellen Untersuchungen, die Partikelverweilzeit und die Partikelverweilzeitverteilungen mit Hilfe von gekoppelten DEM-CFD Simulationen auf Einzelpartikelebene analysiert.

## 5.1 Kompartimentunterteilung des Top-Spray Granulationsprozesses

### 5.1.1 Partikelströmungen und Partikelverteilungen im Top-Spray Prozess

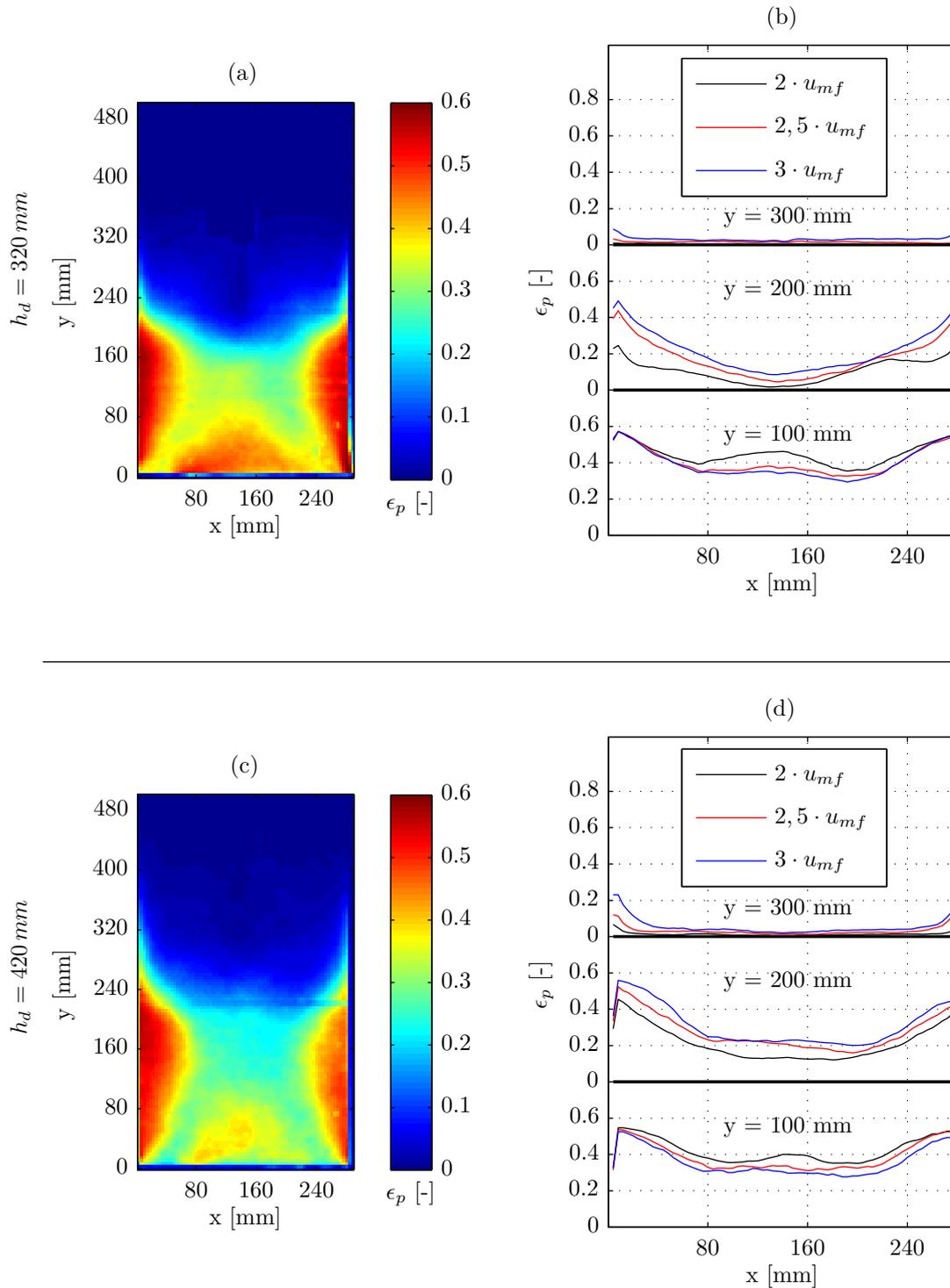
Die Ausdehnung von Kompartimenten im Top-Spray Wirbelschichtprozess resultiert aus den dynamischen Partikeleigenschaften, der Feststoffverteilung im System und dem Zirkulationsverhalten der Partikel. Auf die Besonderheiten der Partikelströmung in der Top-Spray Konfiguration soll im Folgenden eingegangen werden. Mit dem Einbau einer Top-Spray-Düse in die Wirbelschicht, vor allem bei der Verwendung einer Zweistoffdüse, wird eine zusätzliche Luftströmung eingebracht. Da die Düsenluftströmung der Fluidisationsluft entgegengerichtet ist, werden die Strömungsverhältnisse sowie das Zirkulationsverhalten der Partikel maßgeblich beeinflusst. Um dieses zu verdeutlichen, zeigt die Abbildung 5.1 ein Vergleich der Partikelströmungsfelder zwischen einer klassischen Wirbelschicht ohne Düse mit der Top-Spray Wirbelschicht unter sonst identischen Strömungsbedingungen. Im direkten Vergleich der Strömungsfelder fällt das unterschiedliche Zirkulationsverhalten der Partikel auf. In der klassischen Wirbelschicht existiert nur ein Zirkulationskreislauf. Partikel steigen in der Anlagenmitte durch den zentralen Gasblasenaufstieg nach oben, werden in den Freeboard-Bereich entlassen und segregieren am seitlichen Schichtbereich wieder in Richtung des Verteilerbodens. Je nach Apparateabmessungen und



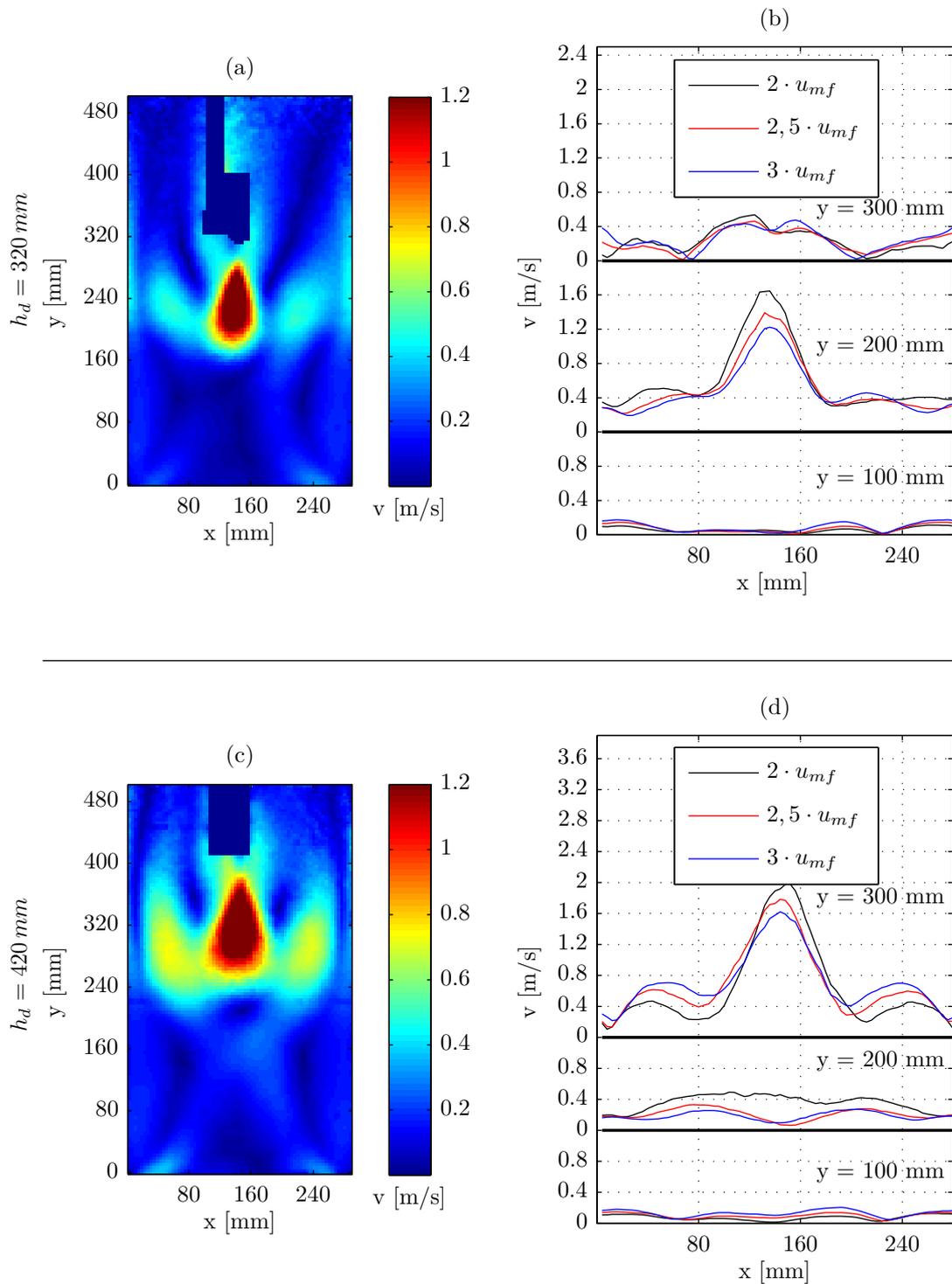
**Abbildung 5.1:** Gemessenes, zeitlich gemittelt Partikelströmungsfeld unter Verwendung der PIV für das System der (a) klassischen Wirbelschicht und der (b) Wirbelschicht in Top-Spray Konfiguration mit 1 - Hauptzirkulationskreislauf und 2 - sekundärer Zirkulationskreislauf

Strömungsbedingungen kann die Zirkulationsrichtung auch umgekehrt ausgebildet sein [85]. In der Top-Spray Konfiguration trifft die Düsenluftströmung auf die mittig nach oben steigenden Partikel der fluidisierten Partikelschicht. Dadurch etabliert sich neben dem Hauptzirkulationskreislauf, eingezeichnet in Abbildung 5.1 und bezeichnet mit '1', ein sekundärer Zirkulationskreislauf im Freeboard-Bereich. Dieser mit '2' eingezeichnete sekundäre Zirkulationskreislauf wird durch den umgelenkten Düsenstrahl verursacht. Die Düsenstrahlumlenkung findet statt, wenn der Düsenstrahl in das Partikelbett penetriert. Bei der Umlenkung werden Partikel am seitlichen Schichtbereich in höhere Schichtpositionen gedrückt. Aufgrund eines Druckgefälles in Richtung der Düsenströmung werden die Partikel anschließend durch den Düsenstrahl wieder Richtung Schichtmitte transportiert. Damit schließt sich der sekundäre Zirkulationskreislauf. Der mengenmäßige Anteil der Partikel im sekundären Zirkulationskreislauf ist deutlich geringer im Vergleich zum Hauptzirkulationskreislauf. Diese zwei Zirkulationskreisläufe müssen unterschieden werden. Es wird ein verschiedenes Befeuchtungsverhalten der Partikel verursacht, auf welches in Abschnitt 5.1.5 eingegangen wird.

Einen weiteren Einblick in die Partikelströmungszustände in der Wirbelschicht geben Partikelgeschwindigkeits- und Partikelvolumenfraktionsprofile. Für klassische Wirbelschichten werden Strömungsprofile durch verschiedene Autoren, so zum Beispiel durch Laverman u. a. [83] oder Zhu u. a. [161] oder in Abschnitt 3.3, gezeigt. Für die Top-Spray Wirbelschicht sind die ortsaufgelösten Partikelvolumenfraktionen aus den DIA-Messungen in der Abbildung 5.2 dargestellt. Die Partikelvolumenfraktionsprofile zeigen, dass die Düsenluftströmung der Zweistoffdüse mit einem Düsenluftmassenstrom von  $M_d = 3,6 \text{ kg/h}$  die Partikelschicht zusammendrückt. Dadurch steigen die Partikelvolumenfraktionen im Bereich unterhalb der Düse an. Das Ausmaß des Zusammendrückens wird beeinflusst durch die Position der Düse über der Partikelschicht,



**Abbildung 5.2:** Gemessene, zeitlich gemittelte Partikelvolumenfraktion unter Verwendung der DIA in der flachen Wirbelschicht (oben) für die Düsenhöhe  $h_d = 320 \text{ mm}$ , (unten)  $h_d = 420 \text{ mm}$  mit den Fluidisationsgeschwindigkeiten in (a) und (c) von  $u = 3 \cdot u_{mf}$  und mit einem Düsenluftmassenstrom von  $M_d = 3,6 \text{ kg/h}$



**Abbildung 5.3:** Gemessener, zeitlich gemittelter Partikelgeschwindigkeitsbetrag unter Verwendung der PIV in der flachen Wirbelschicht (oben) für die Düsenhöhe  $h_d = 320$  mm, (unten)  $h_d = 420$  mm mit den Fluidisationsgeschwindigkeiten in (a) und (c) von  $u = 3 \cdot u_{mf}$  und mit einem Düsenluftmassenstrom von  $M_d = 3,6$  kg/h

$M_d$ in [kg/s]	$u$ in [m/s]	$h_d = 320$ mm	$h_d = 420$ mm
		$\epsilon_p$ [-]/ $h_{bed}$ [mm]	$\epsilon_p$ [-]/ $h_{bed}$ [mm]
1,8	$2 \cdot u_{mf}$	0,38/ 204	0,39/ 204
	$3 \cdot u_{mf}$	0,27/ 288	0,28/ 280
3,6	$2 \cdot u_{mf}$	0,38/ 208	0,36/ 220
	$3 \cdot u_{mf}$	0,32/ 244	0,29/ 264

**Tabelle 5.1:** Übersicht zu den mittleren Partikelvolumenfraktionen in der gesamten Schicht und erreichten Schichthöhen bei verschiedenen Systemkonfigurationen mit der Definition der Schichthöhe bei 95 % der enthaltenen Schichtmasse

sowie durch den eingesetzten Düsenluftmassenstrom. Allein durch die Absenkung der Düse von  $h_d = 420$  mm auf  $h_d = 320$  mm bei  $u = 3 \cdot u_{mf}$  erhöht sich im Mittel die Partikelvolumenfraktion unterhalb der Düse von 0,197 auf 0,25. Die mittlere Partikelverteilung in der Partikelschicht sowie die erreichte Schichthöhe werden neben der Düsenbauhöhe maßgeblich durch die Fluidisationsgeschwindigkeit bestimmt. Beschreibt man die Schichthöhe über die Definition mit 95 % der enthaltenen Bettmasse wie im Abschnitt 3.3, so steigen die Schichthöhen bei erhöhter Fluidisation an, siehe Tabelle 5.1. Jedoch zeigt sich, insbesondere im Vergleich mit den Ergebnissen bei niedrigerem Düsenluftmassenstrom, siehe in Erweiterung die Abbildung C.3 im Anhang, dass die zusätzliche Düsenluftströmung in der Wirbelschicht die Partikel stärker dispergieren kann. Mit zunehmender Düsenluftströmung expandiert die Schicht und der Freeboard-Bereich vergrößert sich. Generell kann gezeigt werden, dass trotz der nach unten gerichteten Düsenluftströmung der Blasenauftieg in der Mitte der Anlage vorliegt. Ein Ausweichen des Blasenauftiegs in Richtung der Apparatewände und eine damit verbundene Änderung der Partikelzirkulationsbewegung wurde nicht beobachtet. Am seitlichen Randbereich segregieren die Partikel nach unten und es existieren weiterhin hohe Partikelvolumenfraktionen. In den Untersuchungen wurde ausschließlich mit trockenen Luftströmungen gearbeitet, so dass Verhaltensänderungen der Partikelschicht nur auf die Hydrodynamik zurückzuführen sind. Einflüsse durch unterschiedliche Partikelbefeuchtungen und Partikelkollisionseigenschaften, untersucht durch van Buijtenen u. a. [20], liegen somit nicht vor.

Die Abbildung 5.3 zeigt die PIV-Messergebnisse der Partikelgeschwindigkeiten für die Top-Spray Wirbelschicht. Anhand der gestiegenen Partikelgeschwindigkeiten kann gezeigt werden, dass die Mobilität/ Partikelgeschwindigkeit des gesamten Partikelbettes bei zunehmender Düsenluftströmung und Düsenbauhöhe erhöht wird. Damit verkürzt sich das Zirkulationsverhalten der Partikel. Innerhalb des Düsenstrahls werden die höchsten Partikelgeschwindigkeiten erreicht, welches insbesondere in den Konturabbildungen 5.3 (a) und (c) deutlich wird. In der Konfiguration  $M_d = 3,6$  kg/h und  $h_d = 320$  mm liegt die maximale Partikelgeschwindigkeit für  $u = 2 \cdot u_{mf}$  bei 1,76 m/s. Für die Fluidisation bei  $u = 3 \cdot u_{mf}$  steigt diese auf 1,82 m/s. Für die Düsenhöhe  $h_d = 420$  mm sinkt die maximale Partikelgeschwindigkeit von 2,14 m/s bei  $u = 2 \cdot u_{mf}$  auf 1,81 m/s bei  $u = 3 \cdot u_{mf}$ . Die maximalen Partikelgeschwindigkeiten unterhalb der Düse hängen maßgeblich von der vorliegenden Partikelvolumenfraktion in diesem Bereich ab. Bei höheren Düsenpositionen befindet sich der Düsenstrahl hauptsächlich im Freeboard-Bereich. Der Impuls des Düsenstrahls geht auf wenige Partikel über, die dadurch stark beschleunigt werden. Für Düsenpositionen direkt über dem dichten Partikelbett geht der Impuls des Düsenstrahls auf viele, miteinander agierende Partikel bei hohen Partikelvolumenfraktionen über. Dadurch werden die Partikel nicht so stark beschleunigt. Werden im Vergleich zum dargestellten Fall niedrigere Düsenluftmassenströme verwendet, siehe Abbildung C.4 im Anhang, sinken die maximalen und die mittleren Partikelgeschwindigkeiten in der gesamten Partikelschicht. Damit nimmt die

Schichtmobilität ab. Die niedrigsten Partikelgeschwindigkeiten sind im seitlichen Schichtbereich, dem Segregationsbereich mit hohen Partikelvolumenfraktionen, zu finden. Die Partikelzirkulation wird trotz des Einflusses der Düsenluftströmung vor allem durch die Fluidisationsluft dominiert. Die Ausbildung des sekundären Zirkulationskreislaufs wird durch die Düsenposition und Düsenluftmassenstrom bestimmt. Die Erhöhung von Düsenposition und Düsenluft intensiviert den mengenmäßigen Anteil der Partikel, die in den sekundären Zirkulationskreislauf eintreten.

### 5.1.2 Definition der Kompartimentunterteilung

Im Abschnitt 1.2.2 wurde gezeigt, dass eine Einteilung des Granulationsprozesses in Kompartimente seitens verschiedener Prozesseigenschaften, wie zum Beispiel durch Temperatur oder Luftfeuchte, vorgenommen werden kann. Diese Prozesseigenschaften sind jedoch trocknungsabhängige Messgrößen und vermögen es nicht, Unterschiede zwischen reiner Trocknung und dem Sprühbereich in der fluidisierten Partikelschicht zu detektieren. Sie zeigen vielmehr einen Mischbereich trocknender Flüssigkeitstropfen zusammen mit Trocknungserscheinungen feuchter Partikeloberflächen. Hinsichtlich dieser Trocknungsabhängigkeit und daraus abgeleiteter Prozesskompartimentierungen stellt sich die Frage, wie man den Prozess in einzelne Kompartimente differenziert? Die einfachste Einteilung berücksichtigt eine Sprüh- und eine Trocknungszone. Von weiteren Unterteilungen der Trocknungszone wird abgesehen. Beide eingeführten Kompartimente umfassen die wesentlichen Kernprozesse innerhalb der Granulation und sind zweckmäßig hinsichtlich der Beschreibung mittels Populationsbilanzen. In der Definition der Sprühzone, ist dies streng genommen der Raum, in dem verdüστε Flüssigkeitstropfen vorkommen. In dem restlichen Volumen der Wirbelschicht findet Trocknung, Aufheizung oder keine Prozessaktivität statt. Die Tropfen in der Sprühzone müssen weiterhin die Aktivitätsbedingung erfüllen. Das heißt, Tropfen können mit Partikeln koaleszieren, einhergehend mit Tropfenspreitung und Oberflächenbefeuchtung auf den Partikeln. Nur über die Aktivitätsbedingung ist sichergestellt, dass mit Partikeln kollidierende Flüssigkeitstropfen nicht auf der Oberfläche abprallen, sondern auf Partikeln neue Oberflächenstrukturen aufbauen können. Neben der Partikel-Tropfen Koaleszenz können Tropfen untereinander koaleszieren mit der Bildung größerer Flüssigkeitstropfen. Dieses wird stark beeinflusst durch die Sprüheinstellung an der Sprühdüse. Auch besteht die Möglichkeit, dass bereits befeuchtete Partikel durch einen Wiedereintritt erneut befeuchtet werden. Diese genannten Koaleszenzmechanismen, sowie das räumliche Vorhandensein aktiver Tropfen, bilden den Definitionsraum der Sprühzone. In der Abbildung 5.4 ist die definierte Sprühzone schematisch dargestellt. Wird in dem genannten Zusammenhang der Aktivitätsbedingung der Zustand der Tropfen als aktiv definiert, so gibt es im Gegensatz dazu ebenso inaktivierte Tropfen. Inaktivierte Tropfen entstehen zum Beispiel durch Tropfentrocknung mit Bildung einer äußeren Feststoffschale oder durch einen bypassartigen Austrag, dem sogenannten Overspray. Eine Betrachtung der Tropfentrocknung und des Anteils an Overspray zeigen Dervedde u. a. [33]. Diese inaktivierten Tropfen stehen für den Granulationsprozess nicht mehr zur Verfügung und sind nicht Bestandteil einer Sprühzone.

In der Namensdefinition wird die Sprühzone nachfolgend mit  $\alpha$  bezeichnet. Die Bezeichnung  $\alpha$  resultiert aus dem Feststoffmassenanteil, der sich innerhalb des Sprühzonenvolumens befindet

$$\alpha = \frac{m_{\alpha}}{m_{bed}}. \quad (5.1)$$

Nimmt man eine Zwei-Kompartimentunterteilung des Granulationsprozesses als Grundlage, so leitet sich der Massenanteil der zweiten Zone mit dem Verhältnis  $(1 - \alpha)$  ab. Dies ist gleichzeitig die Bezeichnung der Trocknungszone. Die Größendefinition der Trocknungszone, zum Beispiel über das Volumen, ist jedoch schwierig. Das Volumen hängt neben dem Sprühzonenvolumen

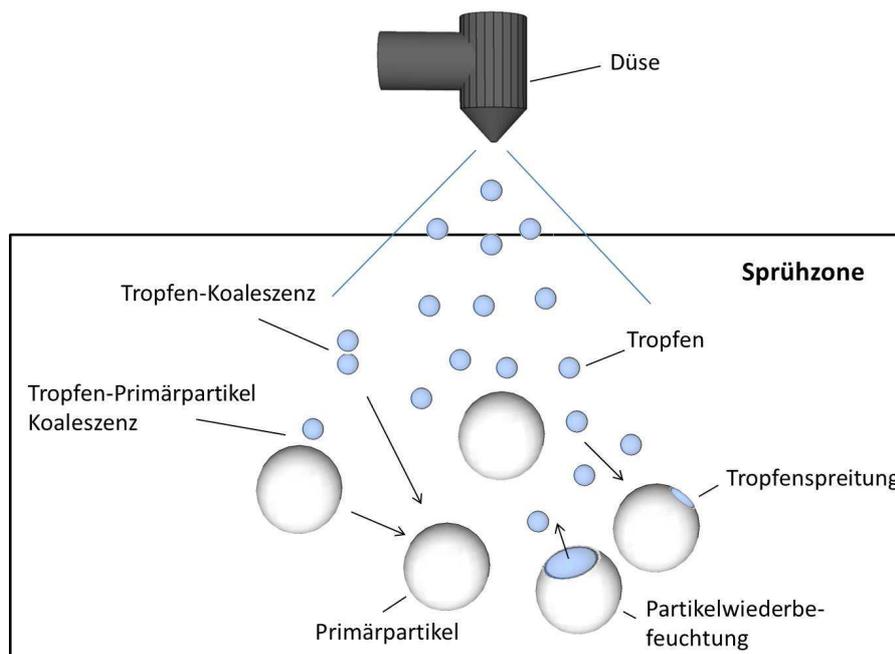


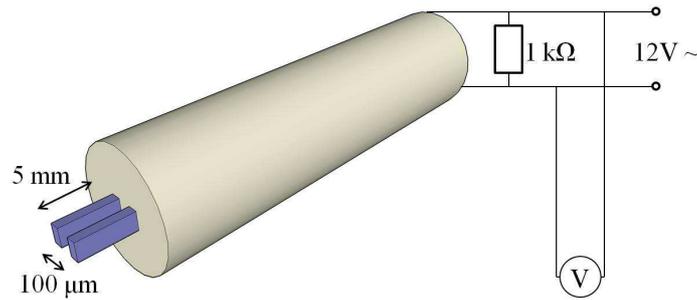
Abbildung 5.4: Definition der Sprühzone [124]

darüber hinaus von der Schichthöhe und den Apparatedimensionen ab. Entsprechend erfolgt primär die Größendefinition der Zonen über den volumenunabhängigen Massenanteil. Alternativ kann das Trocknungszonenvolumen über eine feste Höhe oder über die Schichthöhe definiert werden.

### 5.1.3 Messung der Kompartimentdimensionen

Eine örtliche Abgrenzung der Kompartimente erfolgt über die Ortsdefinition der Sprühzone. Wie im vorherigen Abschnitt dargelegt, wird die Sprühzone über die Existenz und die Aktivitätsbedingung der Flüssigkeitstropfen beschrieben. Die örtliche Bestimmung aktiver Flüssigkeitstropfen in der Wirbelschicht ist jedoch schwierig und stellt besondere Herausforderungen an Mess- oder Simulationstechnik. Hierzu untersuchten Goldschmidt u. a. [56] die Tropfenverteilung in der fluidisierten Partikelschicht einer Top-Spray Wirbelschicht anhand gekoppelter DEM-CFD Simulationen. Eine Zonenabgrenzung aus der Tropfenverteilung wurde aus den Ergebnissen jedoch nicht abgeleitet. Einen messtechnischen Ansatz in der Charakterisierung des Eindüsungsvorgangs für die Bottom-Spray Wirbelschicht präsentierten Link u. a. [92]. Sie führten eine Sprühstrahlvermessung mittels Tropfendetektion unter Verwendung der faseroptischen Sonde, siehe Messprinzip in Abschnitt 2.3, durch. Die Vorgehensweise und die Art der Messung konnte jedoch in verschiedenen Reproduktionsversuchen nicht nachgestellt und nachvollzogen werden. Der Abschnitt E.3 gibt hierzu eine kurze Erläuterung. Die Problematik der Nachvollziehbarkeit dieser Messung führte zur Entwicklung eines neuen Messverfahrens für die Bestimmung der Sprühzonengrenze.

Für das Messverfahren wurde eine Messsonde entwickelt, die die örtliche Existenz aktiver Flüssigkeitstropfen auch innerhalb einer fluidisierten Partikelschicht messen kann. Das Messverfahren nutzt statt einer optischen Detektion die elektrische Leitfähigkeit von elektrolytischen Flüssigkeiten aus. Dies trifft zum Beispiel für mineralhaltiges Wasser zu, welches in den Versuchen als versprühte Substanz verwendet wurde. Die Messsonde besteht aus einem 6 mm dicken Schaft. Im Kopf der Sonde sind zwei Kupferelektroden befestigt. Der Abstand der Elektroden zueinander beträgt 100  $\mu\text{m}$ . Am Ende der Messsonde sind beide Kupferelektroden mit einem 100  $\Omega$  Wi-



**Abbildung 5.5:** Schematischer Aufbau der Leitfähigkeitssonde zur Messung der Flüssigkeitstropfenexistenz in der fluidisierten Partikelschicht

derstand verbunden und an ein digitales Voltmeter angeschlossen. Der beschriebene Aufbau der Sonde ist in Abbildung 5.5 dargestellt.

Der Abstand der Elektroden zueinander wurde mit Bezug zur Tropfengrößenverteilung gewählt. Je nach Strömungsbedingungen in der Düse und in der Wirbelschicht kann in einer mechanistischen Beschreibung die verdünte Flüssigkeit als verteilte Einzeltropfen, Ligamente oder Sheets vorkommen [60]. Das Sprühbild ergibt sich in Abhängigkeit des eingestellten Düsendrucks. Die gewählten Düsendrücke mit mindestens 1 bar Überdruck erzeugen in der eingesetzten Zweistoffdüse vom Modell Schlick 970-S8 eine typische Einzeltropfenform mit einer Tropfengrößenverteilung zwischen 25 bis 50  $\mu\text{m}$ , entsprechend dem vorliegenden Datenblatt.

Wird die Sonde nun in den Bereich des Sprühstrahls gebracht, so findet eine Befeuchtung der Elektroden statt. Erst wenn sich mehrere Tropfen auf den Elektroden abgeschieden haben, bildet sich eine Flüssigkeitsbrücke aus. Dadurch wird der Stromkreis geschlossen und ein Stromfluss ist messbar. Je mehr Tropfen die Elektroden befeuchten, umso größer wird die Flüssigkeitsbrücke. Neben der Befeuchtung setzt gleichzeitig die Trocknung der Flüssigkeitsoberfläche ein, verursacht durch die Gasströmungen im Prozess. Flüssigkeitsbrücken verschwinden, sofern keine weiteren Tropfen die Elektrodenoberfläche befeuchten. Vereinzelt, abgeprallte oder inaktivierte Tropfen führen zu keinem Aufbau einer Flüssigkeitsbrücke zwischen den Elektroden und lassen sich somit nicht detektieren. Dies garantiert die Messung ausschließlich aktiver Flüssigkeitstropfen. Mit dieser Methode lässt sich der Existenzbereich der Sprühzone mit dem Vorhandensein aktiver Flüssigkeitstropfen nachweisen. Schwierig in der Messung ist jedoch eine Unterscheidung zwischen dem Sprühzonenkernbereich, in dem permanent Tropfen vorhanden sind, sowie dem Sprühzonenrandbereich. In dem Randbereich kann aufgrund des seitlich schwankenden Sprühstrahls ein zeitlich variierendes Tropfenaufkommen entstehen. Eine Unterscheidung der Bereiche wird dadurch verhindert, dass kein unterschiedlicher Stromfluss je nach Befeuchtungsgrad der Sonde messbar ist.

Eine signifikante Fehlerquelle in der Anwendung der Leitfähigkeitssonde ist die Messung feuchter Partikeloberflächen. Diese können registriert werden, wenn sich feuchte Partikel auf den Elektroden ablagern und somit den Kontakt zwischen den Elektroden schließen. Durch das stark poröse und elektrisch nicht leitfähige Partikelmaterial  $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$  (Partikeleigenschaften siehe Tabelle E.1) wurde diese Fehlerquelle vermieden. Flüssigkeitstropfen, die sich auf der Partikeloberfläche abgeschieden haben, werden durch das stark hygroskopische Verhalten direkt absorbiert. Somit kann die Fehlmessung feuchter Oberflächen vermieden werden. Im weiteren Verlauf des Prozesses desorbiert/ trocknet die Flüssigkeit aus dem Inneren der Partikel. Dadurch kommt es im Vergleich zur Partikelaustragsmasse zu keiner signifikanten Massenänderung der Partikel und somit zu gleichbleibendem Bewegungsverhalten der fluidisierten Partikelschicht.

Einstellung	Wert	Einheit
Düsenhöhe $h_d$	320; 420	[mm]
Fluidisation $u/u_{mf}$	<b>2</b> ; 2,25; <b>2,5</b> ; 2,75; <b>3</b> ; 3,25; 3,5	[—]
Düsenluftmassenstrom $M_d$	1,8; 2,7; 3,6	[ $kg\,h^{-1}$ ]

**Tabelle 5.2:** Variierte Parameter des Wirbelschichtsystems in der Vermessung der Sprühzonendimension

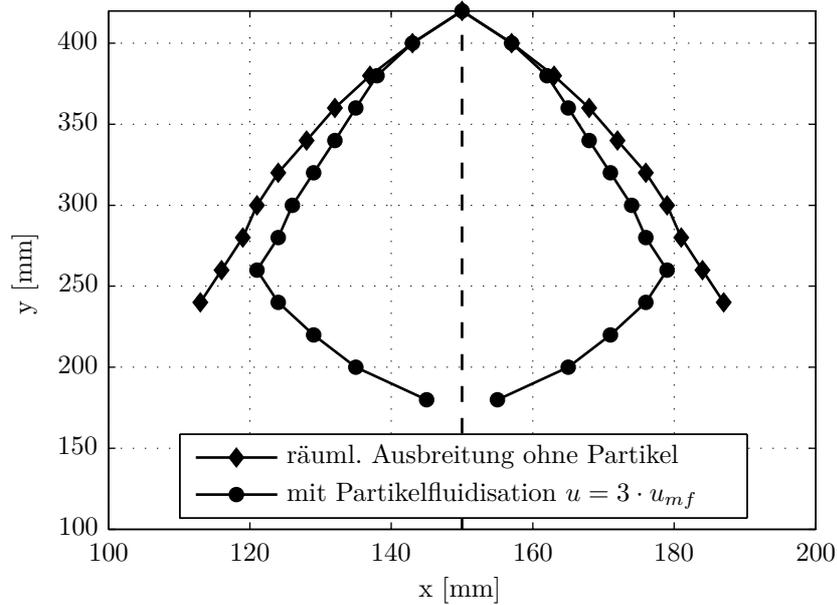
### 5.1.4 Räumliche Ausbreitung der Sprühzone

Mit der Leitfähigkeitssonde wurde die räumliche Sprühstrahlausbreitung für unterschiedliche Systemzustände in der zylindrischen Wirbelschicht gemessen. Drei Prozessparameter, die maßgeblich das Sprühverhalten in der Wirbelschicht beeinflussen, wurden für die Ermittlung der Sprühzonengrenzverläufe variiert. Die Prozessparameter sind der Düsenluftmassenstrom  $M_d$ , die Einbauhöhe der Düse  $h_d$  oberhalb der Partikelschicht und die Fluidisationsgeschwindigkeit  $u$  bezogen auf die minimale Fluidisationsgeschwindigkeit  $u_{mf}$ . Für das Partikelmaterial  $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$  ergibt sich eine minimale Fluidisationsgeschwindigkeit von 0,56 m/s. Die Bestimmung ist im Abschnitt E.1 im Anhang aufgeführt. Die Tabelle 5.2 zeigt eine Übersicht der variierten Prozessparameter. Alle weiteren System- und Prozessparameter, wie Eintrittstemperatur, Partikelmaterial, Bettmasse, Bauform und Baugröße der Wirbelschicht, wurden nicht verändert und konstant gehalten. Insbesondere bei der Eindüsung von Wasser wurde der Wassermassenstrom konstant gehalten. Der Wassermassenstrom ist abhängig vom Düsendruck und wurde mit einer Mikrometerschraube an der Zweistoffdüse bei  $M_w = 3,8$  ml/min über die verschiedenen Düsenluftmassenströme konstant gehalten, siehe Abbildung A.10. Dabei befand sich die Zweistoffdüse im Flüssigkeitssaugbetrieb mit einem Flüssigkeitsgefälle zum Vorratsbehälter von 300 mm. Der Luftmassenstrom wurde mit einem MFC mit 6 bar Vordruck eingestellt. Die Kappeneinstellung zur Justierung eines Sprühwinkels wurde mit ca.  $30^\circ$  gewählt. Die Sprühzonenvermessung wurde in verschiedenen Höhen über dem Verteilerboden durchgeführt. Es wurden dieselben Messstellen wie für die faseroptische Sonde verwendet, siehe Abbildung 3.13. Die Messstellen befinden sich in vertikalen Abständen je 20 mm seitlich in der zylindrischen Anlage. Die gewonnenen Messdaten der Sprühzonengrenze wurden in eine funktionelle Beschreibung  $f_\alpha$  überführt. Die Funktion  $f_\alpha$  wurde mit einer Spline-Interpolation bestimmt, welche sich aus kubischen Polynomen mit

$$f_\alpha = a_i + b_i(y - y_i) + c_i(y - y_i)^2 + d_i(y - y_i)^3 \quad (5.2)$$

zusammensetzt [9].  $a_i, b_i, c_i$  und  $d_i$  sind die Koeffizienten des Polynoms. Mit dieser Art der Funktionsbeschreibung können die Grenzen der Sprühzone anhand eines stetigen und zweifach integrierbaren Grenzverlaufs ausgewertet werden. Der Vorteil in der Verwendung der Spline-Interpolation liegt in der präzisen Anpassung an die Messwerte ohne starkes Schwingverhalten wie bei Interpolationspolynomen höheren Grades.

In einer ersten Betrachtung wurde der Grenzverlauf des Sprühbilds der Zweistoffdüse ohne die Beeinflussung einer fluidisierten Partikelschüttung gemessen. Dabei wurde Wasser über die Zweistoffdüse mit  $M_d = 3,6$  kg/h in einen freien Raum ohne weitere Luft- und Partikelströmungen verdüst. Die Abbildung 5.6 zeigt den gemessenen Grenzkurvenverlauf des Sprays. Es zeigt sich, dass der Sprühstrahl mit einem Sprühwinkel von  $\theta = 28^\circ$  in den Raum expandiert. Dieser Sprühwinkel weicht um  $2^\circ$  von der gewählten Kappeneinstellung ab. Ab einer Sprühstrahlänge von 180 mm ist der Sprühstrahl so weit expandiert, dass die stark vereinzelt Tropfen in



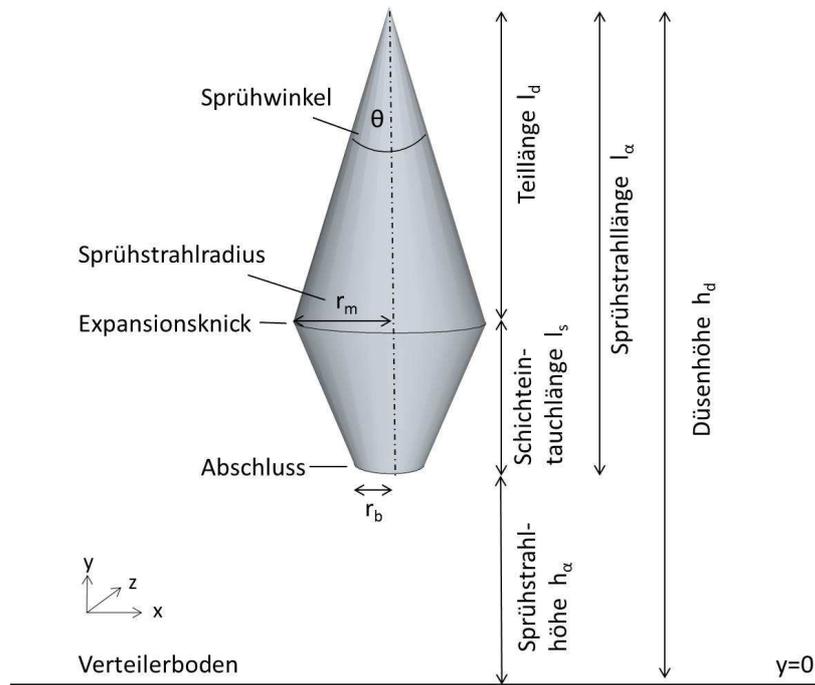
**Abbildung 5.6:** Gemessener Sprühkegel der Zweistoffdüse bei  $M_d = 3,6$  kg/h verglichen zu dem Sprühkegel in eine fluidisierte Partikelschüttung bei einer Fluidisationsgeschwindigkeit von  $u = 3 \cdot u_{mf}$  und  $h_d = 420$  mm; Die dargestellten Achsen sind nicht im gleichen Maßstab; Symmetrieachse bei  $x = 150$  mm

der Düsenluftströmung mit der Messsonde nicht mehr erfasst werden können. Dieser Freistahl wird verglichen mit der Sprühzonengrenzkurve bei der Prozesskonfiguration  $h_d = 420$  mm und  $M_d = 3,6$  kg/h mit einer fluidisierten Partikelschüttung bei  $u = 3 \cdot u_{mf}$ . Die Partikel, die die Sprühzone durchqueren, verursachen dabei drei charakteristische Veränderungen des Grenzkurvenverlaufs. Der Sprühwinkel verringert sich auf  $22^\circ$ . In einer Schichthöhe von 260 mm expandiert der Strahl nicht weiter und kontrahiert. In einer Höhe von 180 mm endet der Sprühstrahl. Diese drei bezeichnenden Formmerkmale der Sprühzone: Sprühwinkel, Expansionsknick und Sprühzonenabschluss, finden sich in den Grenzverläufen jeder Messung wieder. Je nach Prozessbedingungen sind diese drei Parameter charakteristisch und somit prozessabhängige Größen. In der schematischen Abbildung 5.7 sind die drei charakteristischen Formmerkmale sowie weitere Beschreibungsgrößen der Sprühzone verdeutlicht. Im Folgenden wird in einer Parameterstudie auf die Einflüsse der einzelnen Prozessgrößen auf die Sprühzonenform unter Verwendung der Beschreibungsgrößen eingegangen.

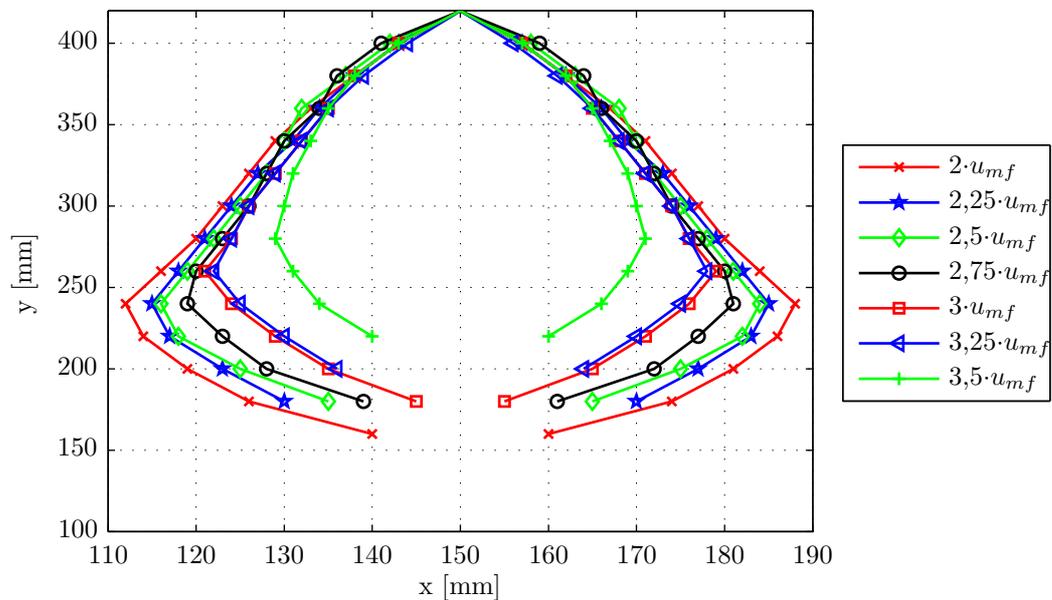
Die Abbildung 5.8 zeigt die Messergebnisse bei veränderten Fluidisationsgeschwindigkeiten von  $u = 2$  bis  $3,5 \cdot u_{mf}$ . Die Düsenluft mit  $M_d = 3,6$  kg/h und die Düsenhöhe von  $h_d = 420$  mm sind konstant in allen Messungen. Es kann nachgewiesen werden, dass eine höhere Fluidisationsgeschwindigkeit die räumliche Expansion der Sprühzone einschränkt. Dies begründet sich mit der anwachsenden Schichthöhe des fluidisierten Partikelbettes. Bei höheren Schichtexpansionen bewegen sich deutlich mehr Partikel mit zunehmenden Partikelvolumenfraktionen in die Sprühzone hinein. Der Ort, an dem erfolgreiche Kollisionen zwischen Partikeln und Tropfen stattfinden können, verschiebt sich zu größeren Schichthöhen und in Richtung der Schichtmitte. Die Sprühzonengrenze wandert näher an die Düse heran mit einer verkleinerten seitlichen Ausbreitung des Sprays. Der Sprühwinkel bleibt nahezu konstant.

Anschließend wurde neben der Fluidisationsgeschwindigkeit zusätzlich der Düsenluftmassenstrom variiert. Alle Untersuchungen wurden bei zwei verschiedenen Düsenhöhen durchgeführt. Die

## 5.1 Kompartimentunterteilung des Top-Spray Granulationsprozesses



**Abbildung 5.7:** Vereinfachte Darstellung der Sprühzonengeometrie mit den charakteristischen Beschreibungsmerkmalen



**Abbildung 5.8:** Grenzverläufe der Sprühzone für eine Zweistoffdüse mit  $h_d = 420$  mm und  $M_d = 3,6$  kg/h Düsenluftmassenstrom für variierte Fluidisationsgeschwindigkeiten; Die dargestellten Achsen sind nicht im gleichen Maßstab; Symmetrieachse bei  $x = 150$  mm

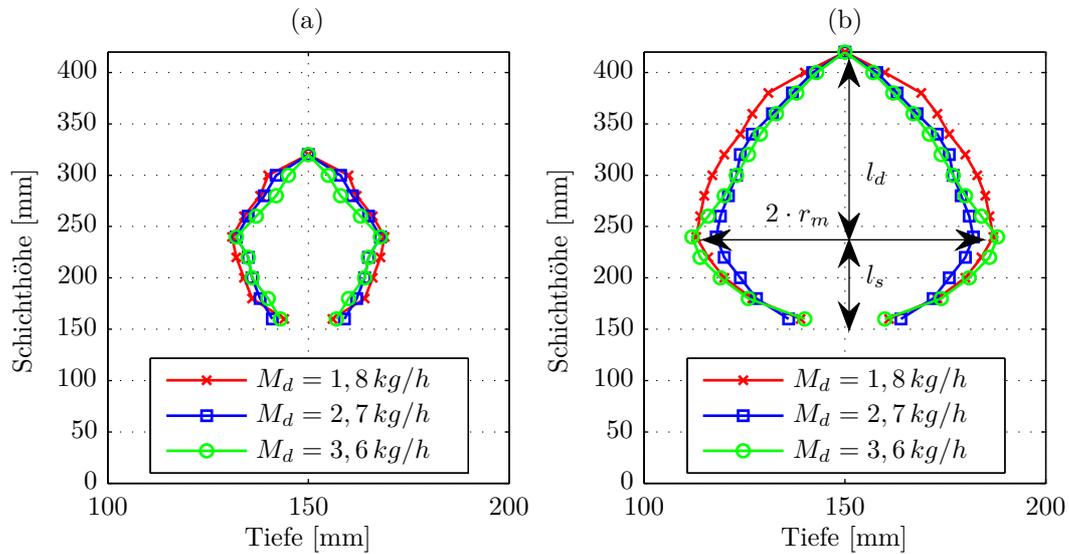
Abbildung 5.9 zeigt den Einfluss des Düsenluftmassenstroms bei einer niedrigen Fluidisationsgeschwindigkeit ( $u = 2 \cdot u_{mf}$ ). Zwischen den einzelnen Messungen der jeweiligen Düsenhöhen können keine signifikanten, systementscheidenden Unterschiede entnommen werden. Der Impuls der Düsenluft reicht hier aus, um gleichermaßen gegen den Fluidisationsgasstrom anzukommen. Hauptsächlich bildet sich die Form der Sprühzone durch die erreichte Schichthöhe und die Partikelbewegungen in die Sprühzone hinein aus. Zwischen den beiden Düsenhöhen ergeben sich jedoch prägnante Unterschiede. Die maximale Ausbreitung des Sprühstrahlradius  $r_m$  steigt deutlich von 36 mm auf 76 mm an. Der Expansionsknick, gelegen an der breitesten Strahlausdehnung, ist hingegen für beide Düsenhöhen in selbiger Schichthöhe bei  $y = 240$  mm zu finden. Dies entspricht der ungefähren Schichthöhe, siehe Tabelle 5.1. Ebenso in konstanter Höhe verbleibt der untere Sprühzonenabschluss. Dieser befindet sich in der gleichen Höhe bei  $y = 160$  mm. Damit ist die Schichteintauchlänge  $l_s$ , eingezeichnet in Abbildung 5.9 (b), in beiden Düsenhöhen gleich groß und die Teillänge  $l_d$  ist um den Höhenversatz der Düse länger.

Im vorherigen Fall konnte gezeigt werden, dass der Düsenluftmassenstrom eine stabile Sprühzone ausbildet, ohne ausschlaggebenden Einfluss durch die Fluidisationsgeschwindigkeit. Um dieses zu verifizieren, wurde der Düsenluftmassenstrom um die Hälfte reduziert und die Fluidisationsgeschwindigkeit variiert. So verschiebt sich die Relativgeschwindigkeit der beiden entgegengerichteten Luftströmungen. Die Abbildung 5.10 zeigt die Sprühstrahlausdehnung bei einem Luftmassenstrom von  $M_d = 1,8$  kg/h und Fluidisationsgeschwindigkeiten von  $u = 2$  bis  $3 \cdot u_{mf}$ . Vor allem bei der niedrigeren Düsenhöhe  $h_d = 320$  mm und höheren Fluidisationsgeschwindigkeiten zeigt sich ein deutlicher Einfluss auf den Grenzverlauf. Der Sprühwinkel steigt von  $22^\circ$  auf  $40^\circ$  an. Diese Aufspaltung des Sprühstrahls ist verbunden mit einer beginnenden seitlichen Schwankung des Strahls. Das örtliche Tropfenvorkommen in der Sprühzone ist damit ungleichmäßig verteilt. In der größeren Düsenhöhe  $h_d = 420$  mm ist weniger die Aufspaltung des Strahls, sondern viel mehr die Verkürzung der Schichteintauchlänge um bis zu 60 mm wahrzunehmen. Grund ist der niedrigere Impuls des Düsenstrahls, der mit erniedrigter kinetischer Energie dem Fluidisationsgasstrom entgegenströmt.

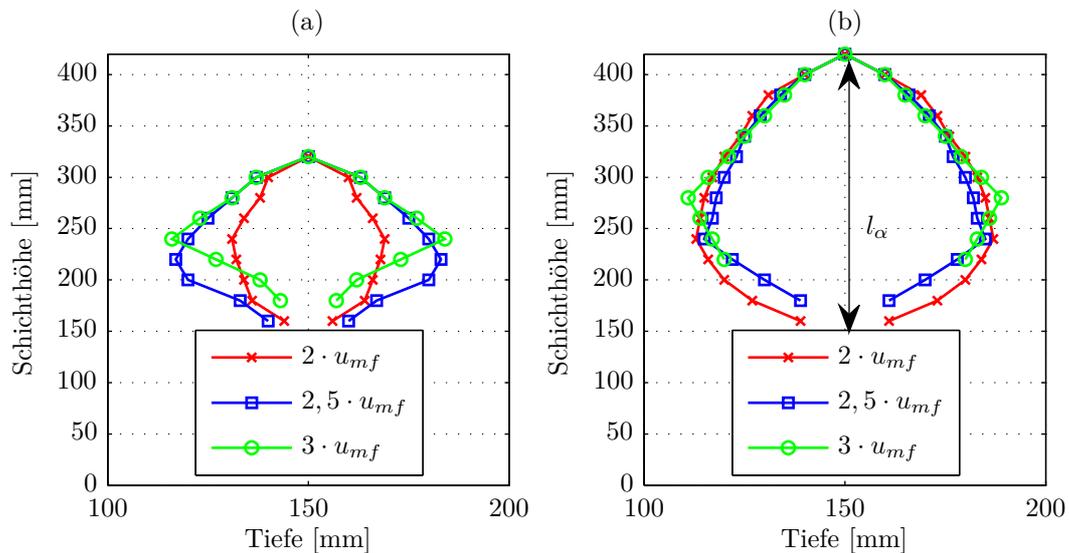
Mit der Erhöhung des Düsenluftmassenstroms auf  $M_d = 3,6$  kg/h kann in der Abbildung 5.11 zur vorherigen Konfiguration gezeigt werden, dass der Düsenluftmassenstrom maßgeblich die Stabilität der Sprühzone beeinflusst. Der Impuls des Düsenstrahls ist nun so hoch, dass der Sprühwinkel nicht aufgespreitet wird und sich über die eingestellten Fluidisationsgeschwindigkeiten konstant ausbildet. Der Sprühwinkel wird hierbei maßgeblich durch die Kappeneinstellung der verwendeten Zweistoffdüse bestimmt. Einzig eine Verkürzung der Sprühstrahlänge  $l_\alpha$  ist zu vermerken. Neben der verbesserten Stabilität der Sprühzone, werden bei höheren Düsenluftmassenströmen die Tropfengeschwindigkeit, sowie die Masse an Binder, die sich auf der Partikeloberfläche abscheiden kann, erhöht [35].

In den Messergebnissen zeigt sich, dass der Expansionsknick in der Sprühzonenengrenzkurve ein entscheidender Umkehrpunkt ist. Der Expansionsknick liegt bei der Teillänge  $l_d$ . Hier taucht der Sprühstrahl aus dem Freeboard-Bereich in das dichtere Partikelbett ein. Einen Nachweis hierzu kann die Konturabbildung 5.12 der Partikelvolumenfraktionsverteilung, dargestellt für den Bereich innerhalb der Sprühzonenengrenze, geben. Unterhalb des Expansionsknicks steigt vor allem nahe der Grenzcurve die Partikelvolumenfraktion an. Oberhalb des Expansionsknicks liegt eine deutlich niedrigere Partikelvolumenfraktion vor. Daraus resultieren unterschiedliche Befeuchtungsmechanismen, auf die später im Abschnitt 5.1.5 eingegangen wird. Bei erhöhter Fluidisationsgeschwindigkeit wandert der Expansionsknick nach oben. Grund hierfür ist die gestiegene Schichthöhe des fluidisierten Partikelbetts und damit der Bereich in dem höhere Partikelvolumenfraktionen vorliegen.

Um Detailinformationen zu Partikelverteilungen und -strömungen zu erhalten, sollen die in der zylindrischen Wirbelschichtanlage gemessenen Sprühzonenengrenzen in der flachen Wirbelschicht

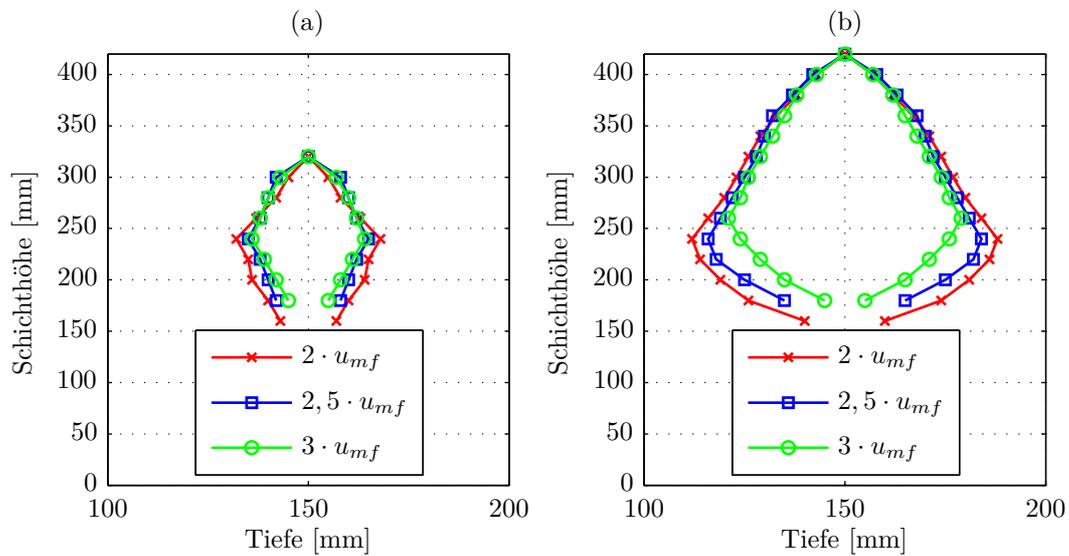


**Abbildung 5.9:** Grenzverläufe der Sprühzone bei variiertem Düsenluftmassenstrom bei  $u = 2 \cdot u_{mf}$  für (a)  $h_d = 320$  mm und (b)  $h_d = 420$  mm; Die dargestellten Achsen sind nicht im gleichen Maßstab; Symmetrieachse bei  $x = 150$  mm

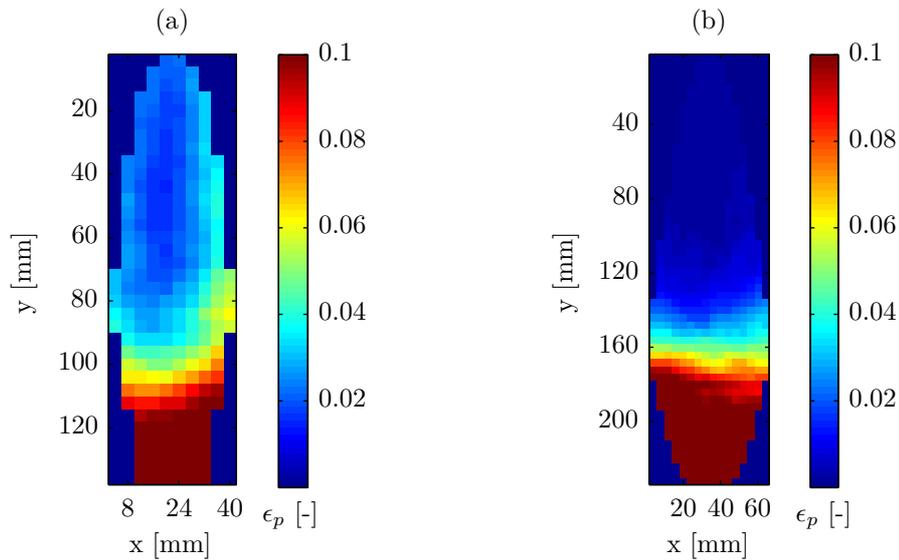


**Abbildung 5.10:** Grenzverläufe der Sprühzone bei variiertem Fluidisationsgeschwindigkeit bei  $M_d = 1,8$  kg/h für (a)  $h_d = 320$  mm und (b)  $h_d = 420$  mm; Die dargestellten Achsen sind nicht im gleichen Maßstab; Symmetrieachse bei  $x = 150$  mm

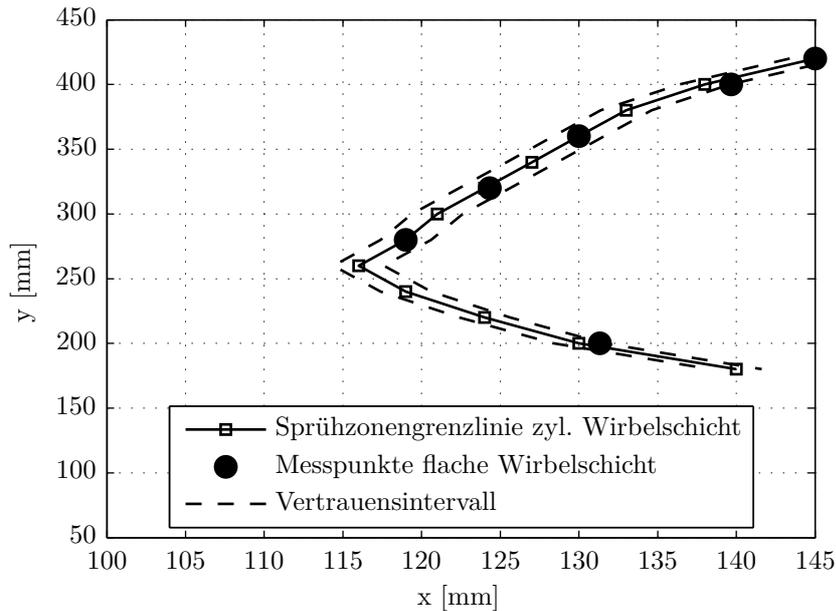
## 5 Kompartimentierung der Wirbelschicht in Sprüh- und Trocknungszone



**Abbildung 5.11:** Grenzverläufe der Sprühzone bei variiert Fluidisationsgeschwindigkeit bei  $M_d = 3,6$  kg/h für (a)  $h_d = 320$  mm und (b)  $h_d = 420$  mm; Die dargestellten Achsen sind nicht im gleichen Maßstab; Symmetrieachse bei  $x = 150$  mm



**Abbildung 5.12:** Massenverteilung der Partikel innerhalb der Sprühzonengrenzen für (a)  $h_d = 320$  mm und (b)  $h_d = 420$  mm bei  $u = 3 \cdot u_{mf}$  und  $M_d = 3,6$  kg/h; Diagramme besitzen unterschiedliche Achsenlängen



**Abbildung 5.13:** Vergleich der gemessenen Sprühzonen in der flachen und zylindrischen Wirbelschicht für Düsenhöhe  $h_d = 420$  mm, Partikelfluidisation  $u = 3 \cdot u_{mf}$  und  $M_d = 3,6$  kg/h; für  $u = 2 \cdot u_{mf}$  im Anhang A.9

angewandt werden. Über die Bildauswertungen PIV und DIA innerhalb der flachen Wirbelschicht können Partikelgeschwindigkeiten und Partikelvolumenfraktionen orts aufgelöst für den gesamten Prozessraum bestimmt werden. Eine direkte Übernahme der gemessenen Grenzlinien aus der zylindrischen Wirbelschicht in die Messauswertungen der flachen Wirbelschichtanlage kann a priori nicht vorgenommen werden. Die Vermutung liegt nahe, dass durch die nahestehenden Apparatewände in der flachen Wirbelschicht der Sprühstrahl breit gedrückt und in seiner Form beeinflusst wird. Zur Überprüfung der Übertragbarkeit der Sprühzonengrenzlinien, wurde die Zweistoffdüse in die flache Wirbelschicht eingebaut. Unter identischen Bedingungen ( $h_d = 420$  mm,  $M_d = 3,6$  kg/h und  $u = 3 \cdot u_{mf}$ ) wurde Wasser in die Schicht eingedüst. Über ausgewählte Messstellen im Rand der Anlage wurde die Leitfähigkeitssonde eingebracht und die Sprühzone gemessen. Die Abbildung 5.13 zeigt den Vergleich zwischen der Sprühzonenvermessung in der zylindrischen Wirbelschicht und den Messpunkten in der flachen Anlage. Zur Bestätigung wurde die Messung bei einer niedrigeren Fluidisationsgeschwindigkeit wiederholt, dargestellt in Abbildung A.9 im Anhang. Zwischen beiden Anlagentypen konnte in beiden Messungen eine gute Übereinstimmung gefunden werden. Diese Übereinstimmung lässt es zu, dass die in der zylindrischen Wirbelschicht akquirierten Grenzlinien direkt auf die flache Anlage übertragbar sind.

In diesem Zusammenhang der Übertragbarkeit der Messergebnisse muss die Messgenauigkeit der Leitfähigkeitssonde sichergestellt sein. In drei voneinander unabhängigen Versuchen wurde die Grenzlinie wiederholt gemessen. Es konnte eine Genauigkeit von  $\pm 2,7$  mm in der Tiefenkoordinate nachgewiesen werden. Das resultierende Vertrauensintervall der Zonengrenzlinienmessung ist ebenfalls in Abbildung 5.13 eingezeichnet. Diese geringe Abweichung in der Tiefenkoordinate bestätigt die Art der Messungen, unterliegt doch, insbesondere der äußere Rand der Sprühzone, einer gewissen zeitlichen Variabilität. Aufgrund der Interaktion des Sprühstrahls mit der im Gegenstrom strömenden Fluidisationsluft kommt es zu lateralen Sprühstrahlschwankungen, so dass vor allem am äußeren Rand nicht permanent Flüssigkeitstropfen existent sind.

Vergleicht man die erhaltenen Sprühzonengrenzlinien mit vorherigen Untersuchungen von Turchili u. a. [138] oder Maronga u. Wnukowski [99], so können entscheidende Unterschiede festgestellt werden. Aus den hier durchgeführten Versuchen kann anhand des eindeutigen Kriteriums der aktiven Flüssigkeitstropfen eine Bilanzlinie zwischen zwei Kompartimenten beschrieben werden. Temperatur- und Luftfeuchtemessungen ergeben neben einem Kernbereich einen Übergangsbereich. Dieser Übergangsbereich ist stark abhängig von verschiedenen Prozessparametern wie Luftertrittstemperatur oder Fluidisationsgeschwindigkeit. Dadurch kann eine Sprühzonengrenze nicht eindeutig definiert werden. Entsprechend sind Formparameter der Sprühzone schwer zu entnehmen. Die Form der hier gemessenen Sprühzone gleicht am meisten den Ergebnissen von Fries [48]. Unterschiede sind vor allem in den Längenmaßen, sowie bei den Abhängigkeiten zu den verschiedenen Prozessparametern zu finden.

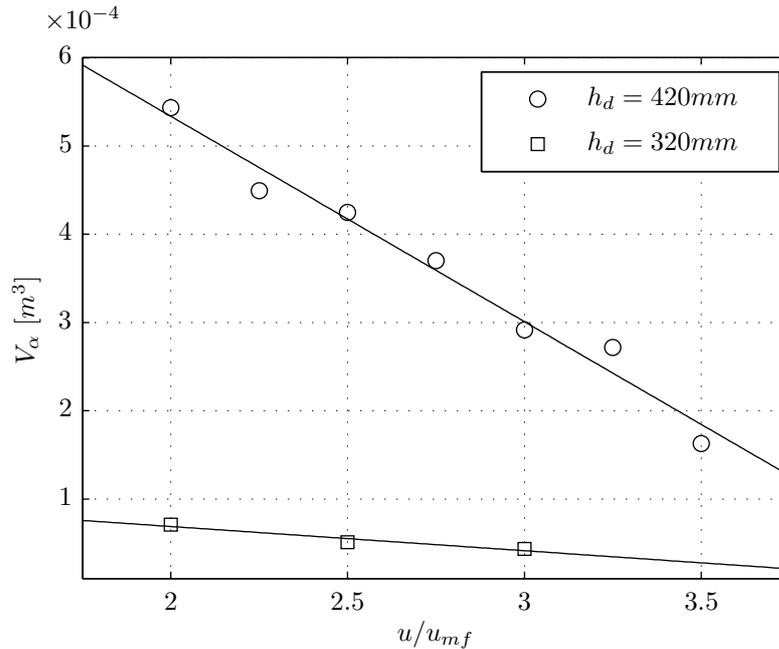
Neben den zuvor ausführlich präsentierten Grenzkurvenverläufen kann die Ausbreitung der Sprühzone über das Volumen beschrieben werden. Dieses ergibt sich über die Rotation der Grenzkurvenfunktion als Volumenintegral von  $f_\alpha$  um die Symmetrieachse bei  $x = 150$  mm mit

$$V_\alpha = \pi \int_{h_\alpha}^{h_d} f_\alpha^2(y) dy. \quad (5.3)$$

Für die vermessenen Sprühzonengrenzkurven sind die berechneten Volumina bei variierten Fluidisationsgeschwindigkeiten von  $u = 2$  zu  $3,5 \cdot u_{mf}$  mit dem Düsenluftmassenstrom  $M_d = 3,6$  kg/h in Abbildung 5.14 dargestellt. In den Ergebnissen der Düsenhöhe  $h_d = 420$  mm ist bei einer Erhöhung der Fluidisationsgeschwindigkeit eine Verringerung des Sprühzonenvolumens um 70% zu verzeichnen. Für die um 100 mm niedriger positionierte Düse ergibt sich ein um Faktor 7,6 verringertes Sprühzonenvolumen. Die Abhängigkeit zwischen dem Volumen und der Fluidisationsgeschwindigkeit kann nahezu linear beschrieben werden. Bei der Volumenreduktion ist die Verkürzung der Sprühstrahlänge  $l_\alpha$  fast ausschließlich das sich ändernde Beschreibungsmerkmal der Sprühzone. Eine stärker expandierte Partikelschicht mit höheren Partikelgeschwindigkeiten im Bett transportiert die Partikel näher an die Düse heran. Dadurch können Flüssigkeitstropfen früher erfolgreich mit Partikeln kollidieren. Wird der Düsenluftmassenstrom reduziert, so verringert sich der Einfluss der Düsenströmung und somit der Transport der Flüssigkeitstropfen in das Partikelbett. Neben der Sprühstrahlänge ändert sich auch der Sprühwinkel. Das hat zur Folge, dass das Volumen von zwei veränderlichen Eigenschaften abhängt und nicht mehr linear beschrieben werden kann. Die Abbildungen C.1 und C.2 im Anhang zeigen die Abhängigkeiten der Volumina bei  $M_d = 2,7$  kg/h und  $M_d = 1,8$  kg/h.

### 5.1.5 Befeuchtungsmechanismen

Aus den beschriebenen Sprühzonengrenzverläufen, sowie aus den Partikelverteilungen und den Strömungsbedingungen innerhalb der Sprühzone lassen sich unterschiedliche Mechanismen der Partikelbefeuchtung ableiten. Partikel, welche sich oberhalb des Expansionsknicks über den sekundären Zirkulationskreislauf in die Sprühzone hineinbewegen, durchqueren diese meist vereinzelt in sehr dünn besetzten Strömungen. Es findet ein intensiver Kontakt zwischen den Partikeln und den verdüsten Tropfen statt. Hinzu kommen große Relativgeschwindigkeiten zwischen Tropfen und Partikeln. Partikel in diesem Bereich der Sprühzone werden in der Regel nahezu vollständig befeuchtet. Die Oberflächenbefeuchtung der Partikel wird dadurch intensiviert, dass Partikel beim Eintreten in die Zone aufgrund der Scherströmung des Düsenstrahls in Rotation versetzt werden. Damit ist die befeuchtete Partikeloberfläche nahezu komplett aktiv. Bei Par-



**Abbildung 5.14:** Sprühzonenvolumen in Abhängigkeit der Fluidisationsgeschwindigkeit für  $h_d = 420\text{ mm}$  und  $h_d = 320\text{ mm}$  bei  $M_d = 3,6\text{ kg/h}$

tikelkollisionen können andere Partikel an diese aktivierten Oberflächen effektiv und erfolgreich agglomerieren.

Treten Partikel unterhalb des Expansionsknicks in die Sprühzone ein, so bewegen sich diese oftmals in sehr dichten Partikelclustern. Das hat zur Folge, dass die Partikel unilateral ausgerichtet, teilweise verdeckt durch andere Partikel oder vollständig im Partikelstrom verborgen sind. Dadurch kommt es zu einem eingeschränkten Flüssigkeitskontakt. Die Partikelbefeuchtung ist folglich deutlich selektiver und unvollständiger. Die Befeuchtungsmechanismen haben einen entscheidenden Einfluss auf das Wachstumsverhalten der Partikel. Vollständig befeuchtete Partikel besitzen aufgrund größerer aktivierter Kontaktflächen die Fähigkeit, erfolgreicher zu agglomerieren oder ein Schichtwachstum aufzubauen als vergleichsweise nur partiell befeuchtete Partikel.

Die Unterscheidung zwischen den beiden Befeuchtungsmechanismen geht aus der Betrachtung der Partikelzirkulationsbewegungen hervor. Die Abbildung 5.1 zeigt Partikelzirkulationsbewegungen gemittelt über den gesamten Messzeitraum. Partikel, die sich im unteren Zirkulationskreislauf '1' bewegen, können in den unteren Teil der Sprühzone eintreten. Partikel des sekundären Zirkulationskreises '2' werden durch das Druckgefälle von oben in die Sprühzone hineingesogen und durchqueren die Sprühzone vollständig. Die Massenverhältnisse des Partikeleintritts in die Sprühzone zwischen den beiden Zirkulationskreisläufen werden über die mittlere Partikelvolumenfraktion bestimmt. Für die beiden dargestellten Düsenhöhen in Abbildung 5.12 bewegen sich bei  $h_d = 320\text{ mm}$  27,6 % und für  $h_d = 420\text{ mm}$  13,8 % der Partikelmasse oberhalb des Expansionsknicks in die Sprühzone hinein. Umso mehr Partikel oberhalb in die Sprühzone eintreten, desto intensiver ist die Partikeloberflächenbefeuchtung mit verbessertem Kontakt zwischen Tropfen und Partikeln.

## 5.2 Partikelverweilzeiten im Zwei-Kompartimentansatz

Neben der räumlichen Ausdehnung der verschiedenen Zonen ist die Partikelverweilzeit ein kennzeichnender und systemcharakteristischer Parameter in der Kompartimentunterteilung des Granulationsprozesses. Die Partikelverweilzeit ist hierbei die Aufenthaltszeit des Feststoffes in einem abgeschlossenen Volumen/ Kompartiment. Für das Kompartiment, welches als Sprühzone identifiziert wurde, lassen sich Informationen zu Kontaktzeiten zwischen Partikeln und Flüssigkeitstropfen ableiten. Für die Trocknungszone kann eine Aufenthaltszeit ermittelt werden, in welcher die Partikel, Beschichtungen beziehungsweise interpartikuläre Strukturen trocknen und sich verfestigen. Verwendet wird die Partikelverweilzeit in den ersten Betrachtungen als eine integrale Größe, die sich aus der mittleren Partikelmasse  $m$  bezogen auf den mittleren, zonendurchquerenden Partikelmassenstrom  $M$  ergibt. Entsprechend resultiert die Partikelverweilzeit für die Sprühzone mit

$$\tau_\alpha = \frac{m_\alpha}{M_\alpha} = \frac{\alpha m_{bed}}{M_\alpha}. \quad (5.4)$$

Die Feststoffmasse  $m_\alpha$  in der Sprühzone ergibt sich aus der Aufsummierung der örtlichen Partikelvolumenfraktionen innerhalb des Sprühzonenvolumens

$$m_\alpha = \rho_p \int_{V_\alpha} \epsilon_p dV_\alpha. \quad (5.5)$$

Der zonendurchquerende Partikelmassenstrom  $M_\alpha$  ergibt sich aus den Partikelmassenströmen in Normalenrichtung auf der Sprühzonenmantelfläche

$$M_\alpha = \int_{\partial V_\alpha} \langle M_o n \rangle ds = 0 \quad (5.6)$$

Hierbei ist  $n$  der Normalenvektor, der senkrecht auf der Sprühzonenoberfläche steht und nach außen gerichtet ist,  $M_o$  der Partikelmassenstrom auf der Sprühzonenmantelfläche und  $\partial V_\alpha$  beschreibt die Mantelfläche um das Sprühzonenvolumen. Das Integral des bilanzierten Sprühzonenvolumens ist aufgrund der Massenerhaltung null. Der sprühzonendurchquerende Partikelmassenstrom ergibt sich wahlweise aus dem sprühzoneneintretenden ( $M_{\alpha,in}$  mit  $\langle v_o, n \rangle < 0$ ) oder sprühzonenaustretenden Partikelmassenstrom ( $M_{\alpha,out}$  mit  $\langle v_o, n \rangle > 0$ ). Werden in der Gesamtbetrachtung des Granulationsprozesses nur zwei Kompartiments berücksichtigt, so gilt für die Zonenunterteilung die vereinfachte Bedingung, dass der austretende Massenstrom der Zone 1 gleich dem eintretenden Strom der Zone 2 ist. Somit lässt sich in der Zwei-Kompartimentbetrachtung die Partikelverweilzeit in der Trocknungszone als eine von der Sprühzone abhängige Größe definieren

$$\tau_{1-\alpha} = \frac{m_{1-\alpha}}{M_{1-\alpha}} = \tau_\alpha \left( \frac{1}{\alpha} - 1 \right). \quad (5.7)$$

Die Kompartimentunterteilung lässt sich erfolgreich auf die populationsdynamische Modellierung des Granulationsprozesses anwenden [16, 65, 87]. In dem Bilanzmodell ist die Partikelverweilzeit ein entscheidender Parameter zur transienten Beschreibung der ein- und austretenden Partikelanzahldichte  $n$ . Für die Sprühzone ergibt sich eine solche Populationsbilanz mit

$$\frac{\partial n_\alpha}{\partial t} = -\frac{\partial(Gn_\alpha)}{\partial d_p} - \frac{n_\alpha}{\tau_\alpha} + \frac{n_{1-\alpha}}{\tau_{1-\alpha}}. \quad (5.8)$$

In dem Wachstumsterm  $\partial(Gn_\alpha)/\partial d_p$  ist  $G$  die Wachstumsrate, welche zum Beispiel als partikelgrößenunabhängiges Wachstum nach Heinrich u. a. [61] definiert werden kann. Die Ableitung von  $G$  erfolgt über interne Koordinaten, wie im Beispiel die Partikelgröße  $d_p$ . Entsprechend der Gleichung (5.8) kann für die Trocknungszone eine separate Populationsbilanz aufgestellt werden

$$\frac{\partial n_{1-\alpha}}{\partial t} = \frac{n_\alpha}{\tau_\alpha} + \frac{n_{1-\alpha}}{\tau_{1-\alpha}}. \quad (5.9)$$

In der Lösung des Populationsbilanzmodells ist  $\alpha$  eine zonenabhängige Größe. Dabei kann  $\alpha$  als unveränderliches Massenverhältnis, siehe Gleichung (5.1), definiert sein. Das setzt voraus, dass sich die Zustände in der Schicht nicht verändern, wie zum Beispiel bei einer konstanten Schichtmasse oder Schichthöhe. Da in der absatzweisen Granulation durch den Eindüsungprozess die Schichtmasse steigt, erhöht sich auch die Partikelmasse in der Sprühzone. Für diesen Fall können veränderliche Bedingungen in der Partikelschicht definiert werden. Dabei ist  $\alpha$  vom Wachstum der Partikel und der Zunahme der Schichtmasse abhängig. In Gleichung (5.5) kann die Schichtmasse  $m_{bed}$  eine zeitabhängige Größe mit

$$\frac{dm_{bed}}{dt} = M_{growth} \quad (5.10)$$

sein. Neben dem Einsatz der Partikelverweilzeit als Parameter in Populationsbilanzen kann diese auch als Auslegungshilfe für den Granulationsprozess dienen. Es können Trocknungszeiten für den Prozess bestimmt werden, mit denen sich Apparategröße, Schichtmasse oder hydrodynamische Prozesszustände ableiten lassen.

### 5.2.1 Partikelverweilzeiten in der flachen Wirbelschichtanlage

Unter der Anwendung der Messmethoden PIV und DIA werden im Folgenden Partikelverweilzeiten für die in Abschnitt 5.1.3 bestimmten Zonengrenzen der Top-Spray Wirbelschicht ermittelt. Die Kopplung beider Messmethoden ermöglicht die Bestimmung von Partikelmassen innerhalb der Zonengrenzen sowie Partikelmassenströme auf den Zonengrenzlinien. Die dabei ermittelten Partikelverweilzeiten gelten vorerst für die flache Wirbelschichtbauform.

Die für die Partikelverweilzeit benötigte Masse in der Sprühzone, entsprechend Gleichung (5.5), resultiert aus den Partikelvolumenfraktionen innerhalb der Zonengrenze. Die Partikelvolumenfraktion  $\epsilon_p(x, y, t)$  liegt als ebene Information aus den DIA-Messungen vor. Über die Tiefe der Anlage wird bei sehr flachen Geometrien eine konstante Partikelvolumenfraktion mit  $\epsilon_p(z) = \text{konst.}$  angenommen. Demnach ergibt sich die Partikelmasse aus den zeitlich gemittelten Partikelvolumenfraktionswerten

$$m_\alpha = \rho_p z_\alpha \int_{A_\alpha} \bar{\epsilon}_p(x, y) dA_\alpha. \quad (5.11)$$

mit

$$\bar{\epsilon}_p = \frac{1}{N} \sum_i^N \epsilon_p(x, y, t) \quad (5.12)$$

Das Sprühzonenvolumen in der flachen Wirbelschicht wird über die Grenzfunktionen  $f_\alpha$  ermittelt. Dabei ist das Sprühzonenvolumen nicht rotationssymmetrisch, sondern aufgrund der

## 5 Kompartimentierung der Wirbelschicht in Sprüh- und Trocknungszone

flachen, rechteckigen Bauform der Wirbelschicht, die in die Anlagentiefe  $z_a$  verlängerte Querschnittsfläche  $A_\alpha$  der Sprühzone. Das Sprühzonenvolumen ergibt sich aus dem Flächenintegral zwischen der linken und rechten Zonengrenzlinie und der Anlagentiefe mit

$$V_\alpha = 2z_a \int_{h_\alpha}^{h_d} f_\alpha(y) dy. \quad (5.13)$$

Der Partikelmassenstrom  $M_\alpha$ , der die Sprühzone durchquert, kann über den zoneneintretenden oder wahlweise über den zonenaustretenden Partikelfluss bestimmt werden. Für den quasi zweidimensionalen Betrachtungsfall der flachen Wirbelschicht ergibt sich der Partikelmassenstrom

$$M_\alpha = \int_{h_\alpha}^{h_d} \langle \overline{M_o}(x, y)n \rangle dy \quad (5.14)$$

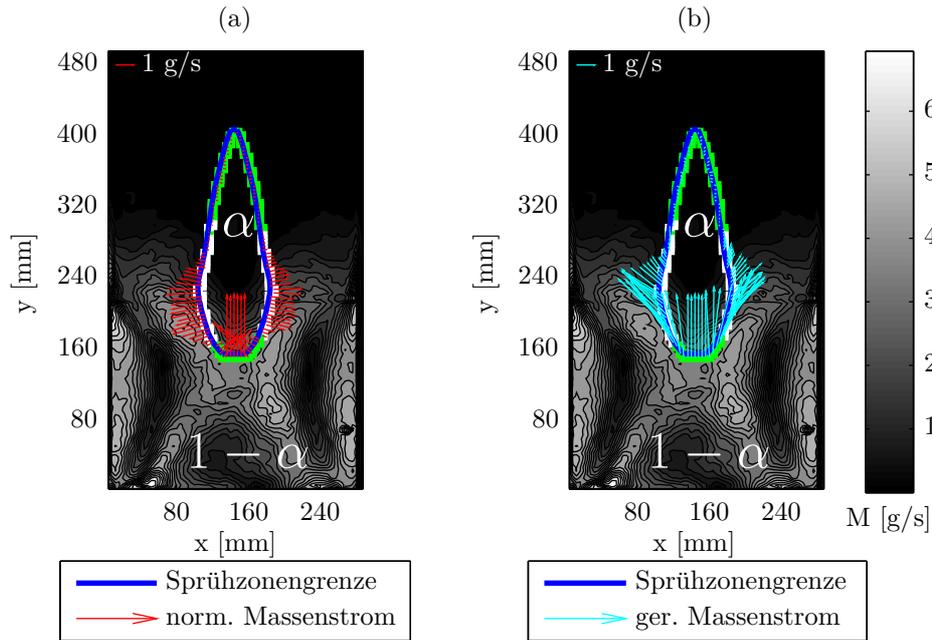
aus der zeitlichen Mittelung der dichtekorrigierten Partikelgeschwindigkeit mit

$$\overline{M} = \rho_p z_a \frac{1}{N} \sum_i^N \epsilon_p(x, y, t) v(x, y, t). \quad (5.15)$$

$\overline{M}$  ist das zeitlich gemittelte Partikelmassenstromvektorfeld,  $\overline{M_o}$  der zeitlich gemittelte Partikelmassenstrom auf der Sprühzonengrenzfunktion  $f_\alpha(y)$  und  $N$  ist die Anzahl der Messwerte einer Messreihe. In der nachfolgenden Auswertung werden die zoneneintretenden Massenströme  $M_{\alpha, in}$  mit der Bedingung  $\langle \overline{M_o}n \rangle < 0$  zur Bilanzierung verwendet.

Aus den Auswertungen resultiert die Partikelverweilzeit als integrale Größe der Sprüh- und Trocknungszone gemäß Gleichung (5.4) und (5.7). Im Folgenden wird auf die Abhängigkeiten der Partikelverweilzeiten bei veränderlichen Prozessbedingungen in der Wirbelschicht eingegangen. Die Abbildung 5.15 zeigt anhand eines Konturplots die entsprechende Auswertung der bildbasierten Messungen. In der Abbildung wurden die Sprühzone  $\alpha$  und die Trocknungszone  $(1 - \alpha)$  identifiziert. Neben den Sprühzonengrenzlinien sind auf der Grenzlinie die Partikelmassenstromvektoren in Normalenrichtung und in Strömungsrichtung tangential auf den Zonengrenzlinien eingezeichnet.

In der Partikelverweilzeitanalyse wurde die Fluidisationsgeschwindigkeit als erste, hydrodynamische Eigenschaft von  $u = 2$  bis  $3,5 \cdot u_{mf}$  variiert. Mit steigender Fluidisationsgeschwindigkeit werden mehrere Parameter mit Auswirkung auf die Partikelverweilzeit beeinflusst. So vermindert sich das Sprühzonenvolumen. Gleichzeitig verändern sich Partikelmassen und der Partikelmassentransport innerhalb der Sprühzone. Mit erhöhter Partikelfluidisation steigt die Mobilität der gesamten Partikelschicht an. Im Gesamten ändert sich der Massenaustausch zwischen der Sprüh- und der Trocknungszone. Alle Einflüsse zusammen bewirken, dass sich die Partikelverweilzeit in der Sprühzone verringert. Die Abbildung 5.16 verdeutlicht den resultierenden Partikelverweilzeitverlauf für die Sprüh- und Trocknungszone für die Düsenhöhe  $h_d = 420$  mm und den Düsenluftmassenstrom von  $M_d = 3,6$  kg/h. Folglich kann in den Ergebnissen gezeigt werden, dass sich nicht nur die Zeitdauer für den Partikel-Flüssigkeitskontakt in der Sprühzone verkürzt, sondern ebenso die Zeitspanne für die Trocknung von geschaffenen Koaleszenz- oder Oberflächenstrukturen. Das Zirkulationsverhalten wird beschleunigt und Partikel durchlaufen die Befeuchtungs- und Trocknungsphase häufiger in gleicher Prozesszeit. Neben der verkürzten Partikelverweilzeit wirkt aufgrund der gestiegenen Fluidisationsgeschwindigkeit ein erhöhter Wärme- und Stoffübergang. Die verbesserten Übergangsprozesse relativieren die verkürzten



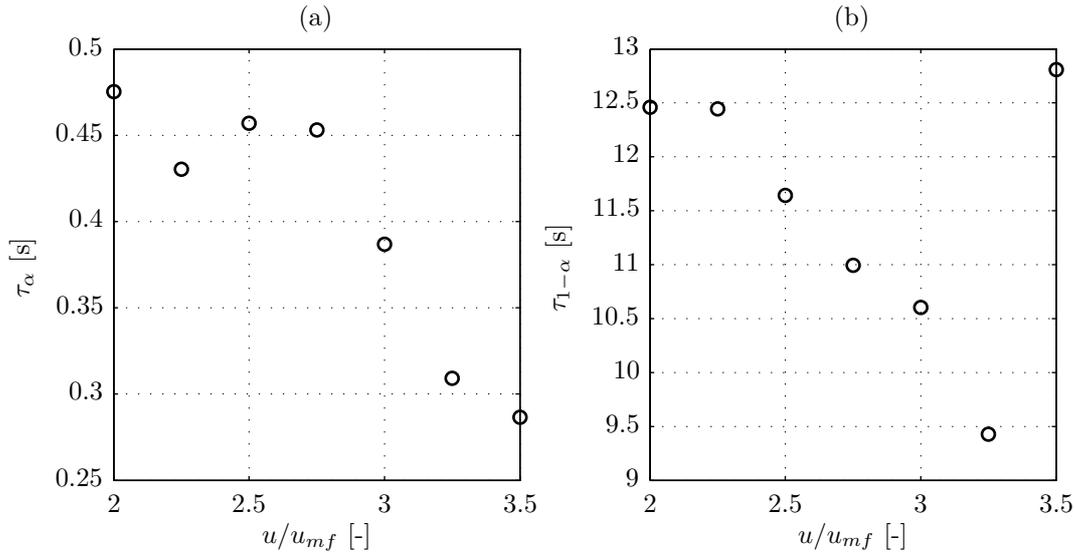
**Abbildung 5.15:** Zwei-Kompartimentaufteilung der Wirbelschicht Top-Spray Konfiguration dargestellt im Partikelmassenstromkonturplot der flachen Wirbelschichtanlage; Aufteilung der Zonengrenze in eintretende (grün) und austretende (weiß) Massenströme, sowie mit den in (a) in Normalenrichtung zur Zonengrenzlinie und (b) in Strömungsrichtung tangential zur Zonengrenzlinie eingezeichneten Massenstromvektoren auf den Zonengrenzen bei einer Fluidisationsgeschwindigkeit von  $u = 2 \cdot u_{mf}$ , einem Düsenmassenstrom von  $M_d = 3,6 \text{ kg/h}$  und einer Düsenhöhe von  $h_d = 420 \text{ mm}$

Partikelverweilzeiten. Die Änderungen des Wärme- und Stoffübergangs müssen bei der Betrachtung notwendiger Trocknungszeiten berücksichtigt werden. Für den Fall des Stoffübergangs kann über die Stoffbilanz gezeigt werden, wie die Erhöhung der Fluidisationsgeschwindigkeit zu einem erhöhten Flüssigkeitsverdampfungsstrom mit

$$M_{fl} = \eta \rho_g A_{bed} u (Y_{sat} - Y_{in}) \quad (5.16)$$

führt. Der Wirkungsgrad  $\eta$  als Funktion der NTU-Zahl sinkt zwar bei einer Erhöhung der Fluidisationsgeschwindigkeit, kompensiert aber nicht den linearen Anstieg der Gasgeschwindigkeit in der Stoffbilanz.

Die intensivierete Mobilität der Partikel bei erhöhter Fluidisationsgeschwindigkeit zeigt sich für die betrachtete Systemkonfiguration im mittleren Partikelgeschwindigkeitsbetrag, der von  $0,24 \text{ m/s}$  bei  $u = 2 \cdot u_{mf}$  auf  $0,3 \text{ m/s}$  bei  $u = 3,5 \cdot u_{mf}$  steigt. Das führt zu einem höheren Massentransport in den Zirkulationsbewegungen. Dieser Zusammenhang lässt sich mit den in Strömungsrichtung eingezeichneten Massenstromvektoren in Abbildung 5.15 (b) beweisen. Für den dargestellten Untersuchungsfall bei  $u = 2 \cdot u_{mf}$  bewegen sich  $40 \text{ g/s}$  in die Sprühzone hinein. Bei  $u = 3,5 \cdot u_{mf}$  steigt der eintretende Massentransport auf  $52 \text{ g/s}$ . Dabei muss der Ort des Partikeleintritts zwischen Stellen ober- und unterhalb des Expansionsknicks unterschieden werden. Die Aufteilung der Massenströme zwischen beiden Eintrittsgebieten liegt bei  $5 \text{ g/s}$  von oberhalb und  $35 \text{ g/s}$  von unterhalb des Expansionsknicks kommend bei  $u = 2 \cdot u_{mf}$ . Bei einer Fluidisationsgeschwindigkeit von  $u = 3,5 \cdot u_{mf}$  verschieben sich die Werte zu Gunsten des

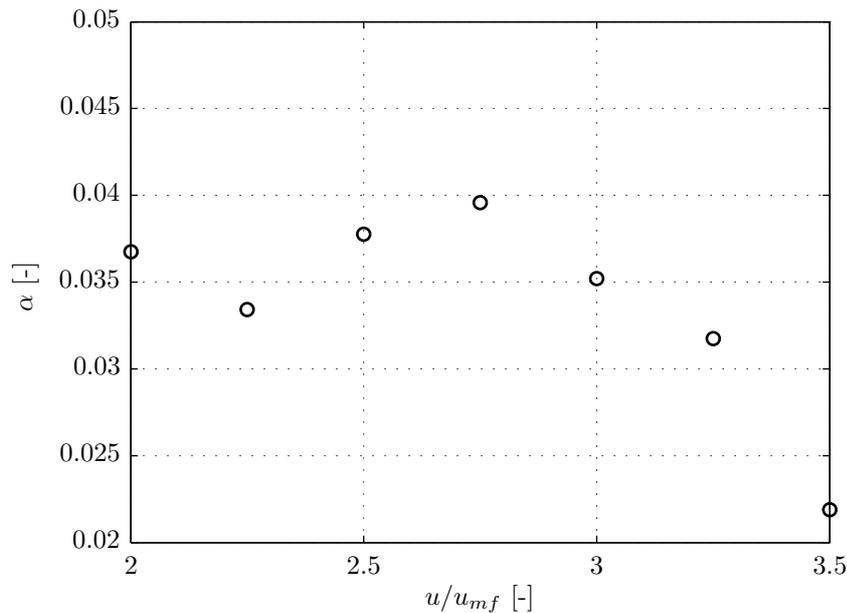


**Abbildung 5.16:** Einfluss der Fluidisationsgeschwindigkeit auf die Partikelverweilzeit in der (a) Sprühzone und in der (b) Trocknungszone; bei  $h_d = 420$  mm und  $M_d = 3,6$  kg/h in der flachen Wirbelschicht

Partikeltransports oberhalb des Expansionsknicks mit 16 g/s zu 36 g/s von unten kommend. Dabei lässt sich zeigen, dass Partikel, die im unteren Teil der Sprühzone eintreten, teilweise die Zone nur tangieren beziehungsweise auf kurzem Weg durchqueren. Partikel, die oberhalb des Expansionsknicks eintreten, passieren die Sprühzone nahezu in voller Länge. Dies bestätigen die Erklärungen in Abschnitt 5.1.5.

Entgegen der gesunkenen Partikelverweilzeit bei erhöhter Fluidisation unterliegt der Massenanteil  $\alpha$  kaum einer Änderung, dargestellt in Abbildung 5.17. Das liegt an dem hohen Düsenluftmassenstrom mit  $M_d = 3,6$  kg/h, der mit hohem Impuls in entgegengesetzter Richtung zum Fluidisationsstrom eine stabile Sprühzone aufbaut. Im Verhältnis zur gesamten Schichtmasse ist der Massenanteil in der Sprühzone gering. In der flachen Wirbelschicht wurde dieser mit weniger als 4% bestimmt, was einer Partikelmasse von 18 g entspricht. Entsprechend der Gleichung (5.4) lässt sich zeigen, dass, wenn der Massentransport in die Sprühzone hinein steigt und die Partikelmasse in der Sprühzone jedoch konstant bleibt, die Partikelverweilzeit sinken muss.

Neben der Fluidisationsgeschwindigkeit beeinflusst der Düsenluftmassenstrom, sowie die Position der Düse in der Wirbelschicht das Partikelverweilzeitverhalten. Die Abbildung 5.18 und im Anhang die Abbildung C.5 zeigen im Vergleich zur Abbildung 5.16 die Auswirkungen einer Reduktion des Düsenluftmassenstroms und einer erniedrigten Position der Düse in der Wirbelschicht mit  $h_d = 320$  mm. Der Düsenluftmassenstrom besitzt im Verhältnis zur Fluidisationsgeschwindigkeit einen deutlich größeren Einfluss auf das Partikelverweilzeitverhalten in der Sprühzone. Je größer der Düsenluftmassenstrom, desto höher die resultierenden Gasgeschwindigkeiten in der Sprühzone und umso stabiler die ausgeprägte Form innerhalb der Schicht. Die Partikel werden aufgrund höherer Widerstandskräfte stärker beschleunigt. Dies führt zu höheren Partikelgeschwindigkeiten mit geringeren Aufenthaltszeiten in der Sprühzone. Die maximale Partikelgeschwindigkeit steigt für  $u = 3 \cdot u_{mf}$  von 1,2 m/s bei dem Düsenluftmassenstrom  $M_d = 1,8$  kg/h und  $h_d = 320$  mm auf 2 m/s bei  $M_d = 3,6$  kg/h,  $h_d = 420$  mm an. Die Relativgeschwindigkeiten zwischen Tropfen und Partikeln nehmen zu, wodurch sich Kollisionswahrscheinlichkeiten mit einem gleichzeitigen Befeuchtungsereignis erhöhen. Jedoch muss erwähnt werden, dass bei höheren Partikelgeschwindigkeiten innerhalb der Scherströmung die auf die Partikel wirkenden Fluidkräfte ansteigen. Insbesondere bei der Agglomeration können interpartikuläre Bindungen schneller brechen mit negativem Einfluss auf den Wachstumsprozess und die resultierende Parti-



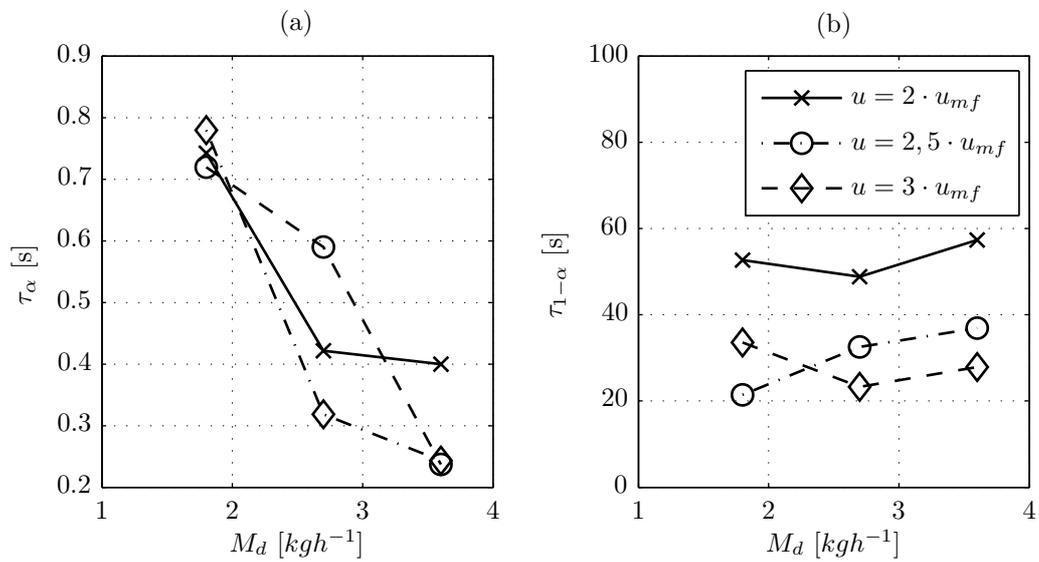
**Abbildung 5.17:** Massenanteil  $\alpha$  in der Sprühzone; bei  $h_d = 420$  mm und  $M_d = 3,6$  kg/h in der flachen Wirbelschicht

kelgrößenverteilung. Bei niedrigen Düsenluftmassenströmen verbreitert sich die Sprühzone. Partikel bewegen sich langsamer innerhalb der Sprühzone und halten sich folglich länger darin auf. Der Impuls des Düsenstrahls reicht jedoch nicht mehr aus, um eine stabile Zonenausprägung zu formen. Tropfen können örtlich verteilt innerhalb der Sprühzonengrenze vorliegen. Das lässt schlussfolgern, dass Kollisionshäufigkeiten zwischen Tropfen und Partikeln für unterschiedliche Düsenluftmassenströme nicht identisch sind. In den Ergebnissen der Abbildung 5.18 kann gezeigt werden, dass der Düsenluftmassenstrom fast ausschließlich das Partikelverweilzeitverhalten in der Sprühzone beeinflusst. Das Strömungsverhalten in der Trocknungszone bleibt, vor allem im unteren Teil der Schicht, nahezu unverändert und wird maßgeblich von der Intensität der Fluidisation bestimmt.

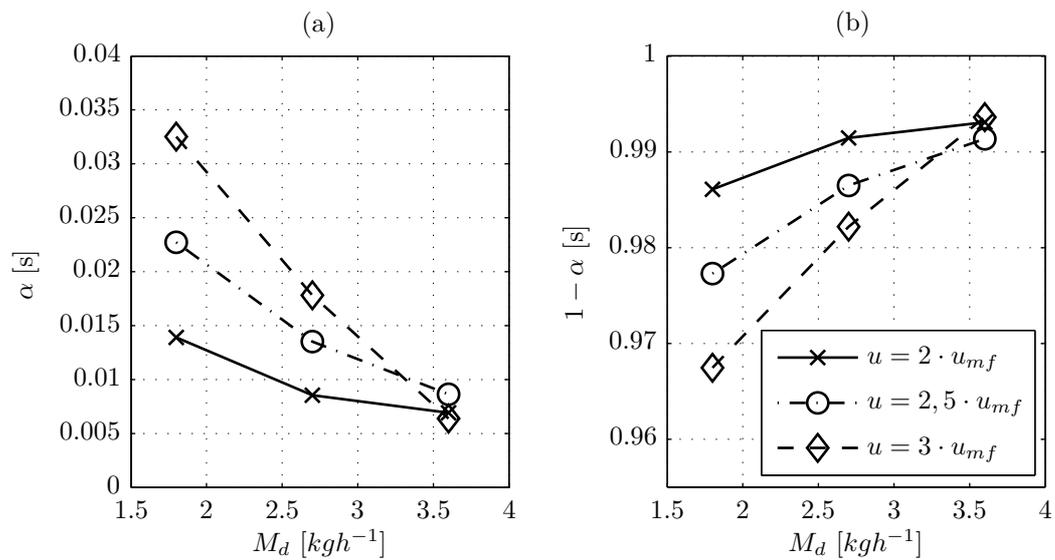
Für abgesenkte Düsenhöhen werden Partikelverweilzeiten betragsmäßig kleiner, was sich hauptsächlich über das Sprühzonenvolumen erklären lässt. Der Partikelweg durch die Sprühzone wird mit geringerer Ausdehnung der Zone entsprechend kürzer. Dadurch sinkt neben der Partikelverweilzeit auch die Kollisionshäufigkeit zwischen Partikeln und Tropfen. Unter der Annahme, dass die Partikelverweilzeit in direktem Zusammenhang mit der abgeschiedenen Menge an Tropfen auf dem Partikel steht, würde es kumulativ zu weniger erfolgreichen Oberflächenbefeuchtungen bei einmaligem Durchqueren kommen. Da aber der Sprühstrahl bei niedriger Düsenposition eine geringe Ausdehnung hat, ist die Tropfendichte in der Sprühzone deutlich höher. Entsprechend wäre die Annahme einer direkten Abhängigkeit zwischen dem Sprühzonenvolumen und der abgeschiedenen Bindermenge auf der Partikeloberfläche bei einer einmaligen Durchquerung nicht richtig.

Fasst man die Ergebnisse zu den Partikelverweilzeiten für Sprüh- und Trocknungszone zusammen, so führen höhere Luftströmungen zu schnelleren Umwälzvorgängen in der Wirbelschicht. Diese experimentellen Beobachtungen sind konform zu den Ergebnissen von Depypere u. a. [31], die das Zirkulationsverhalten des Top-Spray Prozesses mittels PEPT untersucht haben. Der Umwälzvorgang der Partikelschicht kann über die Zirkulationszeit  $\tau_{re}$  als Summe der einzelnen Kompartimentverweilzeiten bestimmt werden

5 Kompartimentierung der Wirbelschicht in Sprüh- und Trocknungszone



**Abbildung 5.18:** Partikelverweilzeit in der (a) Sprühzone und (b) Trocknungszone für die Düsenhöhe  $h_d = 320$  mm in der flachen Wirbelschicht



**Abbildung 5.19:** Massenanteil  $\alpha$  in der (a) Sprühzone und (b) Trocknungszone für die Düsenhöhe  $h_d = 320$  mm in der flachen Wirbelschicht

$$\tau_{re} = \tau_{\alpha} + \tau_{1-\alpha}. \quad (5.17)$$

Die Zirkulationszeit bestimmt die mittlere Zeit, in der Partikel einen vollständigen Befeuchtungs- und Trocknungsvorgang durchlaufen und wieder in die Sprühzone eintreten. Damit ist die Zirkulationszeit eine wichtige, zusammenfassende Kenngröße der Prozessparameter im Granulationsprozess. Insbesondere in der Top-Spray Wirbelschicht unterliegen die Partikelbewegungen einer eher stochastischen und intensiven Durchmischung wie in der klassischen Wirbelschicht. Es existieren keine geführten Partikelbewegungen wie zum Beispiel in einem Steigrohr einer Wurster-Granulation. Das Zirkulations- und Schichtverhalten sind somit stark blasendominiert. Betrachtet man den Prozess auf Einzelpartikelebene, so gibt es größere Unterschiede zwischen den einzelnen Zirkulationszeiten verschiedener Partikel. Die Folge ist das Auftreten einer Partikelverweilzeitverteilung. Die Gesamtzirkulationszeit wird maßgeblich durch die Partikelverweilzeit in der Trocknungszone bestimmt.

Ergänzend zu den Partikelverweilzeiten sind in der Abbildung 5.19 und im Anhang in der Abbildung C.6 die Abhängigkeiten des Massenanteils  $\alpha$  in der Sprühzone dargestellt. Wird der Düsenluftmassenstrom erhöht, verringert sich der Massenanteil  $\alpha$ . Partikel werden aufgrund der Strömungsbedingungen innerhalb der Sprühzone stärker dispergiert und bei höheren Partikelgeschwindigkeiten schneller ausgetragen. Entgegengesetzt verhält es sich bei Erhöhung der Fluidisationsgeschwindigkeit und der Düsenhöhe. Mit höheren Fluidisationsgeschwindigkeiten werden mit gesteigerter Schichtmobilität und expandierter Schichthöhe die Partikel innerhalb des Bettes verstärkt bewegt. Ist die Sprühzone aufgrund niedriger Düsenluftmassenströme nicht allzu stabil ausgebildet, so können mehr Partikel in die Sprühzone eintreten und länger verbleiben. Bei größerem Impuls/ Stabilität der Düsenströmung verringert sich der Partikeleintritt. Die Differenz der Massenanteile  $\alpha$  zwischen hohen und niedrigen Fluidisationsgeschwindigkeiten wird kleiner. Damit kann gezeigt werden, dass der erste Untersuchungsfall mit nahezu konstantem Massenteil in Abbildung 5.17 nur aufgrund der stabilen Sprühzone vorlag.

Mit vergrößerter Düsenhöhe steigt, abgesehen vom Sprühzonenvolumen, die verfügbare Austauschfläche zwischen Sprüh- und Trocknungszone an. Bei der Verschiebung der Düsenposition von  $h_d = 320$  mm auf  $h_d = 420$  mm verlängert sich die Sprühzonlänge  $l_{\alpha}$  um 100 mm und damit auch die Austauschfläche von 66,8 auf 109,6 cm<sup>2</sup> (flache Wirbelschicht mit  $z_a = 20$  mm). Beides - Austauschfläche und Volumen - bewirken, dass mehr Partikelmasse im Verhältnis zur Gesamtmasse in der Sprühzone enthalten ist.

Innerhalb der bildbasierten Messmethoden kommt es zu gewissen Messabweichungen, vertiefend dargelegt in Abschnitt 3.2. Diese Messabweichungen beeinflussen die Bilanzierung entlang der Zonengrenzen. Insbesondere Wandreibungseffekte, asymmetrisches Schichtverhalten oder Messfehler in der Auswertung verursachen Schwankungstoleranzen in der Berechnung von Partikelverweilzeiten. Hauptsächlich in der Bestimmung des Partikelmassenstroms durch die Sprühzone existiert eine Bilanzabweichung zwischen den ein- und austretenden Massenströmen mit  $M_{in,\alpha} - M_{out,\alpha} \neq 0$ . Die Bilanzabweichung ist abhängig von den Prozessbedingungen. Mit zunehmender Fluidisation sinkt die Bilanzabweichung und die Messgenauigkeit steigt, dargestellt in Abbildung C.9 im Anhang. Ebenso gibt es eine erhöhte Abweichung in der Partikelmassenbestimmung, insbesondere wenn niedrige Partikelvolumenfraktionen im oberen Teil der Wirbelschicht vorliegen. Abgesehen von diesen Messabweichungen können Partikelverweilzeitwerte, sowie Trends bei veränderten Schichtzuständen, abgeleitet werden. In dieser Art und Weise wurde eine Bestimmung dieser Prozessgrößen vorher nicht durchgeführt. Entsprechend konnte auf diesem Gebiet ein messtechnischer Fortschritt erreicht werden.

### 5.2.2 Transformation der Partikelverweilzeiten auf zylindrische Wirbelschichten

Die Partikelverweilzeiten, die im vorherigen Abschnitt für die flache Wirbelschicht bestimmt wurden, sind systemspezifisch für eine rechteckige Anlagengrundform. Ergebnisse dieser Untersuchungen sind nicht direkt übertragbar auf beliebige Anlagengeometrien. Grund ist die quasi zweidimensional ausgebildete Strömung mit räumlich eingeschränkten Austauschflächen zwischen den Zonen. Für den Anwendungsfall einer absatzweise betriebenen Wirbelschichtgranulation ist die Apparategrundfläche üblicherweise rund. Um für diese zylindrische Wirbelschichtbauform Aussagen zu Partikelverweilzeiten machen zu können, werden die Ergebnisse der flachen Wirbelschicht transformiert. In einer solchen Transformation werden die ebenen Informationen der Partikelvolumenfraktionen und der Partikelmassenströme in eine räumliche Ausbreitung umgerechnet. Nachfolgend wird die Transformation für eine zylindrische Wirbelschicht mit einem Apparatedurchmesser von  $d_a = 300$  mm dargelegt. Die Transformation basiert auf den Messwerten der Partikelmassenströme und der Partikelvolumenfraktionen. Dabei gilt die Annahme, dass die ebenen Messgrößen rotationssymmetrisch um die y-Achse bei  $x = 150$  mm sind.

Für die Berechnung der Partikelmasse innerhalb der rotationssymmetrischen Sprühzone wird die Partikelvolumenfraktion  $\bar{\epsilon}_p(x, y)$  begrenzt mit der Sprühzonengrenzfunktion  $f_\alpha$  entlang der y-Achse bei  $x = 150$  mm um  $360^\circ$  gedreht. Die Masseberechnung ergibt sich über das Volumenintegral in den Grenzen der Sprühzonen mit  $l_\alpha = h_d - h_\alpha$  und der Rotation der ebenen Partikelvolumenfraktionsverteilung  $\bar{\epsilon}_p(x, y)$  innerhalb der Sprühzonengrenzfunktion  $f_\alpha$

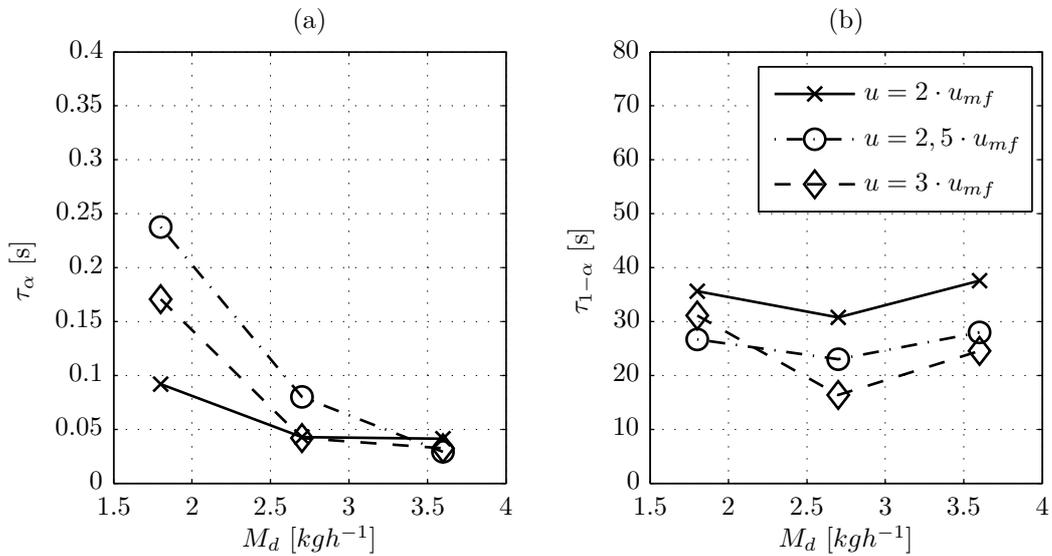
$$m_\alpha = 2\pi\rho_p \int_{h_\alpha}^{h_d} \int_0^{f_\alpha(y)} x \bar{\epsilon}_p(x, y) dx dy. \quad (5.18)$$

Anhand des Oberflächenintegrals wird der Massenaustausch über die Sprühzonenmantelfläche des Rotationskörpers entsprechend der Gleichung (5.6) gelöst. Die Partikelverweilzeit wird nach Gleichung (5.4) berechnet. Die Abbildung 5.20 und im Anhang die Abbildung C.7 veranschaulichen die transformierten Partikelverweilzeiten. Im Vergleich zur flachen Wirbelschicht sind die Partikelverweilzeiten betragsmäßig kleiner. Grund für die kleineren Partikelverweilzeiten in der Sprühzone ist ein gestiegenes Verhältnis  $\psi$  von Austauschfläche zu Sprühzonenvolumen

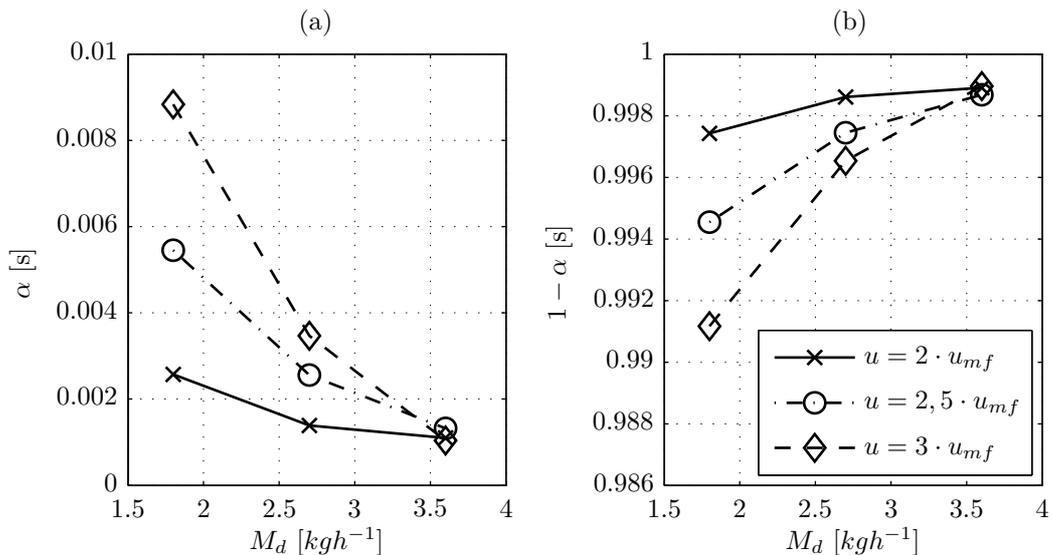
$$\psi = \frac{A_{o,\alpha}}{V_\alpha}. \quad (5.19)$$

Für das Beispiel  $h_d = 420$  mm,  $M_d = 3,6$  kg/h und  $u = 3 \cdot u_{mf}$  ändert sich  $\psi$  von  $68,5$   $\text{mm}^{-1}$  für die flache Wirbelschicht auf  $80,9$   $\text{mm}^{-1}$  für die zylindrische. Mit der vergrößerten Sprühzonenoberfläche bewegt sich mehr Partikelmasse durch die Zone hindurch. Dies begründet sich mit der dreidimensionalen Partikelströmung, in der Partikel von allen Richtungen kommend in die Sprühzone ein- und austreten können. In der Auswertung verschiedener hydrodynamischer Zustände in der Schicht lässt sich zeigen, dass mit steigendem Düsenluftmassenstrom und größerer Fluidisationsgeschwindigkeit das Verhältnis  $\psi$  ansteigt. Die Abbildung C.14 im Anhang verdeutlicht die Abhängigkeit von  $\psi$  bei unterschiedlichen Prozessparametern.

In Abbildung 5.21 und im Anhang in Abbildung C.8 ist der Massenanteil für Sprüh- und Trocknungszone dargestellt. Der Massenanteil  $\alpha$  in der Sprühzone ist deutlich unter 1 %, niedriger als in der flachen Wirbelschicht. Grund hierfür ist der niedrigere Sprühzonenvolumenanteil und die deutlich höhere Bettmasse.



**Abbildung 5.20:** Transformierte Partikelverweilzeit in der (a) Sprühzone und (b) Trocknungszone für die Düsenhöhe  $h_d = 320$  mm gültig für die zylindrischen Wirbelschicht



**Abbildung 5.21:** Transformierter Massenanteil  $\alpha$  in der (a) Sprühzone und (b) Trocknungszone für die Düsenhöhe  $h_d = 320$  mm gültig für die zylindrischen Wirbelschicht

### 5.3 Partikelverweilzeiten aus DEM-CFD Simulationen

In den experimentellen Auswertungen wurden ausschließlich mittlere Partikelverweilzeiten für gemessene Zonengeometrien bestimmt. Diese resultieren aus zeitlichen Mittelungen integraler Messmethoden ohne dabei auf Einzelpartikel einzugehen. In den Auswertungen konnte anhand der Strömungsfelder gezeigt werden, dass im Top-Spray Prozess der Partikelflug durch die identifizierte Sprühzone nicht gradlinig und gleichmäßig stattfindet, sondern blasendominiert mit verschiedenen Partikelquerungsrichtungen. Die unterschiedlichen und zeitlich variierenden Querungslängen der Partikel durch das Sprühzonenvolumen, sowie eine Bandbreite unterschiedlicher Partikelgeschwindigkeiten implizieren das Vorhandensein einer Partikelverweilzeitverteilung. Nicht nur der Ort der Querung ist somit eine variable Größe sondern auch die Aufenthaltszeit der Partikel innerhalb der Sprühzone. Damit hängen die Kontaktzeit und die Mischvorgänge der Partikel mit Flüssigkeitstropfen von zwei dynamisch verteilten Größen ab. Diese komplexen Strömungsmechanismen der Top-Spray Konfiguration stehen im Gegensatz zur Wurster-Granulation. Bei der Wurster-Granulation wird die örtliche Variabilität verschiedener Durchströmungsrichtungen der Partikel durch die Sprühzone mit der Zwangsführung eines internen Steigrohrs stark eingegrenzt. Ebenso ist die Partikelverteilungsdichte in Düsennähe weniger inhomogen und schafft gleichmäßige Bedingungen für die Befeuchtung. Partikelverweilzeitverteilungen resultieren maßgeblich durch abweichende Widerstandskräfte unterschiedlich großer Partikel [16].

Die Information über Partikelverweilzeiten in der Sprühzone ist ein entscheidender Einfluss für die Beschreibung der Partikelbefeuchtung im Granulationsprozess. Die Partikelverweilzeitverteilung steht in Verbindung mit der abgeschiedenen, variierenden Menge an Bindersubstanz auf der Partikeloberfläche. Somit kann die Partikelverweilzeitverteilung als eine mögliche Beschreibungsgröße für eine resultierende Partikelgrößenverteilung im Partikelwachstumsprozess verwendet werden. Für den Anwendungsfall der Trommelgranulation zeigten Suzzi u. a. [130] mittels DEM-Simulationen das Vorhandensein einer Partikelverweilzeitverteilung in Abhängigkeit der Partikelumwälzung. Über die Anzahl der Trommelrotationen verwendete Suzzi die Verweilzeitverteilung als Optimierungsparameter zur Abschätzung der erzielten Filmmasse auf sphärischen und elliptischen Partikeln. Mit dieser Optimierung lässt sich die Prozesszeit begrenzen. Für den Anwendungsfall der Wirbelschichtgranulation präsentierte Fries [48] unter Anwendung von DEM-CFD Simulationen Partikelverweilzeitverteilungen für unterschiedliche Granulationstechnologien. Er verglich Top-Spray, Bottom-Spray Wurster und die Strahlschicht miteinander und begründete Partikelverweilzeitunterschiede mit den verschiedenen partikeldynamischen Eigenschaften in Düsennähe.

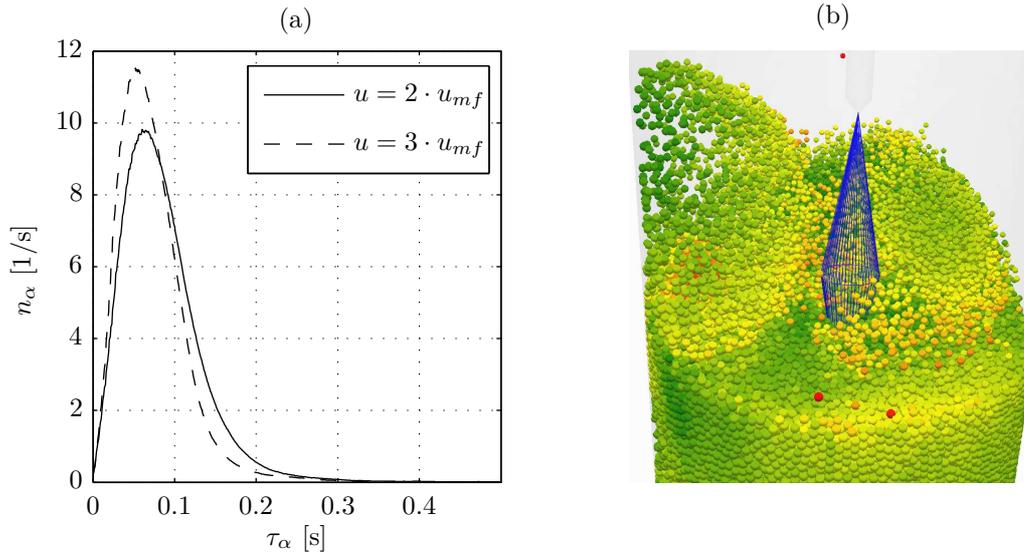
Auf Basis der DEM-CFD Simulationen zeigen sich die Vorteile einer Parameteranalyse auf Einzelpartikelebene. Partikeldynamische Eigenschaften wie Durchfluglängen und Partikelverweilzeitverteilungen können mit dieser Simulationsmethodik für einzelne Partikel akquiriert werden. Zur Untersuchung der Top-Spray Wirbelschicht wurden skalierte DEM-CFD Simulationen der zylindrischen Wirbelschicht durchgeführt. Die Wahl der Systemskalierung wurde mit der Anpassung auf das Partikelsystem, wie in Abschnitt 4.3 beschrieben, gewählt. Ausschlaggebend für diese Wahl ist, dass eine Anpassung der Anlagengeometrie aufgrund der eingebauten Top-Spray Düse nicht möglich ist. In dem expandierenden Sprühstrahl mit unterschiedlichen Geschwindigkeitsgradienten ist eine Beschreibung der Gasgeschwindigkeit unabhängig von der Anlagengeometrie, äquivalent zur Leerrohr- beziehungsweise Fluidisationsgeschwindigkeit zur Beschreibung des Strömungszustands in der fluidisierten Partikelschicht, nicht möglich. Würde die Anlagengröße skaliert werden, so verändern sich die Düsenabmessungen ebenfalls. Dies modifiziert die Gasgeschwindigkeit im Sprühstrahl und damit den gesamten Eindüsungsprozess in die fluidisierte Schicht. Würden hingegen die Düsenabmessungen konstant gehalten werden,

so würden das Eintauchverhalten des Düsenstrahls in die Schicht und die Strahlumlenkung im Gegenstrom zur Fluidisationsluft, wie es in Abbildung B.6 in den Gasgeschwindigkeiten erkennbar ist, nicht äquivalent wiedergegeben werden und das Partikelzirkulationsverhalten wäre deutlich von den experimentellen Untersuchungen abweichend. Des Weiteren ließen sich die Sprühzonengeometrien aus den Messungen nicht direkt übertragen. Aufgrund dessen ist nur die Skalierung des Partikelsystems möglich. Die in den skalierten Simulationen angewandten Partikeleigenschaften sind in der Tabelle 4.3 mit den Simulationseinstellungen in Tabelle 4.1 aufgeführt. Die zylindrische Wirbelschicht wurde hierbei für die Simulationsuntersuchung gewählt, um Ergebnisse ohne nachgeschaltete Transformation zu erhalten. Partikelwandreibungsverluste, wie sie besonders in der flachen Wirbelschicht auftreten, werden minimiert. Sprühzonenabmessungen aus den experimentellen Untersuchungen können direkt implementiert werden. Eine spätere Sprayerweiterung mit einer diskreten Tropfenphase ist ohne Wandbeeinflussung in der räumlichen Tropfenausbreitung, wie es in Abschnitt 5.1.4 bereits diskutiert wurde, möglich. Des Weiteren können räumliche Bewegungen der Partikel berücksichtigt werden.

Die Sprühzonenabmessungen wurden aus den Messungen aus Abschnitt 5.1.3 für die jeweiligen Systemparameter entnommen und in die Simulationsgeometrie implementiert. Diese Sprühzonenabmessungen zeigt explizit die Abbildung 5.11 (b). Für die Sprühzonengeometrien wurden die Partikelpositionen und die Partikeleigenschaften ausgewertet. Dabei ergibt sich die Partikelverweilzeit der Einzelpartikel aus der Differenz zwischen der Eintritts- und Austrittszeit des abgegrenzten Sprühzonenvolumens. Mehrfachdurchquerungen gleicher Partikel wurden nicht berücksichtigt. Ein direktes Auslesen von Mehrfachquerungen ist nicht möglich. Als Kriterium zur Elimination von Mehrfachquerungen wurde die kumulative Partikelverweilzeitverteilung mit  $Q_0 \leq 99\%$  zur Auswertung herangezogen. Die Abbildung 5.22 (a) zeigt die ausgewerteten Partikelverweilzeiten als normierte Anzahldichteverteilung, sowie eine Veranschaulichung der implementierten Sprühzonengeometrie in der Simulationsauswertung. Die kumulative Partikelverweilzeitverteilung ist in Abbildung C.13 im Anhang dargestellt. Die berechneten Mittelwerte der Partikelverweilzeitverteilungen sowie u.a. die Zirkulationszeiten oder die mittleren und maximalen Partikelgeschwindigkeiten in der Sprühzone sind in der Tabelle 5.3 dargestellt. Die Auswertung der Zirkulationszeit über den Partikeldurchsatz ist nötig, da ein vollständiger Partikelumlauf aufgrund der betrachteten Gesamtsimulationszeit nicht möglich ist. Um zu zeigen, dass die gewählten Simulationszeiten ausreichen, um die Partikelverweilzeiten mit statistischer Sicherheit vorherzusagen, wurden kumulative Partikelverweilzeitverteilungen unter Berücksichtigung der Zeitspannen von 1 bis 5 Sekunden bestimmt, dargestellt in Abbildung C.10 im Anhang. Es kann gezeigt werden, dass die mittlere Differenz zwischen 4 und 5 Sekunden Simulationszeit mit  $2 \cdot 10^{-5} \%$  so gering ist, dass eine signifikante Änderung der Partikelverweilzeitverteilung unter Berücksichtigung einer längerer Simulationszeit nicht zu erwarten ist.

In den Ergebnissen zeigt sich, dass mit höherer Fluidisationsgeschwindigkeit die Partikeldynamik in der Schicht zunimmt. Dies dokumentiert die angestiegene mittlere Partikelgeschwindigkeit in der gesamten Wirbelschicht. Als Folge findet ein höherer Partikeltransport in der Schicht und somit ebenfalls durch die Sprühzone statt. Da des Weiteren die Partikelmasse in der Sprühzone abnimmt, folgt eine kürzere mittlere Partikelverweilzeit in der Sprühzone mit einer engeren Partikelverweilzeitverteilung. Hierbei ist aber die Kopplung zum Sprühzonenvolumen zu berücksichtigen, welches mit steigender Fluidisationsgeschwindigkeit kleiner wird. Neben den Partikelverweilzeiten in der Sprühzone wird ebenfalls die Zirkulationszeit der Partikel geringer. Die mittlere Partikelgeschwindigkeit in der Sprühzone hingegen ändert sich nicht.

Um die bestimmte Partikelverweilzeitverteilungsdichte in der Sprühzone über eine mathematische Beschreibung zu charakterisieren, eignet sich eine Weibull-Verteilung. Die asymmetrische Verteilungsfunktion zeichnet sich insbesondere durch die Beschreibung technischer Systeme, wie zum Beispiel für Lebensdauerverteilungen, aus

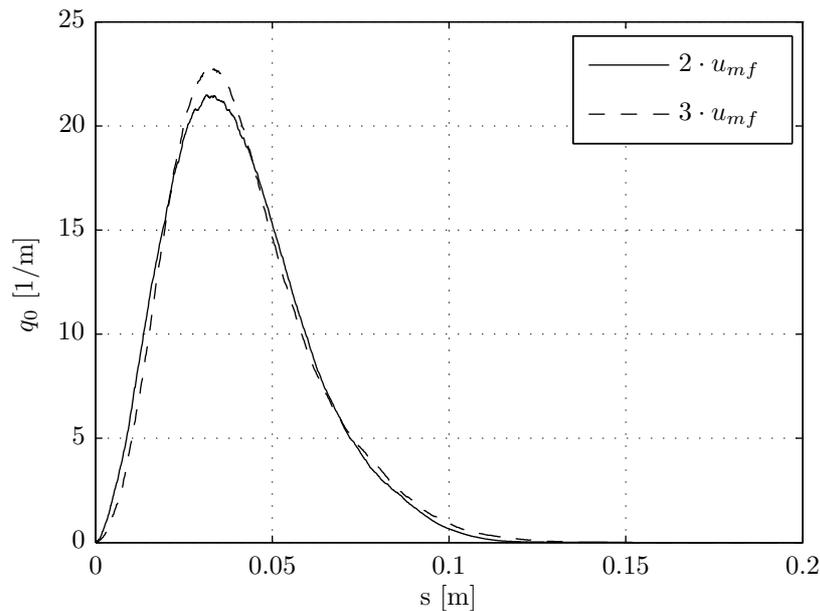


**Abbildung 5.22:** Normierte Partikelverweilzeitverteilungsdichte bestimmt aus DEM-CFD Simulationen für die Simulationen  $u = 2$  und  $3 \cdot u_{mf}$ ,  $M_d = 3,6$  kg/h und  $h_d = 320$  mm

$$n_\alpha = ba^{-b}\tau_\alpha^{b-1} \cdot e^{(-\tau_\alpha/a)^b}. \quad (5.20)$$

Für die bestimmten Partikelverweilzeitverteilungen sind die Weibull-Parameter ebenfalls in der Tabelle 5.3 aufgeführt. Der Parameter  $a$  entspricht dabei dem Erwartungswert der Verteilung. Der Parameter  $b$  ist ein Maß für die Breite und Schiefe der Verteilung. Für  $b \rightarrow \infty$  strebt die Breite der Verteilungsfunktion gegen 0 mit zunehmend symmetrischer Form.  $b \rightarrow 0$  führt zu einer abflachenden Verteilung mit dem Maximum auf der Ordinate. Die Abbildung C.12 zeigt die analytisch beschriebene Partikelverweilzeitverteilungsfunktion.

Zu der Partikelverweilzeitverteilung gibt es, wie in Abschnitt 5.2.1 experimentell in den Strömungsfeldern zu beobachten, verschiedene Durchquerungslängen der Partikel durch die Sprühzone. Die Durchquerungslängen hängen vom Eintrittsort und der damit aufgeprägten Strömungsrichtung der Partikel in die Sprühzone ab. Damit gibt es, neben der zeitlichen Schwankungen, eine Weglängenverteilung. Grundsätzlich kann davon ausgegangen werden, dass Partikel mit größeren Durchquerungslängen einen hohen Austausch mit Flüssigkeitstropfen erfahren. Insbesondere Partikel, die oberhalb des Expansionsknicks eintreten, passieren die Sprühzone nahezu in kompletter Länge. Partikel-Tropfen Kollisionen und Befeuchtungserfolg sind sehr hoch. Bei sehr kurzen Durchquerungslängen ist davon auszugehen, dass die Partikel die Sprühzone nur tangieren. Aufgrund eines zeitlich veränderlichen Tropfenvorkommens innerhalb der Sprühzone findet keine, beziehungsweise nur eine sehr geringe Befeuchtung statt. Entsprechend dieser Unterschiede ist eine Betrachtung der Durchquerungslängenverteilung interessant. Die Abbildung 5.23 zeigt die normierte Anzahldichteverteilung der Durchquerungslängen für die zwei durchgeführten Simulationen. Die Durchquerungslängen werden aus den Ortsinformationen der Einzelpartikel bei Sprühzoneneintritt und Sprühzonenausritt bestimmt. Die Durchquerungslänge ergibt sich aus dem Vektorbetrag der x-, y- und z-Koordinaten zwischen Ein- und Austritt. Die mittleren und maximalen Durchquerungslängen sind in der Tabelle 5.3 aufgeführt. Zwischen beiden Simulationen kann kein wesentlicher Unterschied in der Verteilung festgestellt werden. Eine geringfügig höhere mittlere Durchquerungslänge bei  $u = 3 \cdot u_{mf}$  resultiert aus der expandierten Schicht und damit einem höheren Anteil von Partikeln, die oberhalb des Expansionsknicks die Sprühzone längs durchqueren. Die bestimmten Maximalwerte der Durchquerungslängen ent-



**Abbildung 5.23:** Verteilung der Partikeldurchquerungslängen durch die Sprühzone;  $M_d = 3,6$  kg/h und  $h_d = 320$  mm

sprechen unter Berücksichtigung der Sprühzonengröße einer 75 %-tigen ( $2 \cdot u_{mf}$ ) beziehungsweise einer 87 %-tigen ( $3 \cdot u_{mf}$ ) vertikalen Durchquerung der Sprühzone. Aus den Durchquerungslängenverteilungen geht jedoch hervor, dass anzahlmäßig mehr Partikel nur kurz die Sprühzone passieren.

Aufenthalt, Verteilung und Geschwindigkeit der Partikel innerhalb der Sprühzone sind jeweils abhängig vom Schichtzustand. Die Abbildung 5.24 zeigt instantane Partikelverteilungen mit zugehörigen Partikelgeschwindigkeiten zu verschiedenen Simulationszeitpunkten in der Sprühzone. In Abhängigkeit der fluidisierten Partikelschicht bewegen sich die Partikel unterschiedlich in die Sprühzone hinein, wodurch eine entsprechende Partikelverteilung innerhalb der Sprühzone resultiert. Partikelcluster bei Gasblaseneruptionen mit hohen Partikelvolumenfraktionen und niedrigen Partikelgeschwindigkeiten oder herabfallende, vereinzelt Partikel, eintretend über den sekundären Zirkulationskreislauf mit hohen Partikelgeschwindigkeiten und niedrigen Partikelvolumenfraktionen, formen die Vielfalt der Partikelverteilungszustände innerhalb der Sprühzone.

## 5.4 Bewertung der Untersuchungsergebnisse

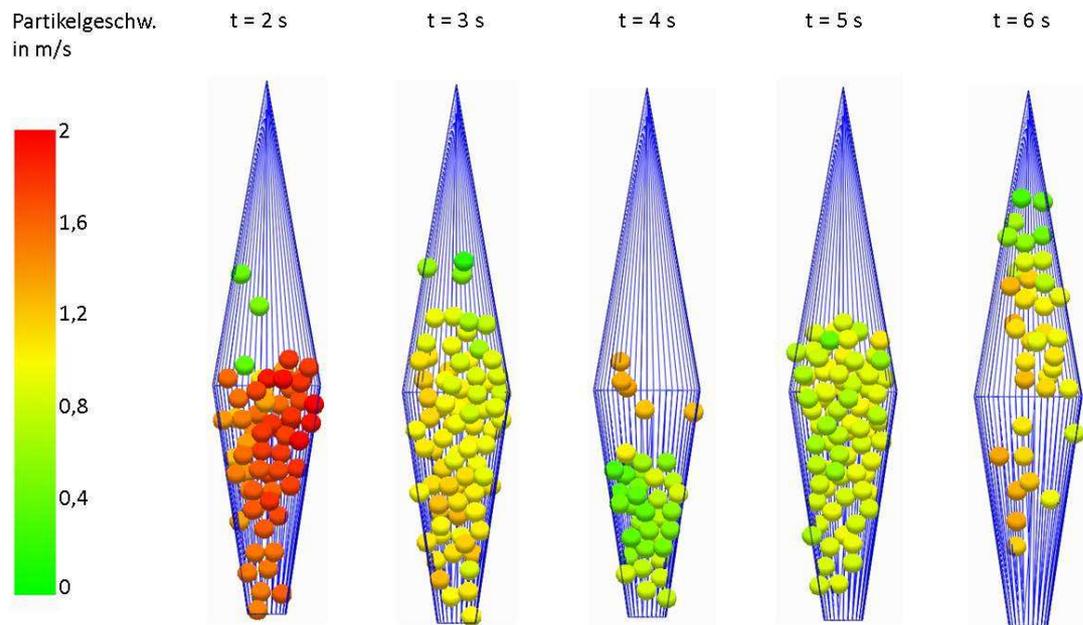
Im vorliegenden Abschnitt werden die im Rahmen dieser Arbeit bestimmten Ergebnisse miteinander verglichen und bewertet. Gründe für Diskrepanzen werden kritisch diskutiert. Des Weiteren werden die Ergebnisse mit Literaturwerten verschiedener Quellen verglichen. Unterschiede in den Systemkonfigurationen werden aufgezeigt, um eine Einordnung und Vergleichbarkeit der Ergebnisse zu erhalten.

Zunächst werden die experimentell und simulativ bestimmten Ergebnisse dieser Untersuchungen gegenübergestellt. Die Tabelle 5.4 gibt hierzu einen Wertevergleich der Partikelverweilzeiten und Massenanteile in der Sprühzone der zylindrischen Wirbelschicht bestimmt über die skalierten DEM-CFD Simulationen und über die Messungen in der flachen Wirbelschichtanlage. Der absolute Fehler zwischen beiden Untersuchungsmethoden liegt im Mittel bei 20 %. Hinsichtlich dieser

## 5 Kompartimentierung der Wirbelschicht in Sprüh- und Trocknungszone

Parameter	$u = 2 \cdot u_{mf}$	$u = 3 \cdot u_{mf}$
mittlere Partikelverweilzeit in der Sprühzone $\tau_\alpha$	0,0524 s	0,0404 s
max. Partikelverweilzeit in der Sprühzone $\tau_{\alpha,max}$	0,227 s	0,208 s
Zirkulationszeit $\tau_{re}$	58,5 s	51,1 s
Partikeldurchsatz	$1707 \text{ s}^{-1}$	$1957 \text{ s}^{-1}$
mittlerer Partikelmassenanteil $\alpha$	$8,9 \cdot 10^{-4}$	$8 \cdot 10^{-4}$
mittlere Durchquerungslänge	0,0307 m	0,0317 m
max. Durchquerungslänge	0,122 m	0,122 m
mittlere Partikelgeschwindigkeit in der Sprühzone	$0,781 \text{ ms}^{-1}$	$0,778 \text{ ms}^{-1}$
max. Partikelgeschwindigkeit in der Sprühzone	$6,86 \text{ ms}^{-1}$	$4,65 \text{ ms}^{-1}$
mittlere Partikelgeschwindigkeit in der gesamten Schicht	$0,426 \text{ ms}^{-1}$	$0,639 \text{ ms}^{-1}$
Weibull-Parameter	$a = 0,09; b = 2,05$	$a = 0,077; b = 2,09$

**Tabelle 5.3:** Verteilte Partikeldynamik in der Sprühzone bestimmt aus DEM-CFD Simulationen



**Abbildung 5.24:** Partikelverteilung und Partikelgeschwindigkeit innerhalb der Sprühzone zu verschiedenen Zeitpunkten in Schnittdarstellung; Untersuchungsfall  $u = 3 \cdot u_{mf}$ ,  $M_d = 3,6 \text{ kg/h}$  und  $h_d = 320 \text{ mm}$

positiven Übereinstimmung der Ergebnisse beider Untersuchungsmethoden bestätigen sich einerseits die Transformation der gekoppelten Messungen in der flachen Wirbelschichtanlage, sowie die durchgeführten DEM-CFD Simulationen mit Grundlage des Skalierungsansatzes.

Fluidisationsgeschwindigkeit	Parameter	Simulation	Messung	Fehler
$u=2 \cdot u_{mf}$	$\tau_\alpha$	0,0524 s	0,0412 s	21,4 %
	$\alpha$	$8,9 \cdot 10^{-4}$	$1,02 \cdot 10^{-3}$	14,6 %
$u=3 \cdot u_{mf}$	$\tau_\alpha$	0,0404 s	0,0323 s	20,1 %
	$\alpha$	$8 \cdot 10^{-4}$	$9,69 \cdot 10^{-4}$	22,1 %

**Tabelle 5.4:** Vergleich der Partikelverweilzeiten und Massenanteile der zylindrische Wirbelschicht zwischen den DEM-CFD Simulationen und den Messungen; mit  $M_d = 3,6 \text{ kg/h}$  und  $h_d = 320 \text{ mm}$

Zur Abschätzung und Einordnung der hier präsentierten Ergebnisse werden die Werte mit Literaturreferenzen verglichen. Es gibt drei wesentliche Arbeiten auf dem Gebiet der Partikelzirkulationsbewegungen und Partikelverweilzeiten für die Top-Spray Wirbelschicht. Drei unterschiedliche Ansätze zur Systemuntersuchung und Bestimmung der Parameter (Messung, Anpassung an ein Kern-Wachstumsmodell und DEM-CFD Simulation) wurden in diesen Arbeiten verfolgt.

Eine messtechnische Untersuchung des Zirkulationsverhalten von Partikeln wurde von Depypere u. a. [31] durchgeführt. Depypere analysierte mittels PEPT Messungen Bewegungsmuster einzelner Tracer-Partikel in einem konischen Wirbelschichtgranulator in Top-Spray Ausführung. Zirkulationszeiten wurden in Abhängigkeit des Düsendrucks und für verschiedene Produkte gemessen. Für Glaspartikel führte Depypere detaillierte Untersuchungen durch und bestimmte die mittlere Zirkulationszeit der Partikel aus der Summe einzelner Partikelverweilzeiten in definierten Schichtbereichen mit  $\tau_{re} = 0,75 \pm 0,32 \text{ s}$ . Grund der deutlich niedrigeren Zirkulationszeiten ist ein halb so kleiner Wirbelschichtdurchmesser von  $d_a = 140 \text{ mm}$  verglichen mit  $d_a = 300 \text{ mm}$  in dieser Arbeit und hohe Fluidisationsgeschwindigkeiten mit dem 40 und 70 fachen der Minimalfluidisationsgeschwindigkeit der Glaspartikel mit einem kleinen Produktdurchmesser ( $d_p = 200 \mu\text{m}$ ). Dies begünstigt eine schnelle Zirkulation. Das analysierte Partikelverweilzeitverhalten von Depypere ist, wenn man nach dem Trend geringer werdenden Partikelverweilzeiten bei höheren Luftströmen in der Wirbelschicht geht, konform mit den in dieser Arbeit gezeigten Untersuchungen, siehe Abschnitt 5.2.2. In der Tabelle 5.6 sind die Systemkonfigurationen sowie die Ergebnisse von Depypere mit den Ergebnissen dieser Arbeit ausführlich gegenübergestellt.

Wie durch Depypere und in den vorherigen Abschnitten gezeigt werden konnte, ist eine messtechnische Akquise von Partikelverweilzeiten innerhalb definierter Zonengrenzen besonders schwierig, verbunden mit einem hohen Aufwand an Mess- und Versuchstechnik. Einen alternativen Ansatz verfolgte Schaafsma [124]. Schaafsma bestimmte Partikelverweilzeiten in der Sprühzone ohne Kenntnis über eine örtliche Zonenabgrenzung und Zonenaustauschraten. Dazu definierte er Partikelverweilzeitparameter in einem Kern-Wachstumsmodell. In dem Kern-Wachstumsmodell wird das Partikelwachstum anhand einer Binomialverteilung der Tropfenerzeugungsrates in Abhängigkeit der Partikelverweilzeit in der Sprühzone berechnet. Die Anpassung des Partikelverweilzeitparameters erfolgte an den Ergebnissen von Granulationsversuchen. Es ergaben sich Partikelverweilzeiten von 0,084 s, 0,145 s und 0,157 s in der Sprühzone in Abhängigkeit der Flüssigkeitseindüsungsrates von jeweils 4,6 g/min, 6,1 g/min und 11,6 g/min unter sonst gleichen Prozessbedingungen. Von Schaafsma durchgeführte PEPT-Messungen bestätigten den Wertebereich mit  $\tau_\alpha \approx 0,1 \text{ s}$ . Eine detaillierte Übersicht zu den Untersuchungen gibt die Tabelle 5.6. System- und Versuchsparameter in der Auflistung stammen teils aus einer anschließenden Arbeit von Schaafsma u. a. [125].

Einzig Fries [48] führte eine räumlich abgegrenzte Sprühzone in der Top-Spray Wirbelschicht ein und bestimmte unter anderem Partikelverweilzeiten für diese Zone unter Einsatz gekoppelter DEM-CFD Simulationen. Damit sind die Ergebnisse von Fries direkt vergleichbar mit den Untersuchungen dieser Arbeit. Als Versuchsmaterial verwendete Fries Maltodextrin mit ähnlichen Produkteigenschaften wie das Produkt  $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ . Die ermittelten Partikelverweilzeiten liegen hauptsächlich im Wertebereich zwischen  $0 < \tau_\alpha < 0,2$  s. Der Mittelwert der Partikelverweilzeitverteilung ergibt sich mit  $\tau_\alpha = 0,0245$ . Die maximale Partikelverweilzeit beträgt  $\tau_{\alpha,max} = 0,937$  s. Der Unterschied in den Untersuchungen von Fries zu dieser Arbeit liegt in der Implementierung der Sprühzone. Im Rahmen dieser Arbeit wurden die Sprühzonendimensionen anhand des Kriteriums aktiver Flüssigkeitstropfenexistenz gemessen und für jeden Prozesszustand experimentell ausgewertet. Die Sprühzonengröße bei Fries wurde hingegen aus zweidimensionalen DEM-CFD Simulationen der Bottom-Spray Wirbelschicht aus den Untersuchungen von Link u. a. [91] abgeleitet. Die Sprühzonendimensionen sind im Vergleich deutlich kleiner und wurden in den Auswertungen konstant gehalten, unabhängig von den Strömungszuständen in der Wirbelschicht. Damit weichen Volumina, Massenanteile sowie Sprühzonengrenzlängen mit Partikelquerungen von den hier gemessenen Werten ab. Durch das verkleinerte Volumen existieren teils unterschiedliche Partikelverteilungen und Partikelbewegungen in der Sprühzone. Insbesondere in dem unteren Sprühzonenbereich können hohe Partikelvolumenfraktionen beim Auftreffen des Sprays auf das Partikelbett vorliegen. Mit hoher Wahrscheinlichkeit wird dieser Bereich bei zu kleinen Sprühzonen nicht vollständig in der Partikelverweilzeitberechnung erfasst und berücksichtigt. Trotz der unterschiedlichen Sprühzonendefinitionen sind die Ergebnisse in einem gut übereinstimmenden Wertebereich. Die Tabelle 5.5 gibt hierzu einen Vergleich der Ergebnisse und Betriebsparameter von Fries in Gegenüberstellung zu dieser Arbeit.

**Tabelle 5.5:** Detailvergleich der Partikelverweilzeiten und Prozessbedingungen zwischen Ergebnissen dieser Arbeit und den Literaturwerten von Fries [48] einer Top-Spray Wirbelschicht

Systemparameter	Diese Arbeit	Fries [48]
Partikelsystem	$\gamma - \text{Al}_2\text{O}_3$ ; $d_p = 1,8 \text{ mm}$ , $\rho_p = 1040 \text{ kgm}^{-3}$	Maltodextrin; $d_p = 2 \text{ mm}$ , $\rho_p = 600 \text{ kgm}^{-3}$
Bettmasse $m_{bed}$	6,65 kg	0,75 kg
Wirbelschichtdimensionen	zylindrisch mit $d_a = 300 \text{ mm}$ ; $h_a = 500 \text{ mm}$	konisch mit $d_a = 180 - 250 \text{ mm}$ ; $h_a = 330 \text{ mm}$ ;
Einbauhöhe der Top-Spray Düse $h_d$	320 420 mm	90 mm
Düsenluftmassenstrom $M_d$	3,6 $\text{kg h}^{-1}$	5,04 $\text{kg h}^{-1}$
Leerrohrgeschwindigkeit $u$	1,12 bis 1,68 $\text{ms}^{-1}$	3,4 $\text{ms}^{-1}$
Fluidisationsbedingung $f$	$u = 2$ bis $3,5 \cdot u_{mf}$	$u = 7,8 \cdot u_{mf}$
Sprühzonenabmessung	prozessabhängig gemessen, siehe Abschnitt 5.1.3	konstant mit $l_d = 30 \text{ mm}$ , $l_s = 15 \text{ mm}$ , $d_s = 50 \text{ mm}$ , $r_b = 0$ , $\theta = 40^\circ$
Sprühzonenvolumen $V_\alpha$	$56 \cdot 10^{-5}$ bis $3 \cdot 10^{-5} \text{ m}^3$	$2,35 \cdot 10^{-5} \text{ m}^3$
Mittl. Partikelverweilzeit $\tau_\alpha$ gemessen, zyl. Wirbelschicht	0,03 bis 0,65 s	-
Mittl. Partikelverweilzeit $\tau_\alpha$ aus DEM-CFD Simulation	0,0524 und 0,0404 s	0,0245 s
Max. Partikelverweilzeit $\tau_\alpha$ aus DEM-CFD Simulation	0,227 s	0,937 s
Mittl. Zirkulationszeit der Partikel gemessen	11,5 bis 68,7 s	-
Mittl. Zirkulationszeit der Partikel aus DEM-CFD Simulationen	58,5 und 51,1 s	-

**Tabelle 5.6:** Detailvergleich der Partikelverweilzeiten und Prozessbedingungen zwischen Literaturwerten von Depypere u. a. [31] und Schaafsma [124] einer Top-Spray Wirbelschicht

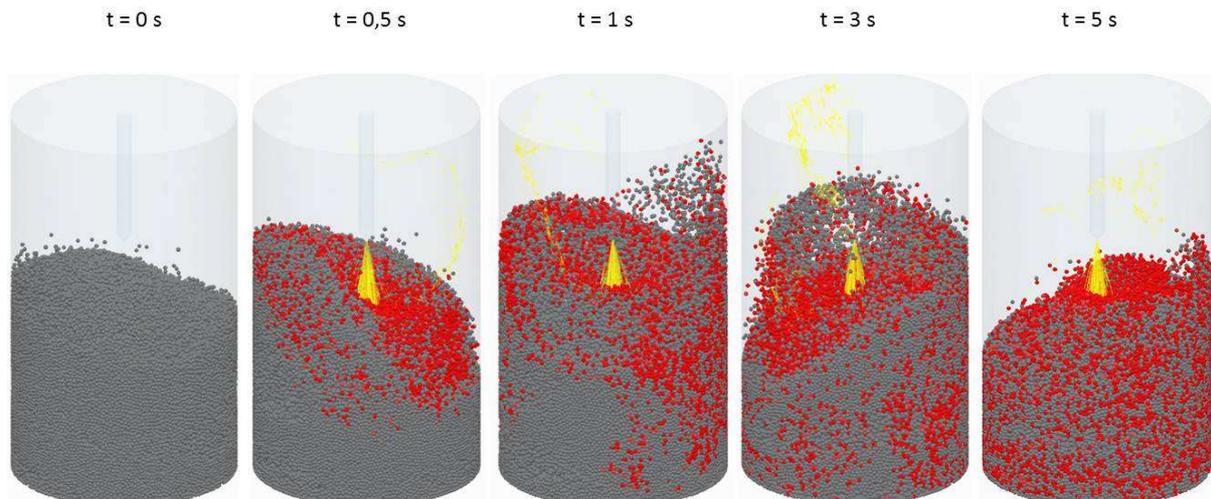
Systemparameter	Depypere u. a. [31]	Schaafsma [124]
Partikelsystem	Glaskugeln; $d_p = 0,2 \text{ mm}$ , $\rho_p = 2500 \text{ kgm}^{-3}$	$\alpha$ -Laktose; $d_p = 23 \text{ }\mu\text{m}$ , $\rho_p = 1525 \text{ kgm}^{-3}$
Bettmasse $m_{bed}$	0,378 kg	2,5 kg
Wirbelschichtdimensionen	konisch mit $d_a = 140 - 280 \text{ mm}$ ; $h_a = 500 \text{ mm}$	konisch mit $d_a = 200 - 500 \text{ mm}$
Einbauhöhe der Top-Spray Düse $h_d$	121 mm	500 mm
Düsenluftmassenstrom $M_d$	5,76 $\text{kg h}^{-1}$	-
Flüssigkeitseindüsungsrate $M_w$	-	4,6, 6,1 und 11,6 $\text{g min}^{-1}$
Leerrohrgeschwindigkeit $u$	1,75 $\text{ms}^{-1}$	0,0032 $\text{ms}^{-1}$
Fluidisation	$u = 40 \text{ und } 70 \cdot u_{mf}$	$u = 12 \cdot u_{mf}$
Mittl. Partikelverweilzeit $\tau_\alpha$ gemessen, zyl. Wirbelschicht	-	0,084 s, 0,145 s und 0,157 s
Mittl. Zirkulationszeit der Partikel gemessen	0,75 $\pm$ 0,32 s	-

## 5.5 Diskrete Tropfen im dreiphasigen Wirbelschichtsystem

Ein sehr schwierig zu vermessender interner Prozessvorgang der Granulation ist die zeitlich aufgelöste Spray- beziehungsweise Tropfenverteilung in der fluidisierten Partikelschicht. Mit der Leitfähigkeitssonde konnte einzig der Grenzbereich der mittleren Tropfenausbreitung zur Abschätzung einer Sprühzone gezeigt werden. Werden jedoch zeitliche und örtliche Informationen auf Tropfenebene benötigt, so gibt es aktuell für aussagekräftige Anlagengrößen keine äquivalente Messtechnik, mit der die Flüssigkeitstropfen innerhalb der Gas-Feststoffströmung detektiert werden können. Aufgrund dessen findet eine Untersuchung anhand einer simulationsgestützten Berechnung statt. Duangkhamchan u. a. [43] simulierten eine dreiphasige Wirbelschicht über einen gekoppelten Euler-Lagrange Ansatz (Kopplung zwischen TFM und DPM). Die Gasströmung sowie die Feststoffphase wurden im TFM über den Kontinuumsansatz berechnet. Die Flüssigkeitstropfen wurden über das DPM als diskrete Elemente implementiert. Interaktionen zwischen Feststoff und diskreten Tropfen wurden jedoch nicht berücksichtigt. Die Auswirkung der Düsenströmung auf das Partikelbett wurde untersucht. Die Tropfen wurden jedoch komplett ausgetragen ohne Berücksichtigung einer Partikelbefeuchtung. Auf Basis der DEM-CFD Kopplung ergibt sich die Möglichkeit, eine dreiphasige Wirbelschicht im vollen Impuls- und Massenaustausch inklusive der Interaktionen zwischen Gas, Feststoff und Flüssigkeitstropfen zu berechnen. Die Flüssigkeitstropfen werden ebenso wie die Feststoffpartikel als diskrete Elemente in der kontinuierlichen Gasströmung, beschrieben in Abschnitt 4.4, berechnet. Einzig Goldschmidt u. a. [56] wendeten diese Methodik in einer zweidimensionalen Wirbelschichtsimulation an. Aus den Ergebnissen ließen sich Tropfenverteilungen, Koaleszenzraten und Agglomerationsereignisse bestimmen. Diese Simulationsmethodik führt zu einer signifikanten Erhöhung der Rechenzeit. Dosta u. a. [41] und Fries u. a. [51] verwendeten ebenfalls einen DEM-CFD Ansatz einer dreiphasigen Wirbelschicht. Innerhalb einer definierten Sprühzone wurden verdünte Tropfen aufgrund des numerischen Aufwands nicht diskret berechnet. Der Anteil der Partikelbefeuchtung wurde mit der Partikelentfernung vom Düsenauslass berechnet. In Abhängigkeit der Partikelbefeuchte wurden zusätzliche Kapilar- und Zähigkeitskräfte aufgrund feuchter Partikeloberflächen im Hertz-Mindlin Kontaktmodell eingeführt.

Im vorliegenden Abschnitt werden die DEM-CFD Simulation der zylindrischen Wirbelschicht mit einer diskreten Tropfenphase erweitert. Um diese Erweiterung umzusetzen, ist für das Erreichen aussagekräftiger Zeitspannen die Anwendung der Systemskalierung mittels des Skalierungsansatzes eine notwendige Bedingung, siehe Abschnitt 4.4. Im konkreten Anwendungsfall der Top-Spray Wirbelschicht werden die diskreten Flüssigkeitstropfen im Bereich des Auslasses der Düsenöffnung erzeugt. Zur Nachbildung des Flüssigkeitsmassenstroms der experimentellen Versuche werden 1 Mio. Tropfen pro Sekunde generiert. Dies entspricht einem Flüssigkeitsmassenstrom von 0,236 l/h, siehe Tabelle 4.4. Die Flüssigkeitstropfen werden von der Düsenluft mitgerissen und folgen der expandierenden Gasströmung mit annähernd Gasgeschwindigkeit. Abhängig von den Strömungsbedingungen erreichen die Tropfen die fluidisierte Partikelschicht. Dort können die Tropfen mit Partikeln kollidieren oder werden je nach instantaner Gasströmung umgelenkt und können ausgetragen werden. Bei einem Kollisionsereignis muss zwischen verschiedenen Einzelfällen unterschieden werden:

- **Partikel-Tropfen Kollision:** Im Realprozess findet eine Tropfenspreitung auf der Partikeloberfläche statt. Dieses Befeuchtungereignis wird in den Simulationen dahingehend abstrahiert, dass Flüssigkeitstropfen inklusive der Zuordnungsvariable (ID) aus dem System gelöscht werden. Eine Kollisionsvariable innerhalb der Partikelklasse zählt die Anzahl der Kollisionen mit Tropfen, separat für jedes Partikel. Die Massenzunahme der Partikel nach einem Kollisionsereignis wird vernachlässigt.



**Abbildung 5.25:** Zeitliche Sequenz der Tropfeneindüsung in die wirbelnde Partikelschicht zur Darstellung der Vermischung befeuchteter Partikel; Tropfen sind zur besseren Erkennbarkeit als gelbe Stromlinien dargestellt; mit Tropfen kollidierte Partikel sind rot eingefärbt

- **Tropfen-Tropfen Kollision:** Der Kollisionsvorgang wird mittels der Standardkontaktmodelle ohne Koaleszenz beschrieben. Niedrige Relativgeschwindigkeiten zwischen den Tropfen und die ausgeprägte Oberflächenspannung begründen diese Annahme.
- **Tropfen-Wand Kollision:** Dieses Kollisionsereignis führt dazu, dass die Tropfen ohne weitere Berücksichtigung aus der Simulation gelöscht werden.
- **Feuchte Partikel-Partikel Kollision:** Die Kollisionsvariable ermöglicht den Rückschluss auf eine Oberflächenfeuchte beziehungsweise Gesamtfuchte des Partikels. Wird über ein Trocknungsmodell die zeitliche Reduktion der Feuchte berücksichtigt, lassen sich Kriterien der Agglomeratbildung einbinden. Aufgrund der Komplexität wurden diese Vorgänge vorerst vernachlässigt.

Die Abbildung 5.25 zeigt den zeitlichen Verlauf des Eindüsungs- und Befeuchtungsvorgangs in der Partikelschicht für die Referenzsimulation bei  $u = 2 \cdot u_{mf}$ , einem Düsenluftmassenstrom von  $M_d = 3,6 \text{ kg/h}$  und einer Düsenhöhe von  $h_d = 320 \text{ mm}$ . Dabei zeigt sich der Durchmischungsvorgang angefeuchteter, mit Tropfen kollidierter Partikel (rot) mit trockenen Partikeln (grau) über den Prozessverlauf von fünf Sekunden, angefangen bei einem total trockenen Partikelbett. Hinsichtlich des verwendeten Skalierungsansatzes existiert eine größere Partikeloberfläche im Vergleich zum unskalierten Partikelsystem. Deshalb wird der Befeuchtungsvorgang ausschließlich qualitativ betrachtet. Aufgrund der intensiven Schichtdurchmischung mit Gasblasenaufstieg werden die befeuchteten Partikel durch den Zirkulationsmechanismus der Wirbelschicht in den seitlichen Randbereich transportiert. Dort sedimentieren die feuchten Partikel bei hoher Partikelvolumenfraktion und geringen Sinkgeschwindigkeiten. Hier finden Partikel-Partikel-Kontakte mit niedrigen Kollisionsgeschwindigkeiten statt. Dies favorisiert die Ausbildung von Flüssigkeitsbrücken und damit die Agglomeratbildung. Werden Partikel jedoch in den zweiten Zirkulationskreislauf gedrückt, kommt es zu einer Wiederbefeuchtung der Partikel. Die Abbildung C.11 im Anhang verdeutlicht die beschriebenen Partikelbewegungsmuster angefeuchteter Partikel anhand von Apparatequerschnitten zu unterschiedlichen Prozesszeiten.

Wird der Befeuchtungsprozess der Partikel, in Anlehnung an die experimentellen Untersuchungen aus Abschnitt 5.1.5, innerhalb der identifizierten Zonenabgrenzung auf Einzelpartikelebene

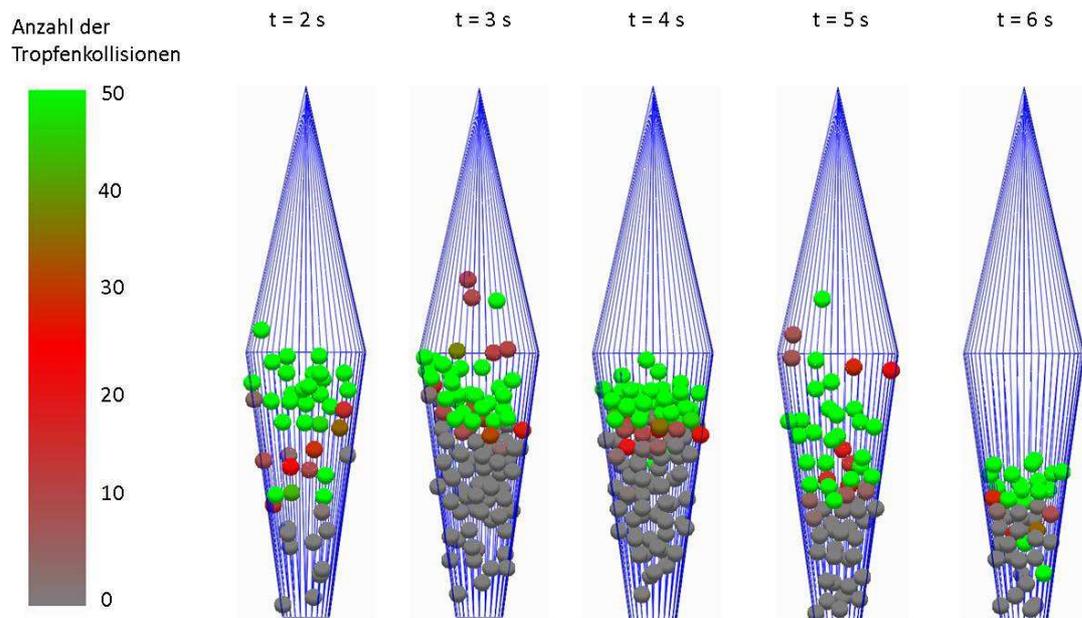
betrachtet, lassen sich auch hier die räumlichen Unterschiede der Befeuchtungsmechanismen feststellen. Dies verdeutlicht die Abbildung 5.26 anhand der Anzahl erfolgter Partikel-Tropfen Kollisionen in der Sprühzone. Es zeigt sich, dass neben den vereinzelt Partikeln des oberen Sprühzoneneintritts nur das durchquerende Partikelbett in der ersten und zweiten Partikelschicht signifikant befeuchtet wird. Deutlich geringer ist der Anteil der Tropfen, die tiefer in das Bett vordringen. Aus diesen Simulationsergebnissen bestätigt sich die Erkenntnis aus den experimentellen Untersuchungen in Abschnitt 5.1.5. Eine Dreiteilung der Sprühzone wird anhand der Befeuchtungsmechanismen wie folgt vorgenommen:

- **Einzelpartikelbefeuchtung:** Vereinzelt Partikel stehen bei hohen Rotationsgeschwindigkeiten im intensiven Flüssigkeitskontakt. Es wird eine hohe Befeuchtungsintensität erreicht bis hin zur Totalbefeuchtung der gesamten Partikeloberfläche. Diese Partikel treten oberhalb des Expansionsknicks über den zweiten Zirkulationskreislauf in die Sprühzone ein. Hohe Düsenluftmassenströme, Fluidisationsgeschwindigkeiten und Bettmassen vergrößern den Anteil.
- **Bettoberflächenbefeuchtung:** Im Mittel befindet sich dieser Bereich auf Höhe des Expansionsknicks. Die Partikelbefeuchtung ist unilateral bei niedrigen Partikelrotationsgeschwindigkeiten. Eine teils einseitige und unvollständige Partikeloberflächenbefeuchtung ist die Folge. Involviert sind in der Regel die oberen zwei Partikelschichten des durchquerenden Partikelbettes.
- **Sporadische und selektive Partikelbefeuchtung:** Vereinzelt Partikel-Tropfen Kollisionen verursachen geringe Teilbefeuchtungen. Tropfen können nur bei Blaseneruption oder niedrigen Partikelvolumenfraktionen tief in das Partikelbett eindringen. Der Anteil durchdringender Tropfen ist gering.

Diese Dreiteilung der Partikelbefeuchtung impliziert eine unterschiedliche Menge an abgeschiedener Flüssigkeit auf der Partikeloberfläche bei einem einmaligen Sprühzonedurchgang. Damit unterscheidet sich signifikant die aktive Oberfläche der Partikel zur Agglomeratbildung beim Eintritt in die Trocknungszone. Ebenso ist die Coating-Schichtbildung inhomogen verteilt. Die Befeuchtungsmechanismen bilden die Ursachen der Ausbildung einer Partikelgrößenverteilung im Granulationsprozess.

Extrahiert man die Zeitdifferenz der Tropfen zwischen der Erzeugung im Düsenauslass bis zur Kollision mit den Partikeln, so lässt sich die Tropfenexistenzzeit  $\tau_{tr}$  im System ableiten. Aus der Existenzzeitverteilung aller Tropfen kann der Anteil der Tropfen, der nicht mit Partikeln kollidiert ist, dem sogenannten Overspray, entnommen werden. Dies ist für die Wirtschaftlichkeit des Granulationsprozesses eine interessante Größe. Je höher der Overspray-Anteil, desto niedriger ist die Menge an abgeschiedener Flüssigkeit auf der Partikeloberfläche und desto geringer ist das Partikelwachstum im Prozess. Zudem erhöht sich der Anteil der Staubrückführung totalgetrockneter Bindertropfen und somit die Anzahl an Primärpartikeln im Partikelbett. Die Abbildung 5.27 zeigt die kumulative Verteilung der Tropfenexistenzzeit.

Tropfen werden während der Simulation bei Kollision mit Partikeln oder Wand beziehungsweise bei Austrag gelöscht. Die Information, welches Ereignis den Löschvorgang auslöst, ist unbekannt. Zuerst kollidieren die Tropfen mit den Partikeln. In der kumulativen Existenzzeitverteilung stellt sich nach einer gewissen Zeit ein konstanter Anteil kollidierter Tropfen ein. Tropfen, die nach dieser Zeit noch nicht kollidiert sind, werden durch die Gasströmung der Fluidisationsluft mitgerissen und ausgelesen. Der Austrag erfolgt nach einer Existenzzeit zwischen 0,15 bis 0,3 s. Zur Definition eines Overspray-Anteils wurde deshalb das Erreichen des konstanten Anteils bei der Existenzzeit  $t = 0,1$  s gewählt. In der Referenzsimulation mit 100.000 Partikeln berechnet sich der Overspray-Anteil mit 4,49 %. 95,51 % der Tropfen sind erfolgreich mit Partikeln kollidiert.

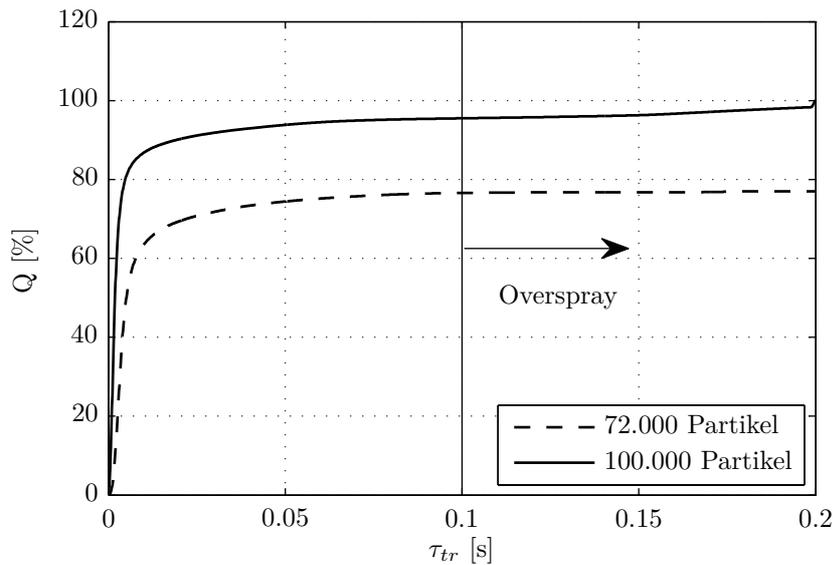


**Abbildung 5.26:** Partikelbefuchtung in der Sprühzone über das Zählen erfolgter Partikel-Tropfen Kollisionen; Dargestellt für verschiedene Zeitschritte in Schnittdarstellung mit vertikalem Schnitt in der Mitte der Sprühzone

Gemittelt über die Gesamtanzahl der simulierten Tropfen resultiert eine mittlere Existenzzeit von 0,0026 s. Der signifikanteste Einfluss auf den Overspray-Anteil ergibt sich aus dem Abstand zwischen der Düse und der fluidisierten Partikelschicht. Um diesen Einfluss zu verdeutlichen, wurde eine Simulation mit einer um 28 % reduzierten Partikelanzahl durchgeführt. Die niedrigere Partikelanzahl reduziert die Festbetthöhe von 0,15 m auf 0,108 m und erhöht somit den Abstand zwischen der Düse und dem fluidisierten Partikelbett. Die mittlere Existenzzeit der Tropfen verlängert sich aufgrund der angestiegenen Weglänge bis zum Partikelbett auf 0,0051 s. Bei der Existenzzeit 0,1 s ergibt sich ein deutlich höherer Overspray-Anteil von 23,4 %. Damit sinkt die Effektivität des Granulationsprozesses und die Keimrückführung totalgetrockneter Tropfen erhöht sich.

Der Overspray-Anteil ist während des Eindüsungprozesses nicht konstant. Der Overspray-Anteil variiert und ist abhängig von der Partikelverteilung und den Strömungszuständen im Partikelbett. Der Overspray-Anteil erhöht sich, wenn der Sprühstrahl nicht direkt in die fluidisierte Partikelschicht hineinströmt, sondern auf einer geneigten Bettoberfläche umgelenkt wird. Dies verdeutlicht die Konturdarstellung der Gasgeschwindigkeit in Abbildung B.6. Bei den Zeitschritten  $t = 2 \text{ s}$  und  $t = 3,5 \text{ s}$  wird der Sprühstrahl über dem Bett so abgelenkt, dass Tropfen die Bettoberfläche nicht erreichen. Sie folgen aufgrund des niedrigen Eigengewichts dem Gasstrom, äquivalent zu Tracer-Partikeln, und werden ausgetragen. Neben der Sprühstrahlumlenkung kann Overspray auch durch niedrige Partikelvolumenfraktionen in Düsennähe entstehen. Kollisionshäufigkeiten zwischen Tropfen und Partikeln verringern sich. Dies tritt zum Beispiel zu Beginn des Granulationsprozesses mit hoher Keimzahl, niedriger Schichtmasse und hoher Fluidisationsgeschwindigkeit auf.

In den Simulationen wurde der zeitliche Zustand der Tropfen als konstant angenommen. Tropfen können jederzeit mit Partikeln und mit der Apparatewand kollidieren mit einem erfolgreichen Befuchtungsergebnis. Da aber Tropfen im Wärme- und Stoffübergang mit der strömenden Düsenluft und mit dem Gegenstrom der Fluidisationsluft stehen, findet ein permanenter Trocknungsprozess statt. Aufgrund dessen muss die allzeitliche Aktivitätsannahme überprüft wer-

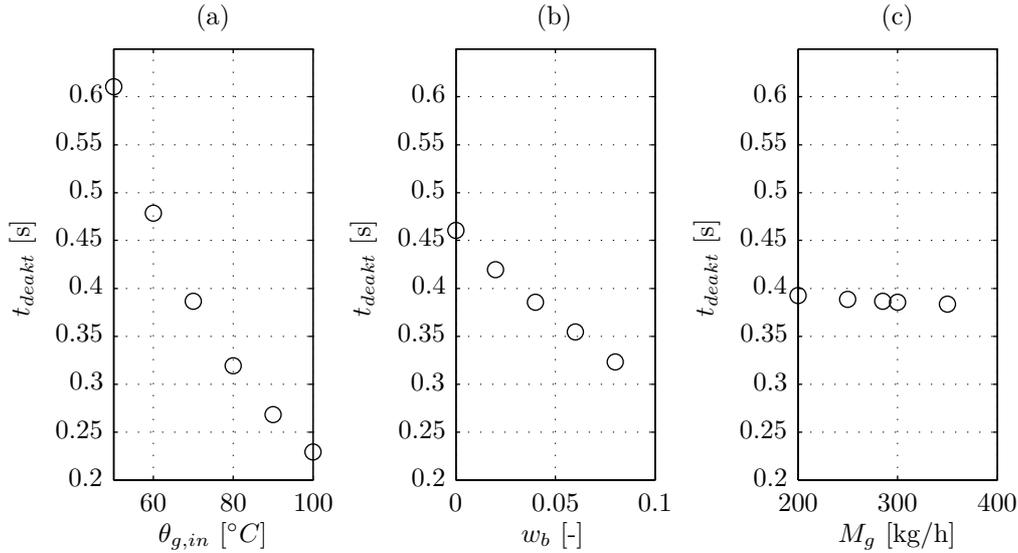


**Abbildung 5.27:** Kumulative Verteilung  $Q_0$  der Existenzzeit  $\tau_{tr}$  der Flüssigkeitstropfen bei der Eindüsung in die fluidisierte Partikelschicht für 100.000 Partikel und eine um 28 % erniedrigte Partikelanzahl (72.000 Partikel)

den. Hierzu wurde die Tropfentrocknung nach dem Modell von Dervedde u. a. [34] für die Binderlösung HPMC-Wasser (HPMC - Hydroxypropylmethylcellulose) bei verschiedenen Prozessparametern nachgerechnet. Findet die Trocknung eines Tropfens statt, erhöht sich bei fortschreitender Trocknung die Viskosität des Tropfens. Ab einer Löslichkeitsgrenze von 30 m% des Bindermaterials am äußeren Rand des Tropfens ist die Tropfenoberfläche so viskos, dass eine Tropfenspreitung auf der Oberfläche bei einem Kollisionsereignis nicht mehr eintritt und der Tropfen von der Partikeloberfläche abprallt. Entsprechend ist der Tropfen bei Überschreitung der Löslichkeitsgrenze deaktiviert im Sinne der Granulation. Die Abbildung 5.28 zeigt die Deaktivierungszeit für die Referenzsimulation unter Variation der Gaseintrittstemperatur  $\theta_{g,in}$ , des Massenanteils an Binder in der Lösung  $w_b$  und des Gasmassenstroms  $M_g$ . Hierbei kann gezeigt werden, dass die Gaseintrittstemperatur den stärksten Einfluss auf die Tropfentrocknung besitzt. Im Rahmen der variierten Prozessparameter liegen die Deaktivierungszeiten bei deutlich über 0,2 s. Da die Existenzzeit der Tropfen deutlich unter 0,1 s liegt, bestätigt sich damit die Aktivitätsannahme.

## 5.6 Kompartiment austauschmodell für monodisperse Partikel

Die gemessenen Sprühzonenvolumina, Massenanteile und Partikelverweilzeiten aus den Abschnitten 5.1.3 und 5.2.2 sind abhängig von der verwendeten Anlagendimension. Um die Prozessgrößen für eine allgemeine Verwendung bereitzustellen, wird in diesem Abschnitt versucht, ein allgemeingültiges Modell aufzustellen. Die perspektivische Anwendung dieses Modells liegt im Speziellen bei populationsdynamischen Modellen, in denen das Partikelverweilzeitverhalten abhängig vom Systemzustand implementiert werden kann. So können in einem allgemeingültigen Granulationsmodell, welches nicht den Prozesstyp kennt, die speziellen partikeldynamischen Eigenschaften des Prozesses übergeben werden. Dies ist ein entgegengesetzter Ansatz zur Verwendung von Momenten höherer Ordnung [69, 111], um das Partikelwachstumsverhalten und die transiente Entwicklung der Partikelgrößenverteilung zu beschreiben. Vor allem veränderliche



**Abbildung 5.28:** Aktivitätszeiten von Bindertropfen in der Wirbelschichtströmung in Abhängigkeit (a) der Gaseintrittstemperatur  $\theta_{g,in}$ , (b) des Massenanteils des Binders  $w_b$  in der Flüssigkeit und (c) des Gasmassenstroms  $M_g$ ; Berechnet nach Dervedde [32]

Prozessbedingungen, wie sie insbesondere in Batch-Prozessen beispielsweise steigender Schichtmasse und veränderten Fluidisationsregimen auftreten, können mit Kenntnis der modellbasierten Beschreibung berücksichtigt werden. Für den Wirbelschicht Top-Spray Prozess wird für die drei charakteristischen Prozessgrößen ein analytisches Modell auf Basis der durchgeführten Messungen mit dem monodispersen Partikelsystem  $\gamma$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> aufgestellt.

### 5.6.1 Modell für das Sprühzonenvolumen

Die Ausgangsgröße in der Betrachtung des Kompartimentaustauschmodells ist die räumliche Ausbreitung und Abmessung der charakteristischen Sprühzone. Ableitend aus den Messergebnissen in Abschnitt 5.1.3 kann die Sprühzone in einer Vereinfachung als ein konisches Rotationsvolumen zweier zusammengesetzter Kegelstümpfe abstrahiert werden. Charakteristische Abmaße des Sprühzonenvolumens, welche für eine mathematische Beschreibung benötigt werden, sind die bereits eingeführten Teillängen der Kegel sowie der Sprühwinkel, dargestellt in Abbildung 5.7. Ein entscheidendes Maß zur Volumenabschätzung ist die Sprühstrahlänge  $l_\alpha$ , die sich in die zwei Teillängen, die Länge von der Düse bis zur Schichtoberfläche  $l_d$  und die Länge innerhalb der Partikelschicht  $l_s$ , unterteilt. Am Punkt der Längenteilung von  $l_\alpha$  liegt der Expansionsknick. Der Sprühwinkel  $\theta$  wird, insofern kein sehr kleiner Düsendruck verwendet wird, in der Regel durch die Kappenstellung der Düse bestimmt. Die Radien  $r_m$  und  $r_b$  resultieren aus dem Expansionsverhalten des Sprühstrahls.

Die Teillängen von  $l_\alpha$  sind partikelschichtabhängige Maße und müssen einzeln bestimmt werden. Die Teillänge  $l_d$  ergibt sich aus der Düsenposition oberhalb des fluidisierten Partikelbettes. Die Höhe des fluidisierten Partikelbettes ist dabei eine Funktion der Fluidisationsgeschwindigkeit beziehungsweise der Schichtporosität  $\epsilon$ . Die mittlere Schichtporosität kann nach der Gleichung von Richardson u. Zaki [115] bestimmt werden

$$\epsilon^m = \frac{\text{Re}}{\text{Re}_a} = \frac{u}{u_a}. \quad (5.21)$$

Der Exponent  $m$  ergibt sich nach der Gleichung von Martin [100] mit

$$m = \frac{\ln \frac{\text{Re}_l}{\text{Re}_a}}{\ln \epsilon_{mf}}. \quad (5.22)$$

Die Schichthöhe berechnet sich über die Gleichung von Uhlemann u. Mörl [139]

$$h_{bed} = \frac{1 - \epsilon_{mf}}{1 - \epsilon} h_{mf}. \quad (5.23)$$

Sind die Schichthöhe und die Düsenhöhe bekannt, so ergibt sich die obere Teillänge  $l_d$  des Sprühstrahls aus der Differenz der beiden Höhen

$$l_d = h_d - h_{bed}. \quad (5.24)$$

Trifft der Sprühstrahl auf die fluidisierte Partikelschicht, so kommt es zu einem Impulsaustausch mit einer Energiedissipation durch die Partikel und zu einer Teilumlenkung der Strömungsrichtung. Entscheidend für die Penetrationstiefe des Strahls in die Partikelschicht ist der Impuls des Düsenstrahls an der Weglänge  $l_d$  und der Impuls der entgegen gerichteten Fluidisationsluft an selbiger Stelle. Da der Impuls des Sprühstrahls von verschiedenen Faktoren abhängt, kann die Sprühstrahlexpansion und das daraus resultierende Strömungsfeld mit Hilfe eines analytischen Modells abgeschätzt werden. Das Modell entspricht einem reibungsbehafteten, turbulenten Freistrahls als runde, ebene Strömung nach Truckenbrodt [135]. Für detaillierte Beschreibungen dieser turbulenten Grenzschichtströmung sei auf Schlichting u. a. [126] verwiesen. Die Anwendbarkeit des Modells eines turbulenten Freistrahls zur Beschreibung des Düsenstrahls wurde durch Bentahar u. a. [12] gezeigt. Das Gasgeschwindigkeitsfeld des Freistrahls ergibt sich über eine analytische Fehlerfunktion

$$u_{jet} = e^{-C\beta^2} u_{max}(y) \quad (5.25)$$

mit  $C = \ln 2$  [17],  $\beta = r/r_{jet}$  und  $r_{jet} = y \tan(\theta/2)$ . Der Impuls des Sprühstrahls ergibt sich mit der Impulsgleichung zu

$$I_{jet} = M_d \frac{du}{dt} = A \rho_g \bar{u}_{jet}^2(l_d). \quad (5.26)$$

$A$  ist dabei die Querschnittsfläche des Sprühstrahls beim Auftreffen auf das Partikelbett und  $\bar{u}_{jet}$  die mittlere Gasgeschwindigkeit im Düsenstrahl. Der Impuls der Fluidisationsluft ergibt sich mit

$$I_f = A \rho_g u^2. \quad (5.27)$$

Die Schichteintauchlänge  $l_s$  berechnet sich aus dem Impulsverhältnis beider aufeinandertreffender Fluidströme auf der Höhe  $l_d$ , an welcher der Düsenstrahl auf die Partikelschicht trifft, bezogen auf den Expansionsradius  $r_m$

$$l_s = \frac{I_{jet}}{I_f} r_m c = \frac{\bar{u}_{jet}^2}{u^2} r_m c. \quad (5.28)$$

## 5 Kompartimentierung der Wirbelschicht in Sprüh- und Trocknungszone

Der Längenskalierungsfaktor  $c$  ergibt sich aus einer Anpassung an die gemessenen Sprühzonenvolumina aus Abschnitt 5.1.3 mit  $c = 0,001$ . Die Abbildung C.15 im Anhang zeigt die Anpassung in Abhängigkeit von der Fluidisationsgeschwindigkeit für beide untersuchten Düsenhöhen. Der maximale Sprühstrahlradius  $r_m$  resultiert am Expansionsknick mit

$$r_m = l_d \tan \theta / 2. \quad (5.29)$$

Der Sprühwinkel  $\theta$  kann dabei aus der Kappeneinstellung beziehungsweise aus der Bauform der Zweistoffdüse entnommen werden. Aus den durchgeführten Messungen in Abschnitt 5.1.3 ist der Sprühwinkel jedoch in Abhängigkeit der Prozessbedingungen bekannt. Dieser genauere Winkel wurde in der Auswertung eingesetzt. Der untere Abschlussradius wird mit Bezug auf die Messungen mit  $r_b = 10$  mm als konstant angenommen. Die Sprühstrahlänge ergibt sich aus der Summe der einzelnen Teillängen mit  $l_\alpha = l_s + l_d$ . Sind alle Teillängen bekannt, kann das Gesamtvolumen aus der Summe der Einzelvolumina beider Kegelstümpfe berechnet werden

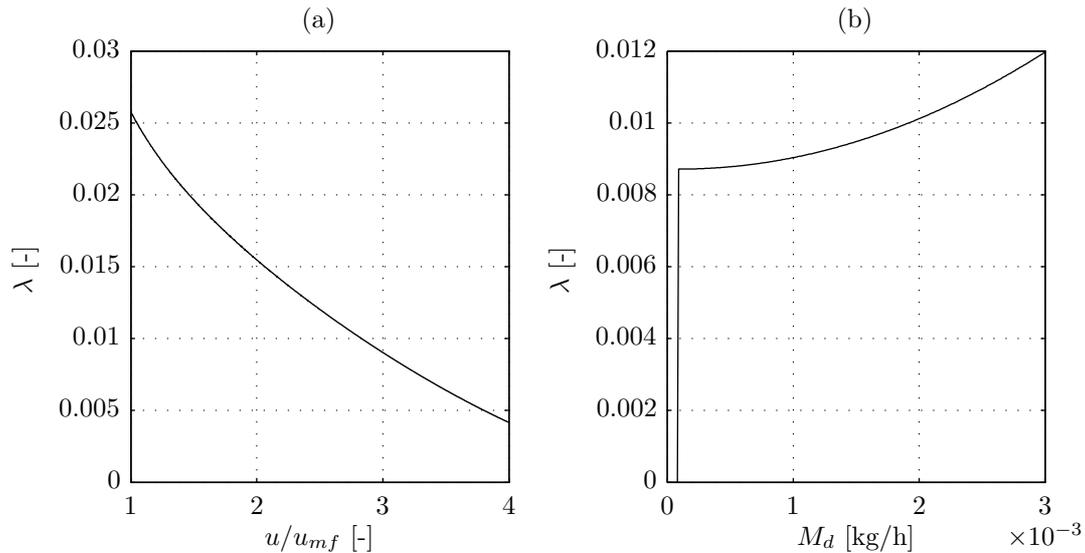
$$V_\alpha = \frac{\pi}{3} \left( l_d r_m^2 + l_s r_m^2 + l_s r_m r_b + l_s r_b^2 \right). \quad (5.30)$$

Die Gültigkeit und Anwendung des Sprühzonenvolumenmodells ist beschränkt auf eine Düsenposition, welche sich oberhalb des Partikelbettes befindet. Übersteigt bei stärkerer Fluidisation die Partikelschicht die Düsenposition und die Düse ist eingetaucht in das Partikelbett, so existiert die Sprühstrahlteillänge  $l_d$  nicht. In diesem Fall weichen die Mechanismen der Strahlausbreitung vom Modell ab. Dieser Sonderfall wurde in den durchgeführten Untersuchungen nicht berücksichtigt.

Kennt man das Sprühzonenvolumen innerhalb der Wirbelschicht, so kann dieses ins Verhältnis zum gesamten Prozessvolumen, dem Sprühzonenvolumenanteil  $\lambda$  mit

$$\lambda = \frac{V_\alpha}{V_{ges}} \quad (5.31)$$

gesetzt werden. Dabei ist das Gesamtprozessvolumen  $V_{ges}$  eine Definitionsangelegenheit und kann über zwei generelle Ansätze beschrieben werden. Im einfachsten Fall wird ein konstantes Volumen bei einer maximalen Schichthöhe beziehungsweise bei einer festen Prozessgrenze definiert. Auf dieses abgesteckte Volumen wird das Sprühzonenvolumen bezogen. Im Gegensatz dazu gibt es die Möglichkeit einer zustandsabhängigen Prozessbeschreibung, bei der die obere Prozessgrenze mit der Schichthöhe beschrieben werden kann. Die Schichthöhe ergibt sich mit der Gleichung (5.23). Diese Prozessgrenze ist abhängig von den hydrodynamischen Eigenschaften der Partikelschicht und ist somit eine variable Definition. Zum Vergleich der Sprühzonenvolumenanteile bei verschiedenen Prozessparametern ist ein konstantes Prozessvolumen von Vorteil und wurde bei einer konstanten Höhe mit  $y = 500$  mm gewählt. Abbildung 5.29 zeigt den Volumenanteil der Sprühzone  $\lambda$  in Abhängigkeit der Fluidisationsgeschwindigkeit sowie in Abhängigkeit des Düsenluftmassenstroms. Wird bei konstantem Düsenluftmassenstrom die Fluidisationsgeschwindigkeit erhöht, steigt die Schichthöhe an und der Sprühzonenvolumenanteil wird kleiner. Partikel können in größeren Schichthöhen mit Tropfen kollidieren. Die Ausbreitung aktiver Flüssigkeitstropfen wird eingeschränkt und somit auch die Größe der Sprühzone. Wird bei konstanter Fluidisationsgeschwindigkeit der Düsenluftmassenstrom reduziert, so verringert sich der Impuls des Düsenstrahls gegenüber der Fluidisation. Ab einem bestimmten Impuls trifft der Düsenstrahl nicht mehr auf das Partikelbett. Damit existiert keine Sprühzone. Alle Tropfen werden ausgetragen und der Volumenanteil der Sprühzone ist folglich  $\lambda = 0$ . Der Volumenanteil der Trocknungszone ergibt sich mit  $1 - \lambda$ .



**Abbildung 5.29:** Volumenanteil der Sprühzone  $\lambda$  bei (a) variiertes Fluidisationsgeschwindigkeit mit  $M_d = 3,6$  kg/h und (b) variiertem Düsenluftmassenstrom; Modell konstantes Prozessvolumen mit Abschluss bei  $y = 500$  mm; Düsenhöhe beträgt  $h_d = 420$  mm

Die Volumenbeschreibung hat Vorteile in einer Prozessbetrachtung, bei der die örtliche Abgrenzung der Zonen von Interesse ist, um den Anteil der Zonen am Gesamtprozesses abzuschätzen. Für diese definierten Zonen gibt es bekannte Prozesszustände, die in die Prozessbeschreibung einfließen. Der Nachteil dieser Prozessbetrachtung ist die fehlende Kenntnis zur Verteilung der Feststoffmassen und deren Dynamik innerhalb der Zonen. Möchte man zur Beschreibung des Befeuchtungsprozesses die Menge besprühter Partikel einbeziehen, so müssen die Partikelmasse und die Partikelverteilung in der Zone bekannt sein. Des Weiteren gibt es bei der Volumenbeschreibung innerhalb der Zonen inaktive Bereiche. Für die Sprühzone ist es der Bereich zwischen Düse und dem Partikelbett. Die Größe des inaktiven Bereiches lässt sich in Abbildung 5.29 (b) am linken Knickpunkt der Kurve ablesen. In der Verwendung des Volumenanteils wird dieser Anteil mitbetrachtet, obwohl keine Partikel enthalten sind. Demgegenüber ist der Massenanteil volumenunabhängig ohne Einfluss inaktiver Bereiche. Deshalb wird nachfolgend ein Modell auf Basis des Sprühzonenmassenanteils  $\alpha$  für die Partikelverweilzeitbestimmung abgeleitet.

### 5.6.2 Modell für Massenanteil und Partikelverweilzeit

Auf der Grundlage der gemessenen Partikelverweilzeiten und Massenanteile in Abschnitt 5.2.2 wird unter Berücksichtigung der Volumenanteile der Kompartimente ein mathematisches Modell dieser Prozessgrößen abgeleitet. Anhand der vorliegenden Messwerte werden Annahmen mit notwendigen Bedingungen getroffen, mit den sich die beiden Prozessgrößen beschreiben lassen. Die drei in den Untersuchungen variierten, unabhängigen Prozessparameter (Düsenhöhe, Fluidisationsgeschwindigkeit und Düsenluftmassenstrom) werden für ein vereinfachtes, makroskopisches Modell herangezogen. Eine detaillierte strömungsmechanische Beschreibung unter Berücksichtigung der Fluid- und Partikelinteraktionen wird aufgrund der Komplexität der Strömung sowie der Berechnung nicht durchgeführt. Zur Vereinfachung werden weitere Einflussgrößen auf die Wirbelschichtdynamik nicht berücksichtigt. Zu diesen zählen das Vorkommen einer Partikelgrößenverteilung, Blasenbildung und Blasenausdehnung in der Schicht oder Partikeleigenschaften, wie zum Beispiel das Stoßverhalten.

### Modell für den Partikelmassenanteil

In der Beschreibung beider Prozessgrößen wird von dem Partikelmassenanteil  $\alpha$  in der Sprühzone ausgegangen, da die Partikelverweilzeit eine Funktion der Partikelmasse in der Sprühzone ist, siehe Gleichung (5.4). Der Massenanteil in der Sprühzone ist mit Bezug auf Gleichung (5.1) mit

$$\alpha = \frac{\epsilon_{p,\alpha} \rho_p V_\alpha}{m_{bed}} \quad (5.32)$$

definiert. Ausgenommen von der mittleren Partikelvolumenfraktion  $\epsilon_{p,\alpha}$  sind alle enthaltenen Größen konstante und/ oder bereits bekannte Prozessgrößen. Um entsprechend  $\alpha$  berechnen zu können, wird eine Korrelation für  $\epsilon_{p,\alpha}$  hergeleitet. Dabei wird  $\epsilon_{p,\alpha}$  als der Anteil der maximal erreichbaren Partikelvolumenfraktion einer willkürlich angeordneten Schüttung kugelförmiger Partikel mit  $\epsilon_{p,max} = 0,6$  angesehen. Für die Beschreibung dieses Anteils wird eine allgemeine Exponentialfunktion zu Grunde gelegt

$$\epsilon_{p,\alpha} = \epsilon_{p,max} f \hat{h}_d^{a_1} X^{a_2} e^{-a_3 X}. \quad (5.33)$$

Die Exponentialfunktion eignet sich mit Bezug auf die Sprühzonenausbildung, um folgende Kriterien zu erfüllen: Bei sehr kleinen Sprühzonenvolumina ist der Massenanteil  $\alpha$  klein. Mit steigendem Sprühzonenvolumen erhöht sich der Massenanteil. Wird gar nicht eingedüst ( $M_d = 0$ ), muss  $\alpha = 0$  gelten. Folgt man den Ergebnissen in Abschnitt 5.2.2, so wird der Massenanteil mit stark zunehmenden Luftströmungen (Fluidisationsgeschwindigkeit und Düsenluftmassenstrom) kleiner. Der Grund sind beschleunigte Partikelzirkulationsbewegungen und eine verkleinerte Sprühzone bei expandierender Partikelschicht. Berücksichtigt man die Kriterien, so wird im Verlauf von  $\alpha$  ein Maximum erwartet, welches mit der Exponentialfunktion ausgedrückt werden kann. Für eine systemunabhängige Beschreibung werden in der Exponentialfunktion drei unabhängige Prozessparameter in einer dimensionslosen Schreibweise eingeführt. Die Variable  $X$  ist das Impulsverhältnis beider entgegengesetzter Gasströmungen mit

$$X = \frac{I_f}{I_{jet}} = \frac{u^2}{\bar{u}_{jet}^2(l_d)}. \quad (5.34)$$

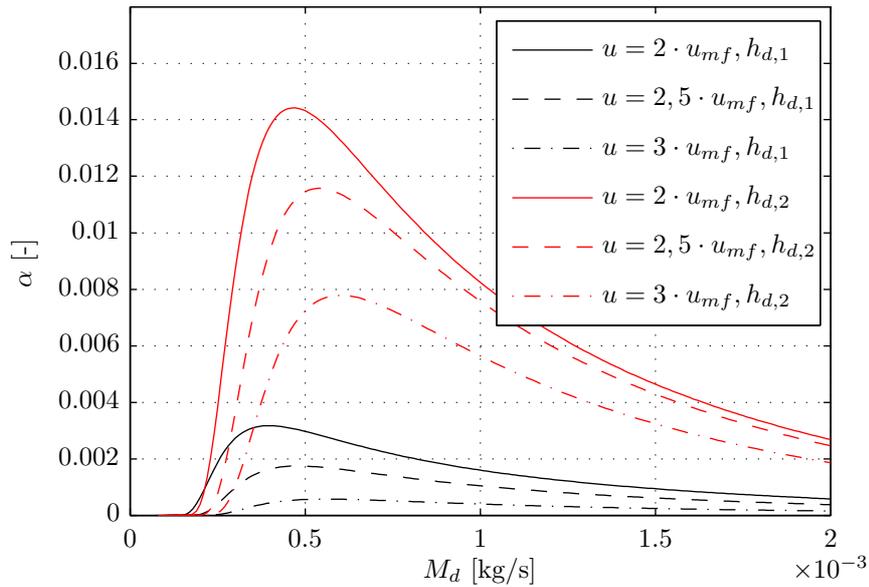
$I_f$  und  $I_{jet}$  berechnen sich aus den Quadraten der Gasgeschwindigkeiten am Ort, an dem der Sprühstrahl die Bettoberfläche bei  $l_d$  erreicht, entsprechend den Gleichungen (5.27) und (5.26). Die dimensionslose Düsenhöhe  $\hat{h}_d$  resultiert aus dem Verhältnis zwischen Düsenposition und Festbetthöhe

$$\hat{h}_d = \frac{h_d}{h_{mf}}. \quad (5.35)$$

Um die Fluidisationsbedingungen und die Strömungseigenschaften des Partikelmaterials einfließen zu lassen, wird die Fluidisationszahl

$$f = \frac{u}{u_{mf}}. \quad (5.36)$$

definiert. Die Fluidisationszahl ist das Verhältnis zwischen Leerrohrgeschwindigkeit zur minimalen Fluidisationsgeschwindigkeit der Partikel. Die minimale Fluidisationsgeschwindigkeit ist abhängig vom Partikelmaterial  $u_{mf} = f(d_p, \rho_p)$ , entsprechend der Berechnungsgleichung (E.1).



**Abbildung 5.30:** Massenanteil  $\alpha$  in Abhängigkeit des Düsenluftmassenstroms bei verschiedenen Fluidisationsgeschwindigkeiten und Düsenhöhen;  $h_{d,1} = 320 \text{ mm}$  und  $h_{d,2} = 420 \text{ mm}$

Aus der Anpassung der Exponentialfunktion (5.33) an die Messergebnisse aus Abschnitt 5.2.2 ergeben sich die Anpassungsparameter mit  $a_1 = -0,91$ ,  $a_2 = 0,41$  und  $a_3 = 11,99$ . Für die variierten Prozessparameter der experimentellen Untersuchungen zeigt die Abbildung 5.30 den Verlauf des Massenanteils  $\alpha$  in Abhängigkeit des Düsenluftmassenstroms. In Bezug auf die zuvor genannten Kriterien an die Funktionsauswahl konnte eine geeignete Funktionsbeschreibung erreicht werden. Der Kurvenbeginn ist im Koordinatenursprung mit einer sich anschließenden inaktiven Phase, in der der Sprühstrahl die Bettoberfläche noch nicht erreicht hat und somit der Massenanteil in der Sprühzone  $\alpha = 0$  ist. In dem Bereich gilt ebenso  $\lambda = 0$ . Im Kurvenverlauf folgt ein Maximum mit den höchsten Massenanteilen in der Sprühzone. Anschließend verläuft der Massenanteil asymptotisch gegen null für höhere Luftmassenströme.

### Modell für die Partikelverweilzeit

Die Partikelverweilzeit in der Sprühzone  $\tau_\alpha$  setzt sich aus dem Massenanteil  $\alpha$  und dem zonen-durchquerenden Partikelmassenstrom  $M_\alpha$  entsprechend der Gleichung (5.4) zusammen. Dabei werden an den Funktionsverlauf der Partikelverweilzeit, in Abhängigkeit der Luftströme in der Schicht, identische Kriterien, wie an den Funktionsverlauf des Massenanteils  $\alpha$ , gestellt. Demnach wird der Massenanteil  $\alpha$  mit einer Korrelation des Partikelmassenstroms korrigiert. Der Partikelmassenstrom hängt jedoch im Gegensatz zur Partikelvolumenfraktion von den Strömungseigenschaften der Partikel ab. Im einfachsten Fall kann dieser in direkter Abhängigkeit zu den Gasströmungseigenschaften in der Wirbelschicht angenommen werden. Der Partikelmassenstrom ergibt sich als lineare Beschreibung aus dem Produkt der einzelnen Prozessparameter

$$\tau_\alpha = \frac{\alpha m_{bed}}{M_\alpha} = \frac{\alpha m_{bed}}{b f Re_p M_d \hat{h}_d}. \quad (5.37)$$

## 5 Kompartimentierung der Wirbelschicht in Sprüh- und Trocknungszone

Die Stoffeigenschaften des Partikelmaterials werden anhand der Partikel-Reynolds-Zahl berücksichtigt

$$Re_p = \frac{f u_{mf} d_p}{\nu_g}. \quad (5.38)$$

Der Anpassungsparameter in Gleichung (5.37) wurde mit  $b = 0,32$  bestimmt. Den berechneten Verlauf der Partikelverweilzeiten in Abhängigkeit des Düsenluftmassenstroms zeigt die Abbildung 5.31. Äquivalent zum Massenanteil kann für die Partikelverweilzeit in der Sprühzone der geforderte Verlauf nach den oben genannten Kriterien wiedergegeben werden. So existiert eine maximale Partikelverweilzeit, die bei zunehmenden Fluidströmen gegen null tendiert. Des Weiteren gibt es einen Einfluss des Sprühzonenvolumens. Das Sprühzonenvolumen wird bei geringeren Düsenhöhen kleiner. In diesem Fall verkürzen sich die Partikelverweilzeiten in der Sprühzone, da das Sprühzonenvolumen bei gleicher Partikelgeschwindigkeit schneller durchquert wird.

Die Partikelverweilzeit in der Trocknungszone ergibt sich aus den berechneten Größen  $\tau_\alpha$  und  $\alpha$  entsprechend nach Gleichung (5.7) mit

$$\tau_{1-\alpha} = \tau_\alpha \left( \frac{1}{\alpha} - 1 \right). \quad (5.39)$$

Die Partikelverweilzeit in der Trocknungszone ist in Abbildung 5.32 dargestellt. Es kann gezeigt werden, dass die Partikelverweilzeit in der Trocknungszone mit zunehmender Partikelgeschwindigkeit und Fluidströmen in der Schicht exponentiell abnimmt. Dies begründet sich aus dem beschleunigten Zirkulationsverhalten der Partikel mit höherer Schichtmobilität. Damit ändert sich die Zeit für Trocknungsvorgänge gebildeter Partikelstrukturen unter Berücksichtigung veränderter Stoffübergänge, siehe Abschnitt 5.2.1. Bei kleinen Düsenluftmassenströmen und Fluidisationsgeschwindigkeiten tendiert die Partikelverweilzeit theoretisch gegen unendlich. Der Grenzfall liegt jedoch vor, wenn der Sprühstrahl die Bettoberfläche nicht mehr erreichen kann. In diesem Fall existiert nur noch ein Kompartiment und die Partikelverweilzeit in der Trocknungszone  $\tau_{1-\alpha}$  ist gleich der Gesamtprozesszeit. Ein Granulationsprozess findet bei einem Kompartiment (Trocknungszone) nicht mehr statt. Die mittlere Zirkulationszeit kann aus der Summe der beiden Einzelverweilzeiten berechnet werden

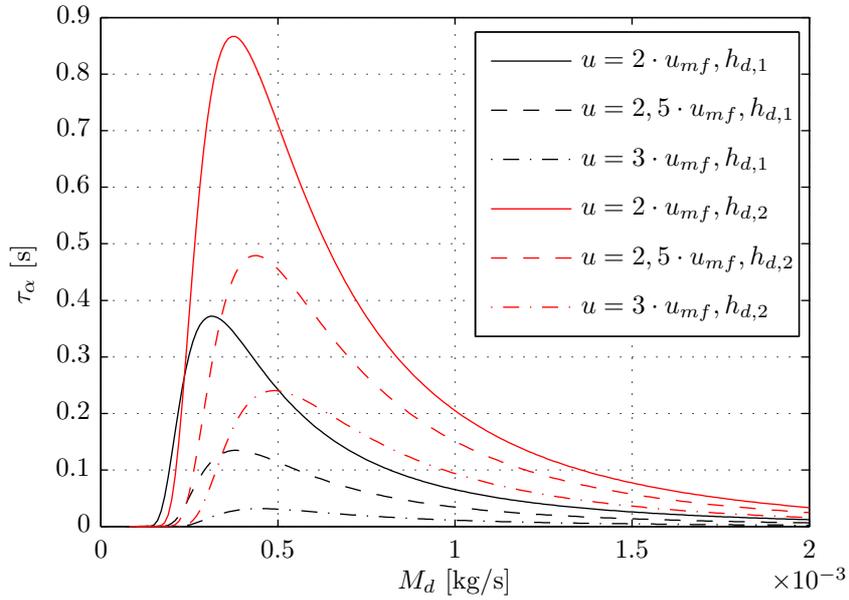
$$\tau_{re} = \tau_\alpha + \tau_{1-\alpha}. \quad (5.40)$$

Dabei wird die Zirkulationszeit maßgeblich durch die Partikelverweilzeit in der Trocknungszone bestimmt.

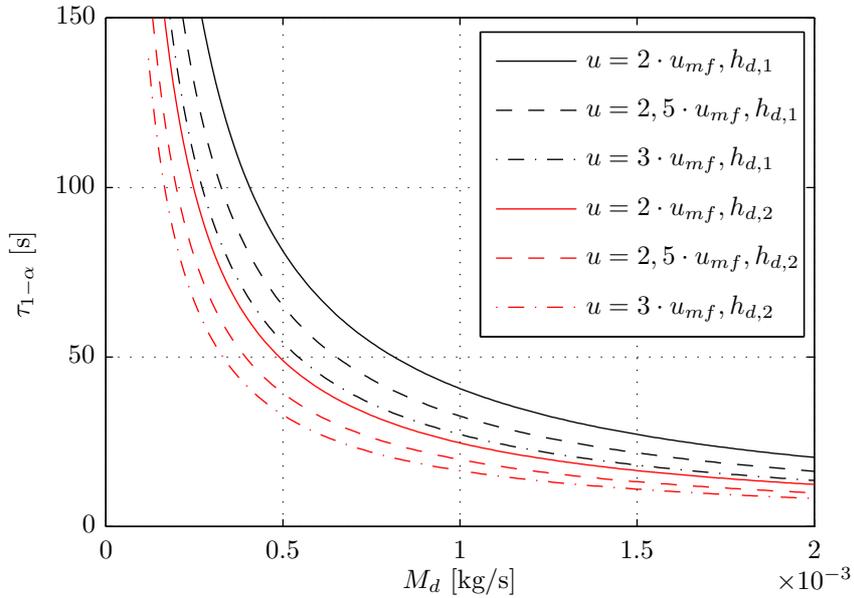
Die Parameterbestimmung für  $a_1$ ,  $a_2$ ,  $a_3$ ,  $b$  und  $c$  erfolgt über eine Optimierungsrechnung der drei unabhängigen, dimensionslosen Prozessparametern  $M_d$ ,  $f$  und  $\hat{h}_d$ . Die Minimierungsrechnung erfolgt über die summierten Fehlerquadrate zwischen den Messwerten und den Modellprädiktionen. Das überbestimmte Gleichungssystem wird über die Minimierung nach Levenberg-Marquardt gelöst. Die Abbildungen C.16 bis C.20 im Anhang zeigen die Messwertanpassungen der mittleren Partikelvolumenfraktionen und Partikelverweilzeiten in der Sprühzone.

Innerhalb der experimentellen Untersuchungen sind für die Messung und Akquise der Partikelverweilzeiten verhältnismäßig große Partikel im Vergleich zu Granulaten in der industriellen Produktion verwendet worden. Der Größenunterschied liegt bei  $d_p = 1,8$  mm in den Versuchen zu üblicherweise  $d_p = 200 \dots 600 \mu\text{m}$  in der Produktion. Die abgeleitete Korrelation basiert auf den Messwerten der großen Partikel. Um die Gültigkeit der oben aufgestellten Korrelation für das Einsatzgebiet kleiner Partikel zu validieren, wurden die PEPT Messungen von Depypere

5.6 Kompartiment austauschmodell für monodisperse Partikel



**Abbildung 5.31:** Partikelverweilzeit in der Sprühzone  $\tau_\alpha$  in Abhängigkeit des Düsenluftmassenstroms für verschiedene Fluidisationsgeschwindigkeiten und Düsenpositionen im Bett;  $h_{d,1} = 320$  mm und  $h_{d,2} = 420$  mm



**Abbildung 5.32:** Partikelverweilzeit in der Trocknungszone  $\tau_{1-\alpha}$  in Abhängigkeit des Düsenluftmassenstroms für verschiedene Fluidisationsgeschwindigkeiten und Düsenpositionen im Bett;  $h_{d,1} = 320$  mm und  $h_{d,2} = 420$  mm

## 5 Kompartimentierung der Wirbelschicht in Sprüh- und Trocknungszone

u. a. [31] nachgerechnet und verglichen. Für das Partikelsystem Glas mit der Größe  $d_p = 200 \mu\text{m}$  bestimmte Depypere die Partikelverweilzeiten in vier charakteristischen Zonen innerhalb des Bettes. Die Summe aller Einzelpartikelverweilzeiten ergibt die mittlere Zirkulationszeit. Diese bestimmte Depypere mit  $0,75 \pm 0,32 \text{ s}$ . Werden die entsprechenden Versuchsdaten, aufgeführt in der Tabelle 5.6, der Korrelation übergeben, so lässt sich eine Zirkulationszeit ermitteln. Da die Schichthöhe über der Düsenposition endet, wurde die Sprühstrahllänge mit  $l_d = 20 \text{ mm}$  angenommen. Dies widerspricht der Modellvoraussetzung, andernfalls ist es aufgrund fehlender Literaturwerte unmöglich einen Vergleich zu externen Messdaten zu führen. Die nachgerechnete Zirkulationszeit beträgt  $\tau_{re} = 0,38 \text{ s}$ . Diese liegt geringfügig unter dem Vertrauensintervall der PEPT-Messung. Die entsprechende Größenskala kann jedoch in dem Modell wiedergegeben werden. Trotz alledem sollte das Modell dahin validiert und eventuell angepasst werden, dass Partikelverweilzeiten aus Untersuchungen mit kleineren Produktdurchmessern einbezogen werden. Auch die Anzahl der Messwerte sollte für eine verbesserte Funktionsanpassung erhöht werden.

## 6 Zusammenfassung

Im Rahmen dieser Arbeit wurde die Top-Spray Wirbelschichtgranulation bezüglich der partikeldynamischen Eigenschaften untersucht. Hierzu kamen verschiedene Messtechniken sowie numerische Simulationswerkzeuge zum Einsatz. Für die messtechnischen Untersuchungen wurde eine flache Wirbelschicht mit rechteckiger Grundfläche eingesetzt. Diese spezielle Anlage besitzt transparente Wände, so dass die Partikelbewegungen mit einem Kamerasystem festgehalten werden können. Die aufgenommenen Bilder wurden mit bildbasierten Messmethoden ausgewertet. Zu diesen zählen die PIV zur Bestimmung von Partikelgeschwindigkeiten und die DIA für Partikelvolumenfraktionen. Der gesamte Prozessraum wurde vermessen mit einer örtlichen Auflösung von vier Millimetern. Die besondere Bauform der flachen Wirbelschicht wurde aufgrund der Konstruktion in der Wissenschaft oftmals kritisch diskutiert. Hierbei wurde hinterfragt, ob das Partikelzirkulationsverhalten in solchen Anlagen überhaupt dem von üblichen zylindrischen und größer dimensionierten Wirbelschichtanlagen entsprechen kann. Um die Einsetzbarkeit zu bestätigen, wurden Validierungsmessungen unter Verwendung einer halbtechnischen, zylindrischen Wirbelschicht mit äquivalenten Abmessungen vorgenommen. In den Validierungsmessungen wurde eine faseroptische Sonde eingesetzt, um lokal Partikelgeschwindigkeiten und Partikelvolumenfraktionen zu messen. Ein direkter Vergleich zwischen beiden Wirbelschichtsystemen wurde somit durchgeführt. Für die Partikelvolumenfraktionsmessung wurden die Messmethoden DIA und der faseroptischen Sonde gegenübergestellt. Es konnten gute Übereinstimmungen zwischen beiden Messmethoden nachgewiesen werden, wobei es für die faseroptische Sonde Anwendungseinschränkungen gibt. Die Sonde weist messtechnische Schwierigkeiten bei niedrigen Partikelgeschwindigkeiten auf, wenn Partikel vor den optischen Fasern der Sonde verbleiben. Für die Partikelgeschwindigkeit wurde gezeigt, dass die Messung maßgeblich durch den Durchflugwinkel der Partikel entlang der Faseranordnung beeinflusst wird. Für die Messung von zweidimensionalen Partikelgeschwindigkeiten in einer ebenen, heterogenen Mehrphasenströmung wurde eine neue Vorgehensweise in der Messung präsentiert. Über eine Zweikomponentenmessung der Partikelgeschwindigkeit wird zuerst der Durchflugwinkel rekonstruiert. Anschließend können über trigonometrische Gesetzmäßigkeiten die Partikelgeschwindigkeitskomponenten korrigiert werden. Vergleichsmessungen zwischen rekonstruierten Partikelgeschwindigkeiten mit PIV-Ergebnissen innerhalb der flachen Wirbelschicht bestätigen erfolgreich die dargelegte Vorgehensweise. Zusätzlich zu den Messungen mit der faseroptischen Sonde wurden Schichtdruckschwankungen in der flachen und in der zylindrischen Anlage zum Vergleich der Schichthydrodynamik gemessen. Alle durchgeführten Vergleichsmessungen bestätigten die generelle Einsetzbarkeit der flachen Wirbelschicht gegenüber zylindrisch geformten Anlagen. Festgestellte Unterschiede in der flachen Anlage sind eine niedrigere Schichthöhe, eine geringere Schichtporosität und verschobene Regimeübergänge zu höheren Fluidisationsgeschwindigkeiten. Hauptsächlich konnte die deutlich erhöhte Partikel-Wandreibung als Grund des abweichenden Strömungsverhaltens identifiziert werden. Die Abweichungen sind in bestimmten Messbereichen in einem tolerierbaren Rahmen, so dass die bildbasierten Messergebnisse für weitere Untersuchungen verwendet wurden.

Der Wirbelschichtgranulationsprozess kann aufgrund typischer Teilprozesse in Kompartimente unterteilt werden. Für die Top-Spray Konfiguration wurde eine Zwei-Kompartiment Unterteilung in eine Sprüh- und eine Trocknungszone präsentiert. Die Unterteilung basiert auf der örtlichen

Abgrenzung der Sprühzone. Das Definitionskriterium für die Sprühzone ist das Vorkommen aktiver Flüssigkeitstropfen. Nur aktive Flüssigkeitstropfen können sich auf Partikeloberflächen ablagern und ein Partikelwachstum erzeugen. Das Vorhandensein aktiver Flüssigkeitstropfen wurde anhand einer Leitfähigkeitssonde nachgewiesen. Diese Sonde besteht aus zwei Elektroden. Benetzen die Flüssigkeitstropfen die Elektroden bildet sich eine Flüssigkeitsbrücke aus und es kommt zu einem Stromfluss. Für den Fall, dass ein Stromfluss nachweisbar ist, ist dies der Bereich der Sprühzone. Der Bereich, in dem kein Stromfluss messbar ist, bildet die Trocknungszone. Eine zylindrische Top-Spray Wirbelschicht wurde mit dieser Messmethode bei verschiedenen Prozessparametern vermessen. Für die verschiedenen Prozessparameter wurden die Sprühzonendimensionen gezeigt und entsprechende Sprühzonenvolumen und Volumenanteile berechnet. Grundsätzlich kann gesagt werden, dass eine Erhöhung der Fluidisationsgeschwindigkeit die Sprühzone verkleinert. Ein hoher Düsenluftmassenstrom kann die Sprühzone stabilisieren. Je niedriger der Düsenluftmassenstrom gewählt wird, desto mehr spreitet sich die Sprühzone auf mit einem örtlich schwankenden Sprühstrahl. Die Position der Düse über der Partikelschicht bestimmt maßgeblich das Sprühzonenvolumen und die Beeinflussung der Partikelschicht durch den Sprühstrahl.

Die gemessenen Sprühzonendimensionen wurden auf die bildbasierten Messergebnisse angewandt. Über eine direkte Kopplung der PIV Partikelgeschwindigkeits- und der DIA-Partikelvolumenfraktionsergebnisse wurden Partikelverweilzeiten und Massenanteile in der Sprüh- und in der Trocknungszone bestimmt. Die somit bestimmten Partikelverweilzeiten und Massenanteile sind ausschließlich für die flache Wirbelschicht gültig. Um aussagekräftige Ergebnisse für zylindrische Wirbelschichten zu erhalten, wurde eine Transformation aufgezeigt. Mit der Transformation werden die Ergebnisse der ebenen Partikelströmung aus der flachen Wirbelschicht für ein räumliches Wirbelschichtsystem umgerechnet. In den Ergebnissen zeigt sich, dass eine Steigerung der Fluidströme in der Schicht zu einer Verkürzung der Partikelverweilzeiten in den Kompartimenten führt. Mit den kurzen Partikelverweilzeiten verringert sich ebenso die Zirkulationszeit der Partikel. Damit durchlaufen die Partikel häufiger den Sprüh- und Trocknungsprozess in selbiger Prozesszeit.

Neben den experimentellen Analysen wurde die Top-Wirbelschicht mittels numerischer Simulationswerkzeuge untersucht. Zur Anwendung kam ein DEM-CFD Simulationsansatz. Hierbei wird die partikuläre Phase über die Diskrete Elemente Methode beschrieben. Diese wird in einem vollständigen Impuls- und Massenaustausch mit der kontinuierlich berechneten Fluidphase über das Euler-Granular Modell gekoppelt. Damit lassen sich Partikel im Wirbelschichtgranulationsprozess auf Einzelpartikelebene untersuchen. Ein entscheidender Nachteil in der Anwendung der DEM ist die Einschränkung auf die Quantität berücksichtigter Elemente. Wirbelschichtsysteme bestehen aus mehreren Millionen Einzelpartikeln. Ein solches System ist über die DEM mit aktueller Rechentechnik nicht simulierbar. Um trotzdem den DEM-CFD Simulationsansatz zu verwenden, wurde ein Skalierungsansatz aufgestellt. Der Skalierungsansatz basiert auf der Ähnlichkeitstheorie und skaliert das Partikelsystem auf der Grundlage von drei dimensionslosen Kennzahlen. Für die flache Wirbelschicht konnte mit unterschiedlich skalierten Partikelanzahlen gezeigt werden, dass sich die Schichteigenschaften mit der Skalierung nur geringfügig verändern. Der größte Einfluss konnte bei der mittleren Partikelgeschwindigkeit festgestellt werden. Mit der Reduktion der Partikelanzahl nimmt der Partikeldurchmesser zu. Damit erhöht sich die Kontaktfläche bei Wandkollisionen, welche die festgestellte Änderung aufgrund von Wandreibung bewirken. Wird statt der flachen Wirbelschicht eine zylindrische Anlage mit deutlich geringerem Verhältnis von Oberfläche zu Anlagenvolumen verwendet, sind die Auswirkungen der Wandreibung vernachlässigbar.

In den darauffolgenden Simulationen wurde die halbtechnische, zylindrische Top-Spray Wirbelschicht mit skalierten Partikelanzahl nachgerechnet. Die Kompartimentunterteilung aus den

experimentellen Untersuchungen wurde auf die Simulationsergebnisse angewandt. Für die hierbei definierte Sprühzone wurden Partikelverweilzeiten bestimmt. Da die Simulationsergebnisse auf Partikelebene erfolgen, wurden aus den Einzelpartikelverweilzeiten in der Sprühzone Partikelverweilzeitverteilungen abgeleitet. Es zeigt sich, dass besonders im Top-Spray Wirbelschichtprozess eine breite Partikelverweilzeitverteilung vorliegt. Diese resultiert hauptsächlich aus unterschiedlichen Durchquerungslängen und Geschwindigkeiten der Partikel in der Sprühzone. Eine Durchquerungslängenverteilung bestätigt dieses Verhalten. Mit dem Skalierungsansatz konnte neben der Reduktion der Partikelanzahl die Simulation kleinskaliger Partikel erreicht werden. Für den Prozess der Wirbelschichtgranulation bedeutet dies die Berücksichtigung von diskreten Flüssigkeitstropfen. Hierzu wurde die DEM-Simulation dahingehend erweitert, dass Partikel mit gewissen Eigenschaften der Flüssigkeitstropfen berücksichtigt wurden. Zu diesen Tropfeneigenschaften gehören das Löschen der Tropfen nach erfolgreicher Kollision mit einem Partikel und das Einführen einer Kollisionszählervariablen für jedes Partikel. Aus den Wirbelschichtsimulationen mit Flüssigkeitstropfen wurde die Existenzzeitverteilung der Tropfen in der fluidisierten Partikelschicht bestimmt. Für die vorhandene mittlere Existenzzeit gilt nach Dervedde [32] die Aktivitätsbedingung. Flüssigkeitstropfen benötigen auch bei intensivierten Prozessbedingungen deutlich mehr Zeit, um durch Trocknungsprozesse vor einer Kollision mit Partikeln deaktiviert zu werden. Über die Existenzzeit lässt sich der Anteil ungenutzter und ausgetragener Tropfen, das sogenannte Overspray, ermitteln. Der Overspray-Anteil ist ein Kriterium der Wirtschaftlichkeit des Granulationsverfahrens und ein Maß für die Menge zurückgeführter Primärpartikel. Für höhere Düsenpositionen oberhalb des Partikelbetts kann gezeigt werden, dass sich der Overspray-Anteil aufgrund einer stärker umgelenkten Düsenströmung erhöht. Aus den Tropfensimulationen lassen sich auch der Ort der Partikelbefeuchtung und die Durchmischung feuchter Partikel in der Schicht aufzeigen. Für die Sprühzone kann entsprechend der Befeuchtungsprozess in drei unterschiedliche Befeuchtungsmechanismen unterteilt werden. Entsprechend des Partikeleintrittsortes in die Sprühzone werden Partikel nahezu vollständig, teilweise und einseitig oder gering und selektiv befeuchtet. Aus diesen drei Befeuchtungsmechanismen entsteht ein unterschiedliches Partikelgrößenwachstum. In einem Vergleich zwischen den Ergebnissen der DEM-CFD Simulationen und den transformierten Messergebnissen aus der flachen Wirbelschicht konnte eine Übereinstimmung mit ungefähr 20 % Abweichung ermittelt werden. Mit dieser geringen Abweichung bestätigen sich der hier aufgestellte und angewandte Skalierungsansatz, sowie die gekoppelte Messmethodik an der flachen Wirbelschicht.

Im Abschluss der zonenbasierten Wirbelschichtuntersuchungen wurde ein erstes Kompartiment-austauschmodell zur Abschätzung der zuvor experimentell bestimmten Kompartimenteigenschaften wie Zonenvolumina, Partikelverweilzeiten und Massenanteile präsentiert. Mit dem Modell sind Vorhersagen unabhängig vom untersuchten Wirbelschichtsystem möglich. Es kann in populationsdynamischen Kompartimentmodellen eingesetzt werden, in denen insbesondere die Partikelverweilzeit für die berücksichtigten Kompartimente benötigt wird. Das Modell der Volumenberechnung basiert auf dem Impulsverhältnis zwischen der Düsenluftströmung und der Fluidisationsluft. Das Modell der Partikelverweilzeiten und Massenanteile beruht auf einer Exponentialfunktion. Drei Anpassungsparameter in der Exponentialfunktion wurden über eine Minimierungsrechnung zwischen Modell und Messwerten bestimmt. Um die Gültigkeit des Modells für granulationstypische Partikel mit kleinen Produktdurchmessern, fluidisiert bei höheren Gasgeschwindigkeiten, zu überprüfen, wurde ein Vergleich der Zirkulationszeit zu den experimentellen Untersuchungen von Depypere u. a. [31] durchgeführt. Es konnte eine Zirkulationszeit mit einer Abweichung von 50 % berechnet werden. Dies gibt eine erste Bestätigung für die Einsetzbarkeit des Modells für granulationstypische Anwendungen.

Zusammenfassend wurde in der vorliegenden Arbeit eine messtechnische und simulative Herangehensweise zur Bestimmung von Partikelverweilzeiten und Massenanteilen innerhalb eines

## 6 Zusammenfassung

Zwei-Kompartimentansatzes der Top-Spray Wirbelschichtgranulation gezeigt. Ein vorgeschlagenes Modell ermöglicht die Abschätzung dieser Prozesseigenschaften unabhängig vom vorliegenden Systemzustand. Die präsentierten Ergebnisse geben neue Erkenntnisse zu einer Zwei-Kompartimentbetrachtung des Top-Spray Wirbelschichtsprühgranulationsprozesses.

# Literaturverzeichnis

- [1] *EDEM: Users Guide*. Edingburgh, 2012
- [2] ADRIAN, R. J.: Statistical properties of particle image velocimetry measurements in turbulent flow. In: ADRIAN, Ronald J. (Hrsg.): *Applications of laser anemometry to fluid mechanics*. Springer, 1989, S. 115–129
- [3] ADRIAN, R. J.: Particle-imaging techniques for experimental fluid mechanics. In: *Annual Reviews Fluid Mechanics* (1991), Nr. 23, S. 261–304
- [4] AGARWAL, G. ; LATTIMER, B. ; EKKAD, S. ; VANDSBURGER, U.: Experimental study on solid circulation in a multiple jet fluidized bed. In: *AIChE Journal* 58 (2012), Nr. 10, S. 3003–3015
- [5] AGARWAL, P. K. ; HULL, A. S. ; LIM, K. S.: Digital image analysis techniques for the study of bubbling fluidized beds. In: CHAOUKI, J. (Hrsg.): *Non-invasive monitoring of multiphase flows*. Elsevier, 1997. – ISBN 978-0-444-82521-6, S. 407–454
- [6] ANTONYUK, S. ; HEINRICH, S. ; TOMAS, J. ; DEEN, N. G. ; BUIJTENEN, M. S. ; KUIPERS, J. A. M.: Energy absorption during compression and impact of dry elastic-plastic spherical granules. In: *Granular Matter* 12 (2010), Nr. 1, S. 15–47
- [7] ASEGEHEGN, T. W. ; SCHREIBER, M. ; KRAUTZ, H. J.: Investigation of bubble behavior in fluidized beds with and without immersed horizontal tubes using a digital image analysis technique. In: *Powder Technology* 210 (2011), Nr. 3, S. 248–260
- [8] BARTELS, M. ; VERMEER, B. ; VERHEIJEN, P. J. ; NIJENHUIS, J. ; KAPTEIJN, F. ; OMMEN, J.R van: Methodology for the screening of signal analysis methods for selective detection of hydrodynamic changes in fluidized bed systems. In: *Industrial & Engineering Chemistry Research* 48 (2009), Nr. 6, S. 3158–3166
- [9] BARTSCH, H.-J: *Taschenbuch mathematischer Formeln*. 20. München and Wien : Fachbuchverl. Leipzig im Carl-Hanser-Verl., 2004. – ISBN 3-446-22891-8
- [10] BEAUD, F. ; LOUGE, M. Y.: Similarity of radial profiles of solid volume fraction and in a circulating fluidised bed. In: LARGE, Jean F. (Hrsg.) ; LAGUÉRIE, Claude (Hrsg.): *Fluidization VIII*. Engineering Foundation, 1996. – ISBN 9780939204540, S. 97–104
- [11] BEETSTRA, R. ; HOEF, M. A. d. ; KUIPERS, J. A. M.: Drag force of intermediate Reynolds number flow past mono- and bidisperse arrays of spheres. In: *AIChE Journal* 53 (2007), Nr. 2, S. 489–501
- [12] BENTAHAR, F. ; KACI, F. ; MAHI, F. ; DAOU, K. ; BENKAHLA, Y.K: Hydrodynamics of a gas jet immersed in a particles bed under non isothermic conditions. In: *Proc. 1st European Congress on Chemical Engineering* (1997), Nr. 3, S. 1855
- [13] BI, Hsiaotao T.: A critical review of the complex pressure fluctuation phenomenon in gas–solids fluidized beds: Frontier of Chemical Engineering - Multi-scale Bridge between

- Reductionism and Holism. In: *Chemical Engineering Science* 62 (2007), Nr. 13, S. 3473–3493
- [14] BOKKERS, G. A. ; SINT ANNALAND, M. van ; KUIPERS, J. A. M.: Mixing and segregation in a bidisperse gas–solid fluidised bed: a numerical and experimental study. In: *Powder Technology* (2004), Nr. 140, S. 176–186
- [15] BÖRNER, M. ; PEGLOW, M. ; TSOTSAS, E.: Particle residence times in fluidized bed granulation equipments. In: *Chemical Engineering & Technology* 34 (2011), Nr. 7, S. 1116–1122
- [16] BÖRNER, M. ; PEGLOW, M. ; TSOTSAS, E.: Derivation of parameters for a two compartment population balance model of Wurster fluidised bed granulation. In: *Powder Technology* 238 (2013), S. 122–131
- [17] BRADBURY, L. J. S.: The structure of a self-preserving plane jet: *Journal of Fluid Mechanics*. 23 (1965), S. 31–64
- [18] BRIENS, L. A. ; BRIENS, C. L.: Cycle detection and characterization in chemical engineering. In: *AIChE Journal* 48 (2002), Nr. 5, S. 970–980
- [19] BUIJTENEN, M. S. ; BÖRNER, M. ; DEEN, N. G. ; HEINRICH, S. ; ANTONYUK, S. ; KUIPERS, J. A. M.: An experimental study of the effect of collision properties on spout fluidized bed dynamics. In: *9th International Symposium on Agglomeration*. 2009
- [20] BUIJTENEN, M. S. ; BÖRNER, M. ; DEEN, N. G. ; HEINRICH, S. ; ANTONYUK, S. ; KUIPERS, J. A. M.: An experimental study of the effect of collision properties on spout fluidized bed dynamics. In: *Powder Technology* 206 (2011), Nr. 1-2, S. 139–148
- [21] BUIJTENEN, M. S. ; DIJK, W. J. ; DEEN, N. G. ; KUIPERS, J. A. M. ; LEADBEATER, T. ; PARKER, D. J.: Numerical and experimental study on multiple-spout fluidized beds. In: *Chemical Engineering Science* 66 (2011), Nr. 11, S. 2368–2376
- [22] CAICEDO, G. R. ; MARQUÉS, J. J. P. ; RUÍZ, M. G. ; SOLER, J. G.: A study on the behaviour of bubbles of a 2D gas-solid fluidized bed using digital image analysis. In: *Chemical Engineering and Processing* 42 (2003), Nr. 1, S. 9–14
- [23] CHOI, M. S. ; MEISEN, A.: Sulfur coating of urea in shallow spouted beds. In: *Chemical Engineering Science* 52 (1997), Nr. 7, S. 1073–1086
- [24] CLOETE, S. ; ZAABOUT, A. ; JOHANSEN, S. T. ; SINT ANNALAND, M. van ; GALLUCCI, F. ; AMINI, S.: The generality of the standard 2D TFM approach in predicting bubbling fluidized bed hydrodynamics. In: *Powder Technology* 235 (2013), S. 735–746
- [25] COCCO, R. ; CLEVELAND, J. ; CHRISMAN, R.: Simultaneous in-situ determination of particle loadings and velocities in a gaseous medium. In: *Fluidization and Fluid-Particle Systems* (1994), S. 251–256
- [26] CRAPPER, M. ; ROBERTSON, G.D.C ; SAM W.: EDEM-FLUENT investigation of bubble-tube interactions in gas-fluidized beds. In: *6th International Conference on Multiphase Flow* (2007)
- [27] CUNDALL, P. A. ; STRACK, O. D. L.: A discrete numerical model for granular assemblies. In: *Géotechnique* 29 (1979), Nr. 1, S. 47–65

- [28] DANCKWERTS, P. V.: Significance of liquid-film coefficients in gas absorption. In: *Industrial & Engineering Chemistry* 43 (1951), Nr. 6, S. 1460–1467
- [29] DEEN, N. G. ; SINT ANNALAND, M. van ; HOEF, M. A. d. ; KUIPERS, J. A. M.: Review of discrete particle modeling of fluidized beds: Fluidized Bed Applications. In: *Chemical Engineering Science* 62 (2007), Nr. 1-2, S. 28–44
- [30] DENCS, B.: Particle velocity measurements in dense fluidized beds. In: *Particle and Particle Systems Characterization* 12 (1995), Nr. 6, S. 314–317
- [31] DEPYPERE, F. ; PIETERS, J.G ; DEWETTINCK, K.: PEPT visualisation of particle motion in a tapered fluidised bed coater. In: *Journal of Food Engineering* 93 (2009), S. 324–336
- [32] DERNEDDE, M.: *Modellierung der Wirbelschicht-Sprühagglomeration unter Berücksichtigung der Partikelstrukturbildung*. Magdeburg, Otto-von-Guericke Universität, Diss., 2013
- [33] DERNEDDE, M. ; PEGLOW, M. ; TSOTSAS, E.: Stochastic modeling of fluidized bed granulation: Influence of droplet pre-drying. In: *Chemical Engineering & Technology* 34 (2011), Nr. 7, S. 1177–1184
- [34] DERNEDDE, M. ; PEGLOW, M. ; TSOTSAS, E.: A novel, structure-tracking Monte Carlo algorithm for spray fluidized bed agglomeration. In: *AIChE Journal* 58 (2012), Nr. 10, S. 3016–3029
- [35] DEWETTINCK, K. ; HUYGHEBAERT, A.: Top-Spray fluidized bed coating: Effect of process variables on coating efficiency. In: *LWT - Food Science and Technology* 31 (1998), Nr. 6, S. 568–575
- [36] DI FELICE, R.: The voidage function for fluid-particle interaction systems. In: *International Journal of Multiphase Flow* 20 (1994), Nr. 1, S. 153–159
- [37] DI RENZO, A. ; DI MAIO, F. P.: Comparison of contact-force models for the simulation of collisions in DEM-based granular flow codes. In: *Chemical Engineering Science* 59 (2004), Nr. 3, S. 525–541
- [38] DI RENZO, A. ; DI MAIO, F. P. ; GIRIMONTE, R. ; FORMISANI, B.: DEM simulation of the mixing equilibrium in fluidized beds of two solids differing in density. In: *Powder Technology* 184 (2008), Nr. 2, S. 214–223
- [39] DI RENZO, A. ; MAIO, F.P: Homogeneous and bubbling fluidization regimes in DEM–CFD simulations: Hydrodynamic stability of gas and liquid fluidized beds. In: *Chemical Engineering Science* (2007), Nr. 62, S. 116–130
- [40] DIJKHUIZEN, W. van ; BOKKERS, G.A ; DEEN, N.G ; SINT ANNALAND, M. van ; KUIPERS, J. A. M.: Extension of PIV for measuring granular temperature field in dense fluidized beds. In: *American Institute of Chemical Engineering* (2007), Nr. 53, S. 108–118
- [41] DOSTA, M. ; ANTONYUK, S. ; HEINRICH, S.: Multiscale Simulation of the Fluidized Bed Granulation Process. In: *Chemical Engineering & Technology* 35 (2012), Nr. 8, S. 1373–1380
- [42] DU, W. ; BAO, X. ; XU, J. ; WEI, W.: Computational fluid dynamics (CFD) modeling of spouted bed: Assessment of drag coefficient correlations. In: *Chemical Engineering Science* 61 (2006), Nr. 5, S. 1401–1420

- [43] DUANGKHAMCHAN, W. ; RONSSE, F. ; DEPYPERE, F. ; DEWETTINCK, K. ; PIETERS, J. G.: CFD study of droplet atomisation using a binary nozzle in fluidised bed coating. In: *Chemical Engineering Science* 68 (2012), Nr. 1, S. 555–566
- [44] ERGUN, S.: Fluid flow through packed columns. In: *Chemical Engineering Progress* 48 (1952), S. 89–94
- [45] FISCHER, C. ; PEGLOW, M. ; TSOTSAS, E.: Restoration of particle size distributions from fiber-optical in-line measurements in fluidized bed processes. In: *Chemical Engineering Science* 66 (2011), Nr. 12, S. 2842–2852
- [46] FITZPATRICK, S. ; DING, Y. ; SEILER, C. ; LOVEGROVE, C. ; BOOTH, S. ; FORSTER, R. ; PARKER, D. ; SEVILLE, J.: Positron emission particle tracking studies of a Wurster process for coating applications. In: *Pharmaceutical Technology* 27 (2003), Nr. 9, S. 70–78
- [47] FREIREICH, B. ; LI, J. ; LITSTER, J. ; WASSGREN, C.: Incorporating particle flow information from discrete element simulations in population balance models of mixer-coaters. In: *Chemical Engineering Science* 66 (2011), Nr. 16, S. 3592–3604
- [48] FRIES, L.: *Discrete particle modeling of a fluidized bed granulator*, TU Hamburg-Harburg, Diss., 2012
- [49] FRIES, L. ; ANTONYUK, S. ; HEINRICH, S. ; DOPFER, D. ; PALZER, S.: Collision dynamics in fluidised bed granulators: A DEM-CFD study. In: *Chemical Engineering Science* 86 (2013), Nr. 4, S. 108–123
- [50] FRIES, L. ; ANTONYUK, S. ; HEINRICH, S. ; PALZER, S.: DEM-CFD modeling of a fluidized bed spray granulator. In: *Chemical Engineering Science* 66 (2011), Nr. 11, S. 2340–2355
- [51] FRIES, L. ; DOSTA, M. ; ANTONYUK, S. ; HEINRICH, S. ; PALZER, S.: Moisture Distribution in Fluidized Beds with Liquid Injection. In: *Chemical Engineering & Technology* 34 (2011), Nr. 7, S. 1076–1084
- [52] GELDART, D.: The size and frequency of bubbles in two- and three-dimensional gas-fluidised beds. In: *Powder Technology* 4 (1970), Nr. 1, S. 41–55
- [53] GELDART, D.: Types of gas fluidization. In: *Powder Technology* 7 (1973), Nr. 5, S. 285–292
- [54] GOLDSCHMIDT, M. J. V. ; BEETSTRA, R. ; KUIPERS, J. A. M.: Hydrodynamic modelling of dense gas-fluidised beds: Comparison and validation of 3D discrete particle and continuum models. In: *Powder Technology* 142 (2004), Nr. 1, S. 23–47
- [55] GOLDSCHMIDT, M. J. V. ; LINK, J. M. ; MELLEMA, S. ; KUIPERS, J. A. M.: Digital image analysis measurements of bed expansion and segregation dynamics in dense gas-fluidised beds. In: *Powder Technology* 138 (2003), Nr. 2-3, S. 135–159
- [56] GOLDSCHMIDT, M. J. V. ; WEIJERS, G. G. C. ; BOEREFIJN, R. ; KUIPERS, J. A. M.: Discrete element modelling of fluidised bed spray granulation. In: *World Congress of Particle Technology, Orlando* 138 (2003), Nr. 1, S. 39–45
- [57] HARTGE, E.-U ; RATSCHOW, L. ; WISCHNEWSKI, R. ; WERTHER, J.: CFD-simulation of a circulating fluidized bed riser. In: *Particuology* 7 (2009), Nr. 4, S. 283–296
- [58] HARTGE, E.-U ; RENSNER, D. ; WERTHER, J.: Solids concentration and velocity patterns in circulating fluidized beds. In: BASU, P. (Hrsg.) ; LARGE, J. F. (Hrsg.): *Circulating fluidized bed technology II*. Pergamon Press, 1988. – ISBN 9780080362250, S. 165–180

- [59] HARTGE, E.-U ; RENSNER, D. ; WERTHER, J.: Faseroptisches Messsystem zur Erfassung lokaler Feststoff-Konzentrationen und -Geschwindigkeiten in höher konzentrierten Gas/Feststoff-Stroemungen. In: *Chemie Ingenieur Technik* 61 (1989), Nr. 9, S. 744–745
- [60] HEDE, P. D. ; BACH, P. ; JENSEN, A. D.: Two-fluid spray atomisation and pneumatic nozzles for fluid bed coating/agglomeration purposes: A review. In: *Chemical Engineering Science* 63 (2008), Nr. 14, S. 3821–3842
- [61] HEINRICH, S. ; PEGLOW, M. ; IHLOW, M. ; HENNEBERG, M. ; MÖRL, L.: Analysis of the start-up process in continuous fluidized bed spray granulation by population balance modelling. In: *Chemical Engineering Science* 57 (2002), Nr. 20, S. 4369–4390
- [62] HERBERT, P. M. ; GAUTHIER, T. A. ; BRIENS, C. L. ; BERGOUGNOU, M. A.: Application of fiber optic reflection probes to the measurement of local particle velocity and concentration in gas-solid flow. In: *Powder Technology* 80 (1994), Nr. 3, S. 243–252
- [63] HERK, M. van: A fast algorithm for local minimum and maximum filters on rectangular and octagonal kernels. In: *Pattern Recognition Letters* (1992), Nr. 13, S. 517–521
- [64] HERTZ, H.: Über die Berührung fester elastischer Körper. In: *Journal für die Reine und Angewandte Mathematik* 92 (1882), S. 156–171
- [65] HOFFMANN, T. ; PEGLOW, M. ; TSOTSAS, E.: Prozessdynamik der Wirbelschichtgranulierung. In: *Chemie Ingenieur Technik* 83 (2011), Nr. 5, S. 658–664
- [66] HONG, J. ; TOMITA, Y.: Measurement of distribution of solids concentration on high density gas-solids flow using an optical-fiber probe system. In: *Powder Technology* 83 (1995), Nr. 1, S. 85–91
- [67] HOOMANS, B. P. B. ; KUIPERS, J. A. M. ; BRIELS, W. J. ; SWAAIJ, W. P. M.: Discrete particle simulation of bubble and slug formation in a two-dimensional gas-fluidised bed: A hard-sphere approach. In: *Chemical Engineering Science* 51 (1996), Nr. 1, S. 99–118
- [68] HOOMANS, B. P. B. ; KUIPERS, J. A. M. ; SWAAIJ, W. P. M.: Granular dynamics simulation of segregation phenomena in bubbling gas-fluidised beds. In: *Powder Technology* 109 (2000), Nr. 1-3, S. 41–48
- [69] HULBURT, H. M. ; KATZ, S.: Some problem in particle technology. In: *Chemical Engineering Science* 19 (1964), S. 555–574
- [70] ISHIDA, M. ; SHIRAI, T. ; NISHIWAKI, A.: Measurement of the velocity and direction of flow of solid particles in a fluidized bed. In: *Powder Technology* 27 (1980), Nr. 1, S. 1–6
- [71] JOHNSON, F. ; ZIJERVELD, R. C. ; SCHOUTEN, J. C. ; BLEEK, C. M. d. ; LECKNER, B.: Characterization of fluidization regimes by time-series analysis of pressure fluctuations. In: *International Journal of Multiphase Flow* 26 (2000), Nr. 4, S. 663–715
- [72] JOHNSON, H. ; JOHNSON, F.: Measurements of local solids volume fraction in fluidized bed boilers. In: *Powder Technology* 115 (2001), Nr. 1, S. 13–26
- [73] JONES, W. P. ; LAUNDER, B. E.: The calculation of low-Reynolds-number phenomena with a two-equation model of turbulence. In: *International Journal of Heat and Mass Transfer* 16 (1973), Nr. 6, S. 1119–1130

- [74] JONG, J. F. d. ; ODU, S. O. ; BUIJTENEN, M. S. ; DEEN, N. G. ; SINT ANNALAND, M. van ; KUIPERS, J. A. M.: Development and validation of a novel Digital Image Analysis method for fluidized bed Particle Image Velocimetry. In: *Powder Technology* 230 (2012), S. 193–202
- [75] KAFUI, D. K. ; THORNTON, C.: Fully-3D DEM simulation of fluidised bed spray granulation using an exploratory surface energy-based spray zone concept. In: *Powder Technology* 184 (2008), Nr. 2, S. 177–188
- [76] KAGE, H. ; AGARI, M. ; OGURA, H. ; MATSUNO, Y.: Frequency analysis of pressure fluctuation in fluidized bed plenum and its confidence limit for detection of various modes of fluidization. In: *Advanced Powder Technology* 11 (2000), Nr. 4, S. 459–475
- [77] KEANE, R. D. ; ADRIAN, R. J.: Optimization of particle image velocimeters. I. Double pulsed systems. In: *Measurement Science and Technology* 1 (1990), Nr. 11, S. 1202–1215
- [78] KEANE, R. D. ; ADRIAN, R. J.: Optimization of particle image velocimeters: II. Multiple pulsed systems. In: *Measurement Science Technology* 2 (1991), Nr. 10, S. 963–974
- [79] KRAMER, H. J. M. ; DIJKSTRA, J. W. ; VERHEIJEN, P. J. T. ; ROSMALEN, G. M.: Modeling of industrial crystallizers for control and design purposes. In: *Powder Technology* 108 (2000), Nr. 2–3, S. 185–191
- [80] KUIPERS, J. A. M. ; PRINS, W. ; SWAALJ VAN, W. P. M.: Theoretical and experimental bubble formation at a single orifice in a two-dimensional gas-fluidized bed. In: *Chemical Engineering Science* 46 (1991), Nr. 11, S. 2881–2894
- [81] KUNII, Daizo ; LEVENSPIEL, Octave: *Fluidization engineering*. 2. Boston : Butterworth-Heinemann, 1991 (Butterworth-Heinemann series in chemical engineering). – ISBN 0409902616
- [82] LATZ, A. ; SCHMIDT, S.: Hydrodynamic modeling of dilute and dense granular flow. In: *Granular Matter* 12 (2010), Nr. 4, S. 387–397
- [83] LAVERMAN, J. A. ; FAN, X. ; INGRAM, A. ; ANNALAND, M. V. S. ; PARKER, D. J. ; SEVILLE, J. P. K. ; KUIPERS, J. A. M.: Experimental study on the influence of bed material on the scaling of solids circulation patterns in 3D bubbling gas-solid fluidized beds of glass and polyethylene using positron emission particle tracking. In: *Powder Technology* 224 (2012), S. 297–305
- [84] LAVERMAN, J. A. ; ROGHAI, I. ; SINT ANNALAND, M. van ; LAVERMAN, J. A.: Investigation into the hydrodynamics of gas-solid fluidized beds using particle image velocimetry coupled with digital image analysis. In: *The Canadian Journal of Chemical Engineering* 86 (2008), Nr. 3, S. 523–535
- [85] LAVERMAN, J.A ; ROGHAI, I. ; SINT ANNALAND, M. van ; KUIPERS, J. A. M.: Experimental study on solids mixing and bubble behavior in a pseudo-2D, freely bubbling, gas-solid fluidized bed using PIV and DIA. In: *6th International Conference on Multiphase Flow, Leipzig* (2007), Nr. Paper No 300
- [86] LETTIERI, P. ; MAZZEI, L.: Challenges and issues on the CFD modeling of fluidized beds: A review. In: *Journal of Computational Multiphase Flows* 1 (2009), Nr. 2, S. 83–131
- [87] LI, J. ; FREIREICH, B. ; WASSGREN, C. ; LITSTER, J.: A general compartment-based population balance model for particle coating and layered granulation. In: *AIChE Journal* 58 (2012), Nr. 5, S. 1397–1408

- [88] LIM, K. S. ; AGARWAL, P. K.: Bubble velocity in fluidized beds: The effect of non-vertical bubble rise on its measurement using submersible probes and its relationship with bubble size. In: *Powder Technology* 69 (1992), Nr. 3, S. 239–248
- [89] LIM, K. S. ; AGARWAL, P. K.: Circulatory motion of a large and lighter sphere in a bubbling fluidized bed of smaller and heavier particles. In: *Chemical Engineering Science* 49 (1994), Nr. 3, S. 421–424
- [90] LIM, K. S. ; AGARWAL, P. K. ; O'NEILL, B. K.: Measurement and modelling of bubble parameters in a two-dimensional gas-fluidized bed using image analysis. In: *Powder Technology* 60 (1990), Nr. 2, S. 159–171
- [91] LINK, J. M. ; GODLIEB, W. ; DEEN, N. G. ; KUIPERS, J. A. M.: Discrete element study of granulation in a spout-fluidized bed: Fluidized bed applications. In: *Chemical Engineering Science* 62 (2007), Nr. 1–2, S. 195–207
- [92] LINK, J. M. ; GODLIEB, W. ; TRIPP, P. ; DEEN, N. G. ; HEINRICH, S. ; KUIPERS, J. A. M. ; SCHÖNHERR, M. ; PEGLOW, M.: Comparison of fibre optical measurements and discrete element simulations for the study of granulation in a spout fluidized bed. In: *Powder Technology* 189 (2009), Nr. 2, S. 202–217
- [93] LINK, J. M. ; ZEILSTRA, C. ; DEEN, N. G. ; LINK, J. M.: Validation of a discrete particle model in a 2D spout-fluid bed using non-intrusive optical measuring techniques. In: *The Canadian Journal of Chemical Engineering* (2004), Nr. 82, S. 30–36
- [94] LINK, J.M ; CUYPERS, L.A ; DEEN, N.G ; KUIPERS, J. A. M.: Flow regimes in a spout–fluid bed: A combined experimental and simulation study. In: *Chemical Engineering Science* (2005), Nr. 60, S. 3425–3442
- [95] LISCHER, D. J. ; LOUGE, M. Y.: Optical fiber measurements of particle concentration in dense suspensions: Calibration and simulation. In: *Applied Optics* 31 (1992), Nr. 24, S. 5106–5113
- [96] LIU, G. Q. ; LI, S. Q. ; ZHAO, X. L. ; YAO, Q.: Experimental studies of particle flow dynamics in a two-dimensional spouted bed. In: *Chemical Engineering Science* 63 (2008), Nr. 4, S. 1131–1141
- [97] LOUGE, M.: Experimental techniques. In: GRACE, J. R. (Hrsg.) ; AVIDAN, A. A. (Hrsg.) ; GRACE, J. R. (Hrsg.): *Circulating fluidized beds* Bd. 1. Blackie Academic & Professional, 1997. – ISBN 9780751402711, S. 312–368
- [98] MARONGA, S. J. ; WNUKOWSKI, P.: Establishing temperature and humidity profiles in fluidized bed particulate coating. In: *Powder Technology* 94 (1997), Nr. 2, S. 181–185
- [99] MARONGA, S. J. ; WNUKOWSKI, P.: The use of humidity and temperature profiles in optimizing the size of fluidized bed in a coating process. In: *Chem. Eng. Process. (Chemical Engineering and Processing)* 37 (1998), Nr. 5, S. 423–432
- [100] MARTIN, H.: Wärme- und Stoffübertragung in der Wirbelschicht. In: *Chemie Ingenieur Technik* 52 (1980), Nr. 3, S. 199–209
- [101] MINDLIN, R. D.: Compliance of elastic bodies in contact. In: *Journal of Applied Mechanics* 16 (1949), S. 259–268

- [102] MINDLIN, R. D. ; DERESIEWICZ, H.: Elastic spheres in contact under varying oblique forces. Transactions of ASME, Series E. In: *Journal of Applied Mechanics* 20 (1953), S. 327–344
- [103] NIEUWLAND, J. J. ; MEIJER, R. ; KUIPERS, J. A. M. ; SWAAIJ, W. P. M.: Measurements of solids concentration and axial solids velocity in gas-solid two-phase flows. In: *Powder Technology* 87 (1996), Nr. 2, S. 127–139
- [104] NING, Z.: *Elasto-plastic impact of fine particles and fragmentation of small agglomerates*. Birmingham, Aston University, Diss., 1995
- [105] OLAZAR, M.: Measurement of particle velocities in conical spouted beds using an optical fiber probe. In: *Industrial and Engineering Chemistry Research* 37 (1998), Nr. 11, S. 4520–4527
- [106] OMMEN, J. R. ; SASIC, S. ; SCHAAF, J. van d. ; GHEORGHIU, S. ; JOHNSON, F. ; COPPENS, M. O.: Time-series analysis of pressure fluctuations in gas-solid fluidized beds - A review. In: *International Journal of Multiphase Flow* 37 (2011), Nr. 5, S. 403–428
- [107] PATROSE, B. ; CARAM, H. S.: Optical fiber probe transit anemometer for particle velocity measurements in fluidized beds. In: *AIChE Journal* 28 (1982), Nr. 4, S. 604–609
- [108] PRIESE, F. ; WOLF, B.: Development of high drug loaded pellets by Design of Experiment and population balance model calculation. In: *Powder Technology* 241 (2013), Nr. 0, S. 149–157
- [109] PYLE, D. L. ; HARRISON, D.: The rising velocity of bubbles in two-dimensional fluidised beds. In: *Chemical Engineering Science* 22 (1967), Nr. 4, S. 531–535
- [110] RAFFEL, M. ; WILLERT, C. E. ; WERELEY, S. T. ; KOMPENHANS, J.: *Particle image velocimetry: A practical guide*. 2. Berlin : Springer, 2007. – ISBN 9783540723073
- [111] RAMKRISHNA, Doraiswami: *Population balances: Theory and applications to particulate systems in engineering*. San Diego and Calif : Academic Press, 2000. – ISBN 9780080539249
- [112] REN, B. ; ZHONG, W. ; CHEN, Y. ; CHEN, X. ; JIN, B. ; YUAN, Z. ; LU, Y.: CFD-DEM simulation of spouting of corn-shaped particles. In: *Particuology* 10 (2012), Nr. 5, S. 562–572
- [113] RENSNER, D.: *Faseroptische Sensoren für feststoffbeladene Strömungen*, TU Hamburg-Harburg, Diss., 1991
- [114] RENSNER, D. ; WERTHER, J.: Estimation of the effective measuring volume of single-fibre reflection probes for solid volume concentration measurements. In: *Particle and Particle Systems Characterization* 10 (1993), Nr. 2, S. 48–55
- [115] RICHARDSON, J. F. ; ZAKI, W. N.: Sedimentation and fluidization: Part 1. In: *Transactions of the Institution of Chemical Engineers* 32 (1954), S. 35–53
- [116] RIX, S. J. L. ; GLASS, D. H. ; GREATED, C. A.: Preliminary studies of elutriation from gas-fluidised beds using particle image velocimetry. In: *Chemical Engineering Science* 51 (1996), Nr. 13, S. 3479–3489
- [117] ROWE, P. N.: Estimation of solids circulation rate in a bubbling fluidised bed. In: *Chemical Engineering Science* 28 (1973), Nr. 3, S. 979–980

- [118] ROWE, P. N.: A convenient empirical equation for estimation of the Richardson-Zaki exponent. In: *Chemical Engineering Science* 42 (1987), Nr. 11, S. 2795–2796
- [119] SAN JOSÉ, M. J. ; ALVAREZ, S. ; MORALES, A. ; OLAZAR, M. ; BILBAO, J.: Solid cross-flow into the spout and particle trajectories in conical spouted beds consisting of solids of different density and shape. In: *Chemical Engineering Research and Design* 84 (2006), Nr. 6, S. 487–494
- [120] SAN JOSÉ, M. J. ; OLAZAR, M. ; ALVAREZ, S. ; IZQUIERDO, M. A. ; BILBAO, J.: Solid cross-flow into the spout and particle trajectories in conical spouted beds. In: *Chemical Engineering Science* 53 (1998), Nr. 20, S. 3561–3570
- [121] SÁNCHEZ-DELGADO, S. ; MARUGÁN-CRUZ, C. ; ACOSTA-IBORRA, A. ; SANTANA, D.: Dense-phase velocity fluctuation in a 2-D fluidized bed. In: *Powder Technology* 200 (2010), Nr. 1-2, S. 37–45
- [122] SANTANA, D. ; NAURI, S. ; ACOSTA, A. ; GARCÍA, N. ; MACÍAS-MACHÍN, A.: Initial particle velocity spatial distribution from 2-D erupting bubbles in fluidized beds. In: *Powder Technology* 150 (2005), Nr. 1, S. 1–8
- [123] SCHAAF, J. van d. ; SCHOUTEN, J. C. ; JOHNSON, F. ; BLEEK, C. M. d.: Non-intrusive determination of bubble and slug length scales in fluidized beds by decomposition of the power spectral density of pressure time series. In: *International Journal of Multiphase Flow* 28 (2002), Nr. 5, S. 865–880
- [124] SCHAAFSMA, S. H.: A model for the spray zone in early-stage fluidized bed granulation. In: *Particle Technology and Fluidization* 52 (2006), S. 2736–2741
- [125] SCHAAFSMA, S. H. ; MARX, T. ; HOFFMANN, A. C.: Investigation of the particle flow pattern and segregation in tapered fluidized bed granulators. In: *Chemical Engineering Science* 61 (2006), Nr. 14, S. 4467–4475
- [126] SCHLICHTING, H. ; GERSTEN, K. ; KRAUSE, E.: *Grenzschicht-Theorie*. 10. Berlin : Springer, 2006. – ISBN 3540329854
- [127] SCHLÜTER, M.: Lokale Messverfahren für Mehrphasenströmungen. In: *Chemie Ingenieur Technik* 83 (2011), Nr. 7, S. 992–1004
- [128] SCHREIBER, M. ; ASEGEHEGN, T. W. ; KRAUTZ, H. J.: Numerical and experimental investigation of bubbling gas–solid fluidized beds with dense immersed tube bundles. In: *Industrial and Engineering Chemistry Research* 50 (2011), Nr. 12, S. 7653–7666
- [129] SHERONY, D. F.: A model of surface renewal with application to fluid bed coating of particles. In: *Chemical Engineering Science* (1981), Nr. 36, S. 845–848
- [130] SUZZI, D. ; TOSCHKOFF, G. ; RADL, S. ; MACHOLD, D. ; FRASER, S. D. ; GLASSER, B. J. ; KHINAST, J. G.: DEM simulation of continuous tablet coating: Effects of tablet shape and fill level on inter-tablet coating variability. In: *Chemical Engineering Science* (2012), Nr. 69, S. 107–121
- [131] TAGHIPOUR, F. ; ELLIS, N. ; WONG, C.: Experimental and computational study of gas–solid fluidized bed hydrodynamics. In: *Chemical Engineering Science* (2005), Nr. 60, S. 6857–6867

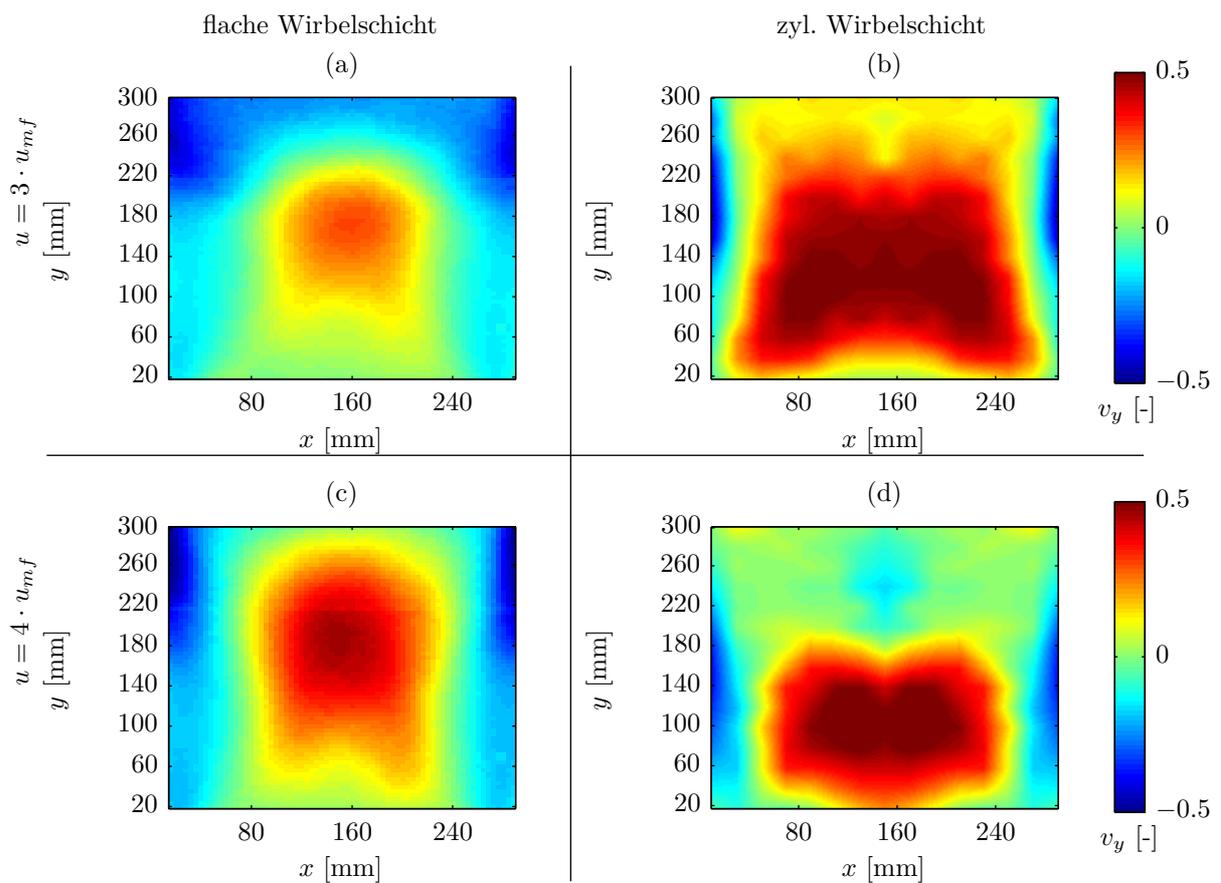
- [132] TAYEBI, D. ; SVENDSEN, H. F. ; GRISLINGÅS, A. ; MEJDELL, T. ; JOHANNESSEN, K.: Dynamics of fluidized-bed reactors. Development and application of a new multi-fiber optical probe. In: *Chemical Engineering Science* 54 (1999), Nr. 13-14, S. 2113–2122
- [133] TEUNOU, E. ; PONCELET, D.: Batch and continuous fluid bed coating – review and state of the art. In: *Journal of Food Engineering* 53 (2002), Nr. 4, S. 325–340
- [134] TRUCKENBRODT, E.: *Fluidmechanik*. Bd. 1. 4., erg. Aufl. 1996, Nachdr. 2008. Berlin : Springer-Verlag, 2008. – ISBN 3540790187
- [135] TRUCKENBRODT, Erich: *Fluidmechanik*. Bd. 2. 4., ergänzte Aufl. 1999 ; Nachdruck 2008. Berlin : Springer-Verlag, 2008. – ISBN 3540790241
- [136] TSUJI, Y. ; KAWAGUCHI, T. ; TANAKA, T.: Discrete particle simulation of two-dimensional fluidized bed. In: *Powder Technology* 77 (1993), Nr. 1, S. 79–87
- [137] TU, J. ; YEOH, G.H ; LIU, C.: Practical guidelines for CFD simulation and analysis. In: JIYUAN T., Guan H. Y. (Hrsg.): *Computational Fluid Dynamics*. Butterworth-Heinemann, 2008. – ISBN 978-0-7506-8563-4, S. 224–276
- [138] TURCHIULI, C. ; JIMENÈZ, T. ; DUMOULIN, E.: Identification of thermal zones and population balance modelling of fluidized bed spray granulation. In: *Powder Technology* 208 (2011), Nr. 2, S. 542–552
- [139] UHLEMANN, H. ; MÖRL, L.: *Wirbelschicht-Sprühgranulation*. Berlin : Springer, 2000 (VDI-Buch). – ISBN 354066985X
- [140] VANDERROOST, M. ; RONSSE, F. ; DEWETTINCK, K. ; PIETERS, J.G: Modelling the bed characteristics in fluidised-beds for top-spray coating processes. In: *Particuology* 10 (2012), S. 649–662
- [141] WANG, J.: Why the two-fluid model fails to predict the bed expansion characteristics of Geldart A particles in gas-fluidized beds: A tentative answer. In: *Chemical Engineering Science* (2009), Nr. 64, S. 622–625
- [142] WANG, Z. ; BI, H. T. ; LIM, C. J.: Measurements of local Flow Structures of conical spouted beds by optical fibre probes. In: *Canadian Journal of Chemical Engineering* 87 (2009), Nr. 2, S. 264–273
- [143] WEIGLER, F. ; PEGLOW, M. ; TSOTSAS, E.: Discrete investigation of thermal relaxation in packed beds. In: *14th International Heat Transfer 2010* Bd. 4, S. 241–246
- [144] WEN, C. Y. ; YU, Y. H.: A generalized method for predicting the minimum fluidization velocity. In: *AIChE Journal* 12 (1966), Nr. 3, S. 610–612
- [145] WEN, C.Y ; YU, Y.H: Mechanics of fluidization. In: *Chem. Engng. Prog. Symp. Ser.* 62 (1966), S. 100–111
- [146] WERTHER, J.: Measurement techniques in fluidized beds. In: *Powder Technology* 102 (1999)
- [147] WESTERWEEL, J.: Fundamentals of digital particle image velocimetry. In: *Measurement Science Technology* (1997), Nr. 8, S. 1379–1392
- [148] WILLERT, C. E. ; GHARIB, M.: Digital particle image velocimetry. In: *Experiments in Fluids* 10 (1991), Nr. 4, S. 181–193

- [149] WINKLER, F.: *Verfahren zum Herstellen von Wassergas*. 1926
- [150] WNUKOWSKI, P.: The coating of particles in a fluidized bed (residence time distribution in a system of two coupled perfect mixers). In: *Chemical Engineering Science* (1989), Nr. 44, S. 493–505
- [151] WU, C. L. ; BERROUK, A. S.: Comments on: Solid cross-flow into the spout and particle trajectories in conical spouted beds, by San José María, J., et al., *Chemical Engineering Science* 53 (1998) 3561-3570. In: *Chemical Engineering Science* 64 (2009), Nr. 21, S. 4457–4459
- [152] WURSTER, D. E.: Air-suspension technique of coating drug particles: A preliminary report. In: *Journal of the American Pharmaceutical Association* 48 (1959), Nr. 8, S. 451–454
- [153] XU, J. ; ZHU, J.-X: Experimental study on solids concentration distribution in a two-dimensional circulating fluidized bed. In: *Chemical Engineering Science* 65 (2010), Nr. 20, S. 5447–5454
- [154] ZANK, J. ; KIND, M. ; SCHLÜNDER, E.-U: Particle growth and droplet deposition in fluidised bed granulation. In: *Third European Conference on Fluidisation* 120 (2001), Nr. 1–2, S. 76–81
- [155] ZHANG, H. ; JOHNSTON, P. M. ; ZHU, J.-X ; LASA, H. I. d. ; BERGOUGNOU, M. A.: A novel calibration procedure for a fiber optic solids concentration probe. In: *Powder Technology* 100 (1998), Nr. 2-3, S. 260–272
- [156] ZHANG, W. ; TUNG, Y. ; JOHNSON, F.: Radial voidage profiles in fast fluidized beds of different diameters. In: *Chemical Engineering Science* 46 (1991), Nr. 12, S. 3045–3052
- [157] ZHANG, Y. ; JIN, B. ; ZHONG, W. ; REN, B. ; XIAO, R.: DEM simulation of particle mixing in flat-bottom spout-fluid bed. In: *Chemical Engineering Research and Design* 88 (2010), Nr. 5–6, S. 757–771
- [158] ZHAO, X. L. ; LI, S. Q. ; LIU, G. Q. ; YAO, Q. ; MARSHALL, J. S.: DEM simulation of the particle dynamics in two-dimensional spouted beds. In: *Powder Technology* 184 (2008), Nr. 2, S. 205–213
- [159] ZHAO, X. L. ; LI, S. Q. ; LIU, G. Q. ; SONG, Q. ; YAO, Q.: Flow patterns of solids in a two-dimensional spouted bed with draft plates: PIV measurement and DEM simulations. In: *Powder Technology* (2008), Nr. 183, S. 79–87
- [160] ZHU, H. P. ; ZHOU, Z. Y. ; YANG, R. Y. ; YU, A. B.: Discrete particle simulation of particulate systems: Theoretical developments. In: *Chemical Engineering Science* 62 (2007), Nr. 13, S. 3378–3396
- [161] ZHU, H. P. ; ZHOU, Z. Y. ; YANG, R. Y. ; YU, A. B.: Discrete particle simulation of particulate systems: A review of major applications and findings. In: *Chemical Engineering Science* 63 (2008), Nr. 23, S. 5728–5770
- [162] ZHU, J. X. ; LI, G. Z. ; QIN, S. Z. ; LI, F. Y. ; ZHANG, H. ; YANG, Y. L.: Direct measurements of particle velocities in gas–solids suspension flow using a novel five-fiber optical probe. In: *Powder Technology* 115 (2001), Nr. 2, S. 184–192

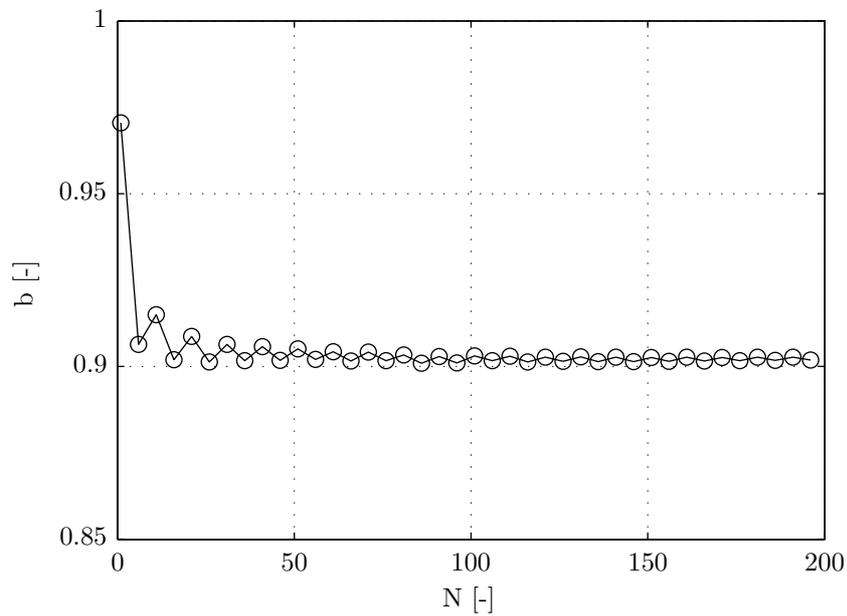


# Appendix

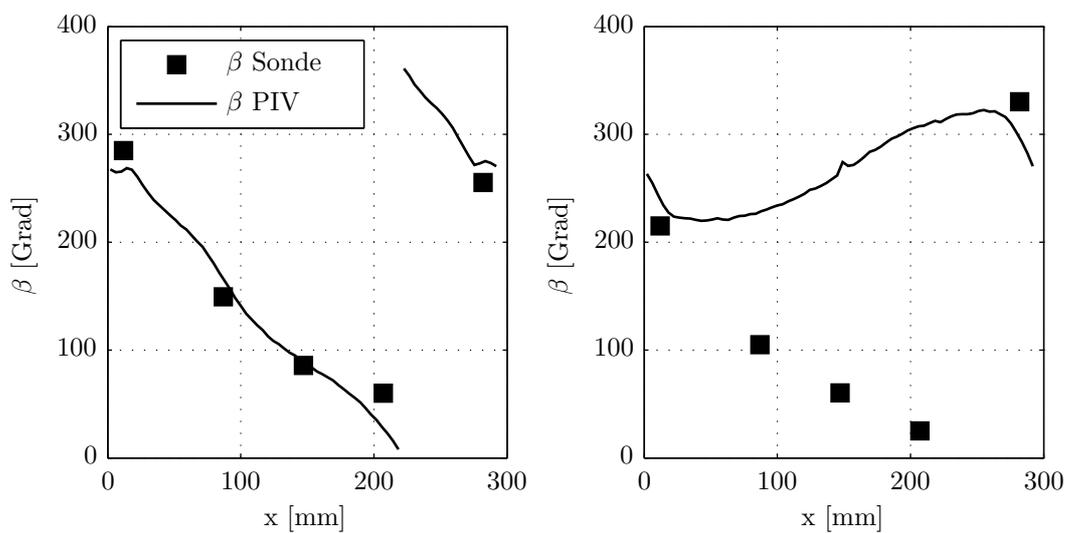
## A Diagramme zu den experimentellen Methoden



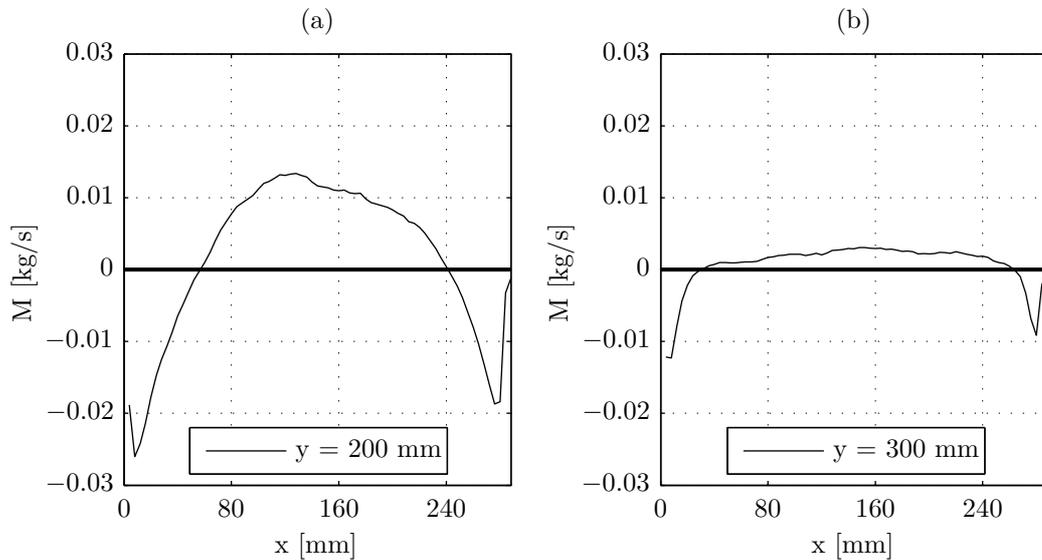
**Abbildung A.1:** Gegenüberstellung der vertikalen Partikelgeschwindigkeitskomponente aus der flachen (links) und der zylindrischen Wirbelschicht (rechts) bei den Fluidisationsgeschwindigkeiten  $u = 3 \cdot u_{mf}$  (oben) und  $u = 4 \cdot u_{mf}$  (unten)



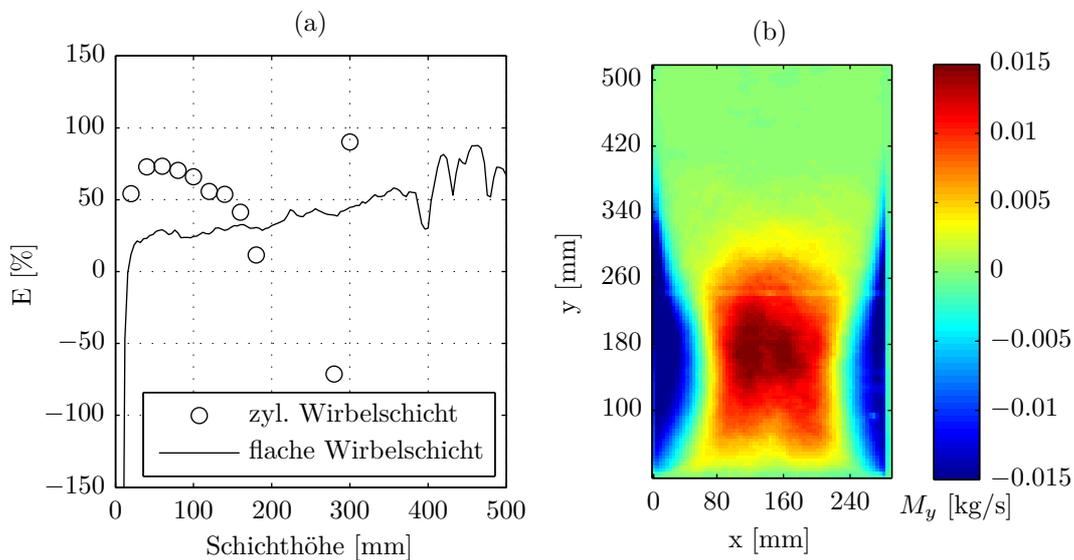
**Abbildung A.2:** Einfluss der verwendeten Bildanzahl auf die Genauigkeit des Parameters  $b$  in der Nullstellensuche des Bettmassenfehlers



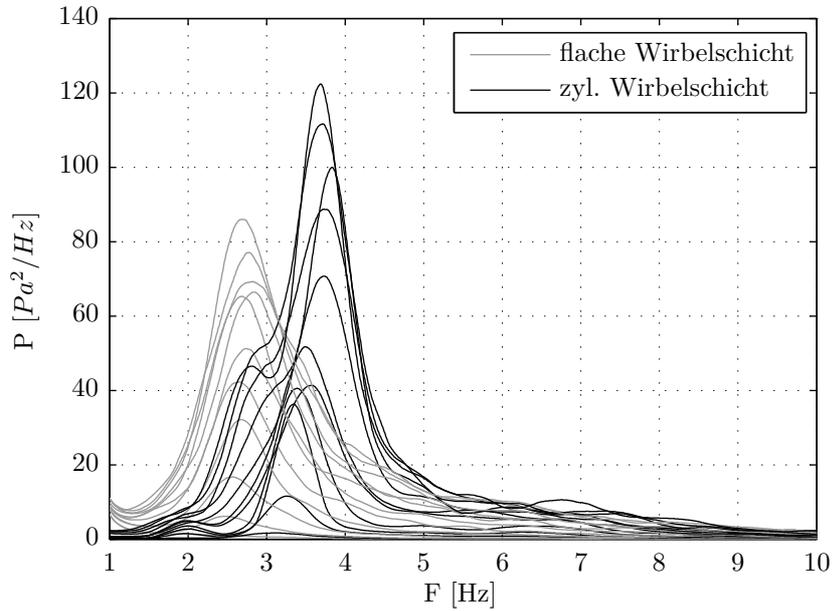
**Abbildung A.3:** Vergleich der Partikelströmungswinkel  $\beta$  aus der Winkelrekonstruktion der Sondenmessung und aus PIV-Messungen durchgeführt in einer flachen Wirbelschicht in den Schichthöhen (a)  $y=200$  mm und (b)  $y=300$  mm, Abbildung 2.15 zeigt die Definition des Strömungswinkels  $\beta$



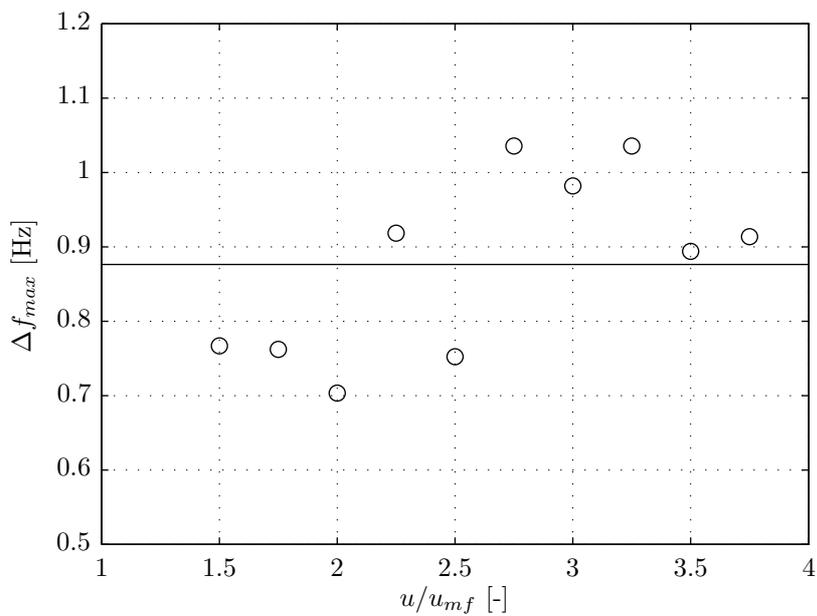
**Abbildung A.4:** Partikelmassenstrom für die Schichthöhen (a)  $y=200$  mm und (b)  $y=300$  mm in der flachen Wirbelschicht für die Fluidisationsgeschwindigkeit  $u = 3u_{mf}$  bestimmt über die Bildauswertungsmethoden PIV und DIA



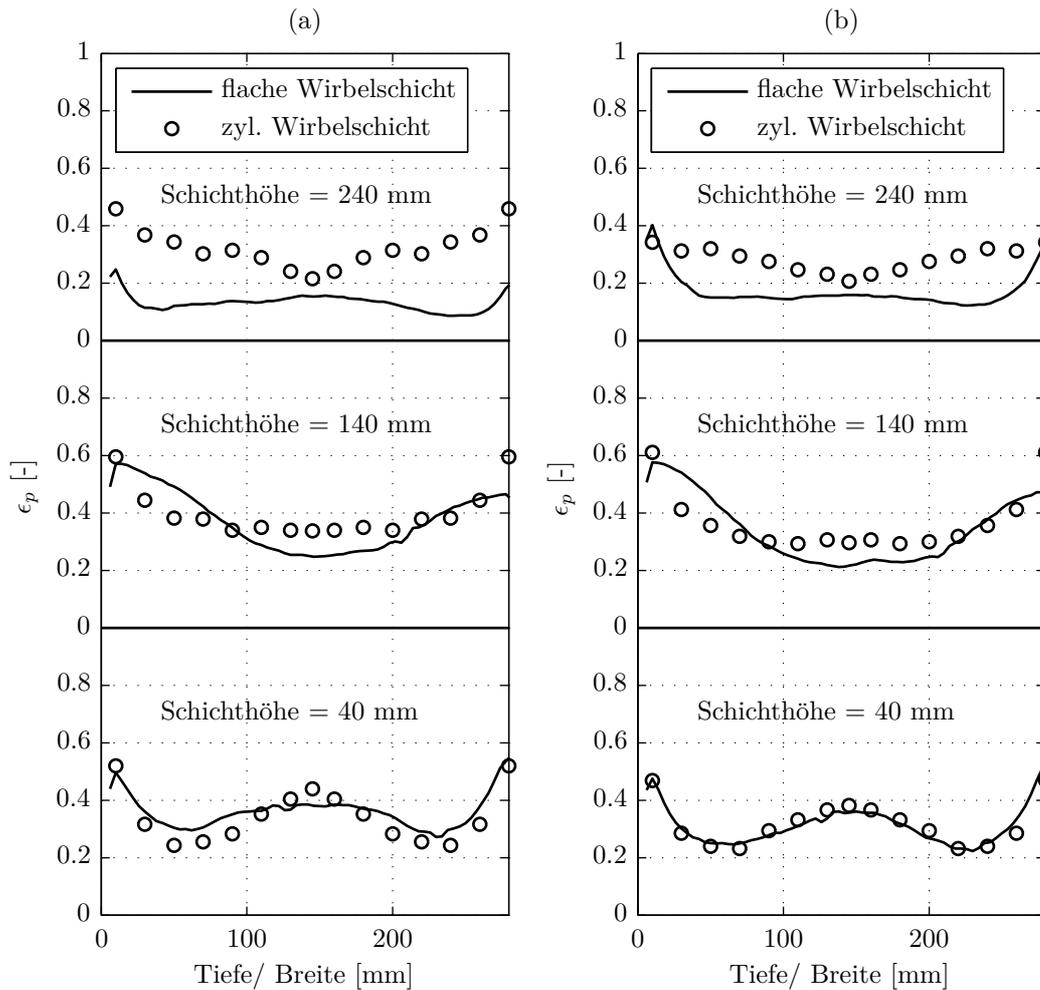
**Abbildung A.5:** (a) Vergleich des Massenbilanzfehler in Abhängigkeit der Schichthöhe für den Strömungszustand bei  $u = 4 \cdot u_{mf}$  gemessen mit der faseroptischen Sonde in der zylindrischen Wirbelschicht und unter Auswertung von PIV und DIA in der flachen Wirbelschicht und (b) Konturplot des vertikalen Partikelmassenstroms in der flachen Wirbelschicht



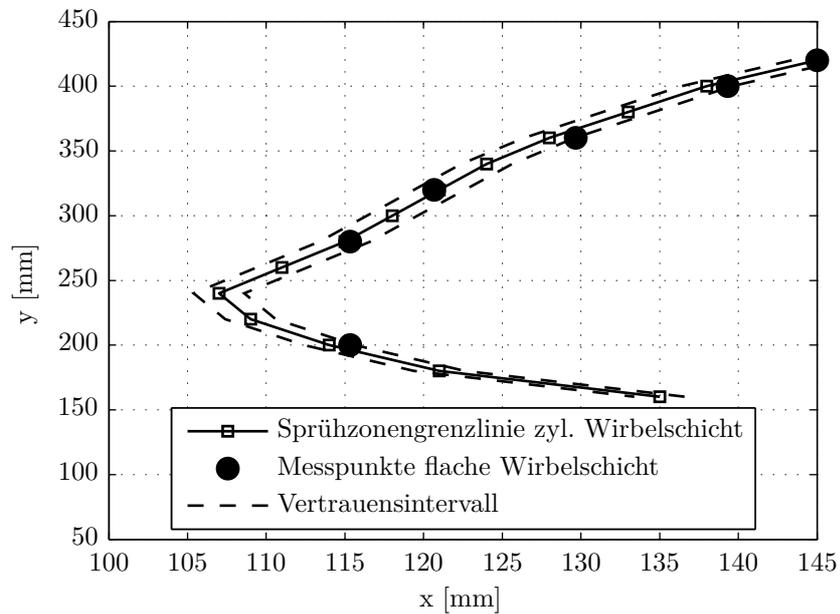
**Abbildung A.6:** Leistungsdichtespektren für zunehmende Fluidisationsgeschwindigkeiten  $u = \{1, 25; 1, 5; 1, 75; \dots; 3, 75\} \cdot u_{mf}$  (für Kurvenverläufe von unten nach oben ansteigend) für die flache und die zylindrische Wirbelschicht; Dargestellt in linearer Achsenskalierung



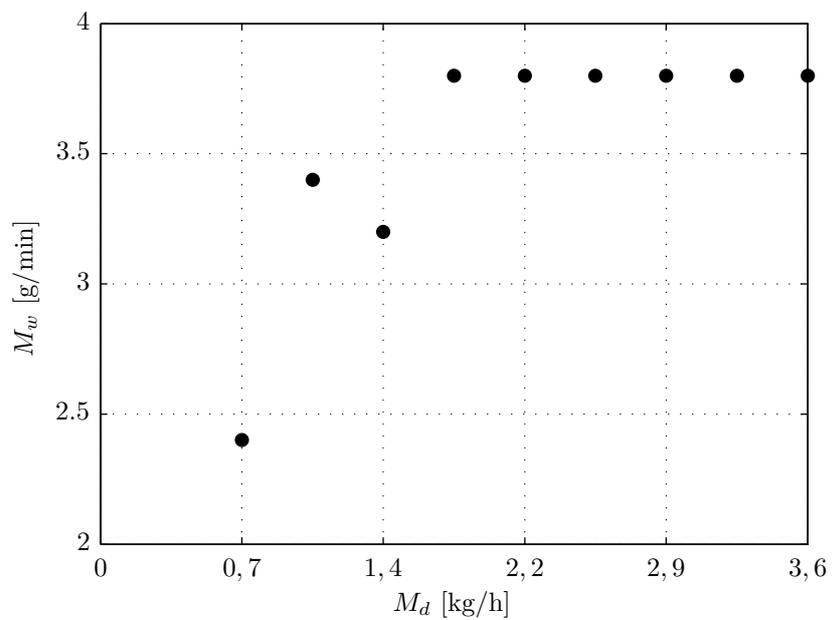
**Abbildung A.7:** Differenz der Hauptmaximalfrequenzen aus den Leistungsdichtespektren zwischen der zylindrischen und der flachen Wirbelschichtanlage



**Abbildung A.8:** Vergleich der Partikelvolumenfraktionen dargestellt für unterschiedliche Schichthöhen für die Fluidisationszustände (a)  $u = 3 \cdot u_{mf}$  und (b)  $u = 4 \cdot u_{mf}$

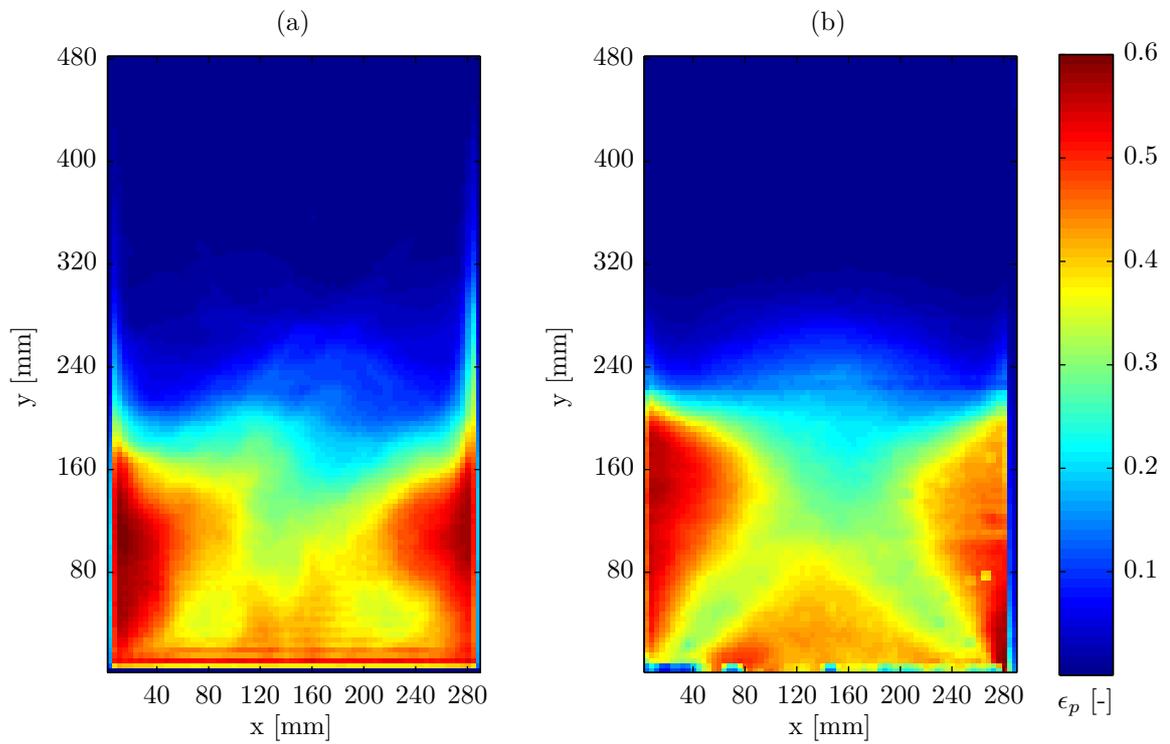


**Abbildung A.9:** Vergleich der Sprühzonen gemessen in der flachen und zylindrischen Wirbelschicht für Düsenhöhe  $h_d = 420$  mm, Partikelfluidisation  $u = 2 \cdot u_{mf}$  und  $M_d = 3,6$  kg/h

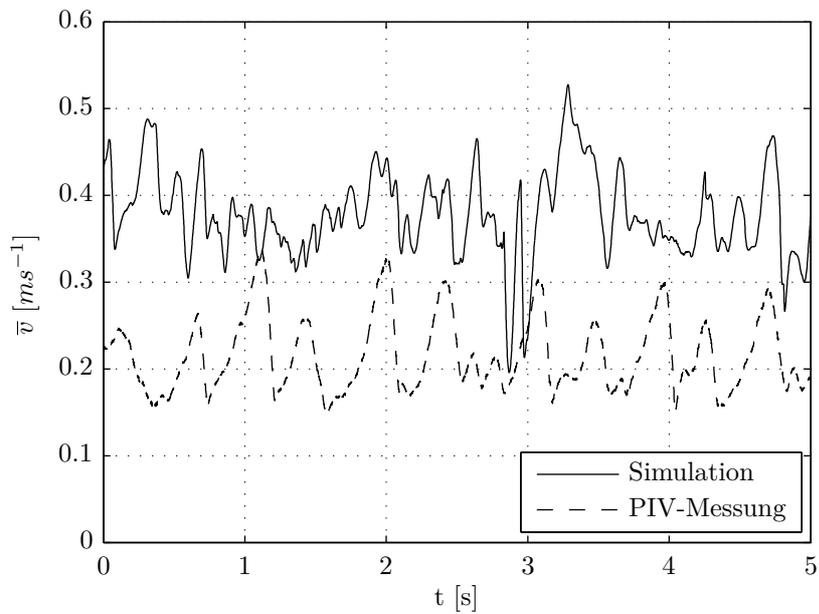


**Abbildung A.10:** Messung des Flüssigkeitsmassenstroms in Abhängigkeit des Düsenluftmassenstroms

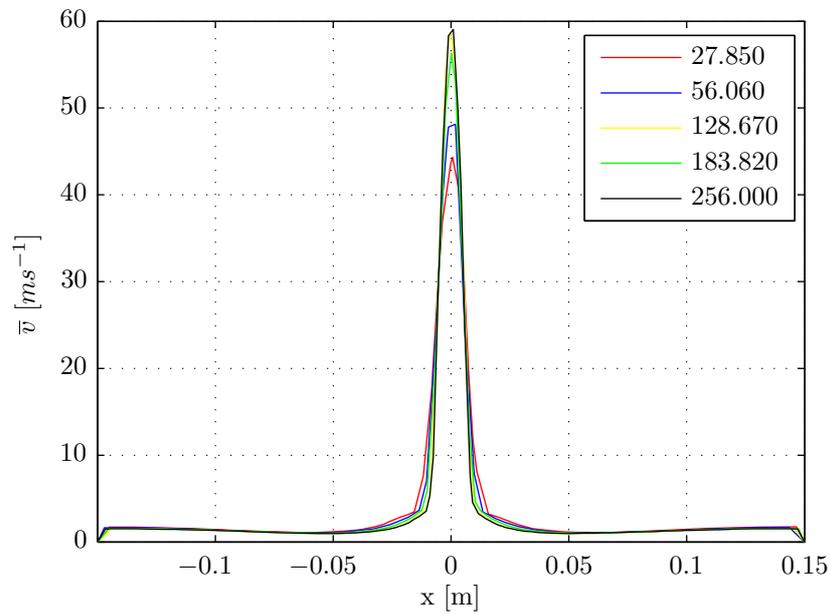
## B Diagramme zu den DEM-CFD Simulationen



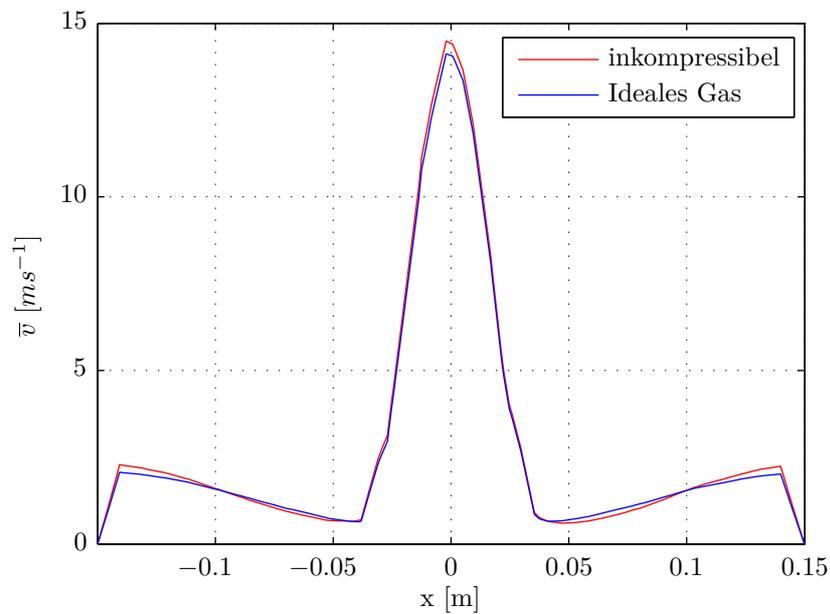
**Abbildung B.1:** Vergleich der Partikelvolumenfraktionen zwischen der (a) DEM-CFD Simulation und (b) der DIA-Messung bei  $u = 2 \cdot u_{mf}$



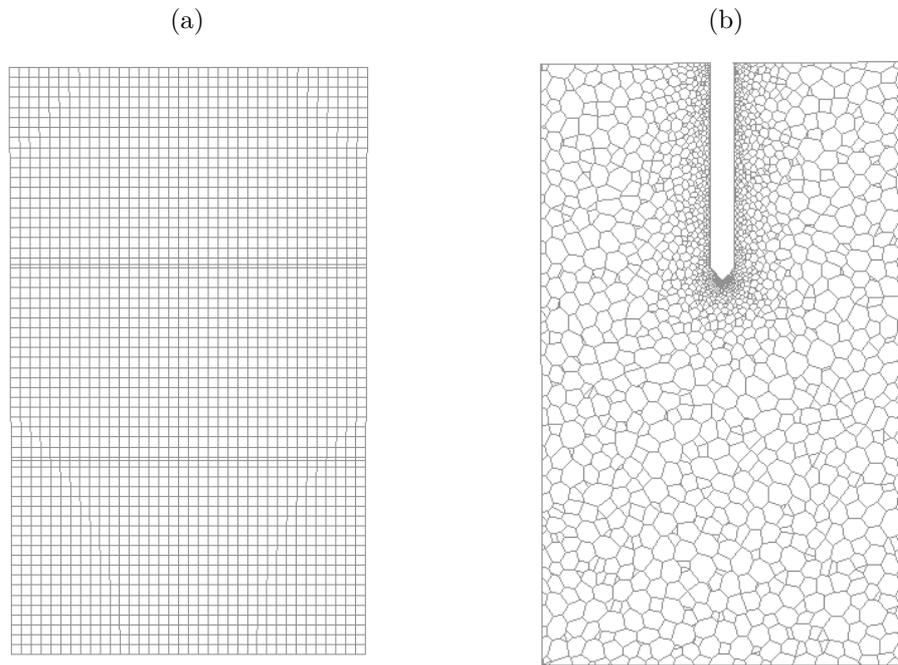
**Abbildung B.2:** Vergleich der Partikelgeschwindigkeiten gemittelt für die gesamte Schicht zwischen PIV-Messung und DEM-CFD Simulation



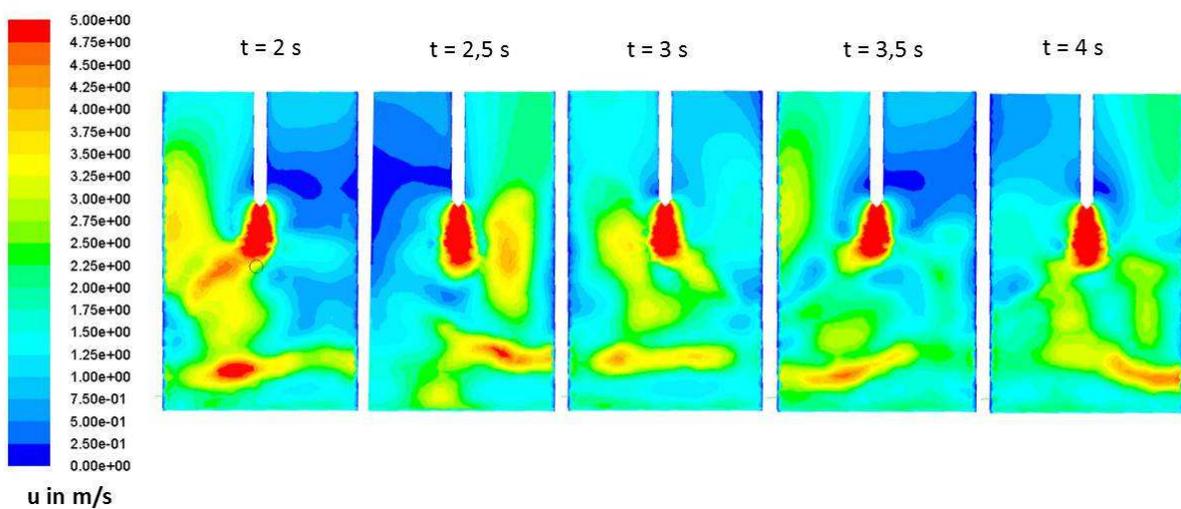
**Abbildung B.3:** Überprüfung der Netzunabhängigkeit für unterschiedlicher polyhedrale Netze, dargestellt als Profil des Fluidgeschwindigkeitsbetrages in der Schichthöhe  $y = 300$  mm



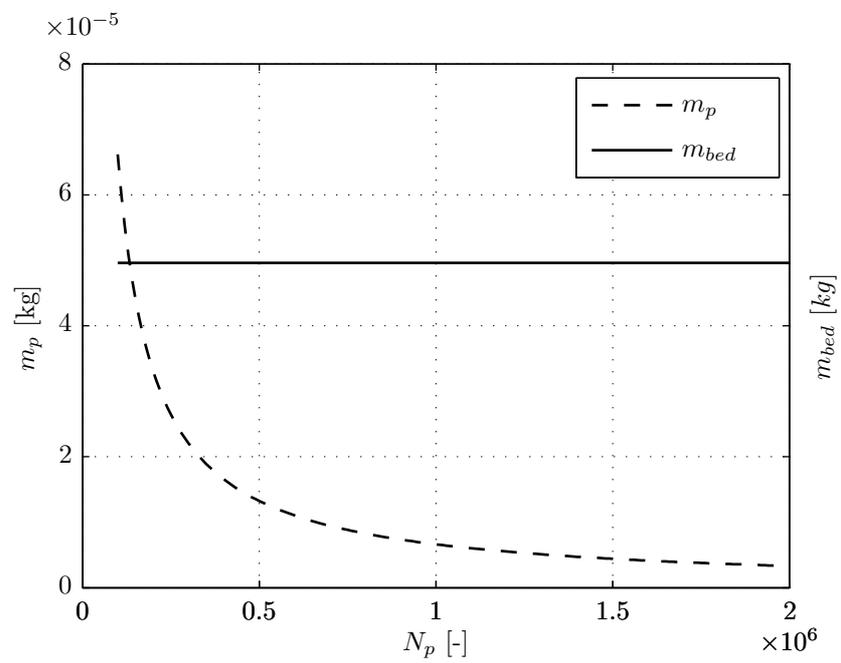
**Abbildung B.4:** Überprüfung des Modellansatzes der inkompressiblen Strömung im Vergleich zur Berechnung mit dem Ansatz Ideales Gas, dargestellt als Profil des Fluidgeschwindigkeitsbetrages in der Schichthöhe  $y = 200$  mm



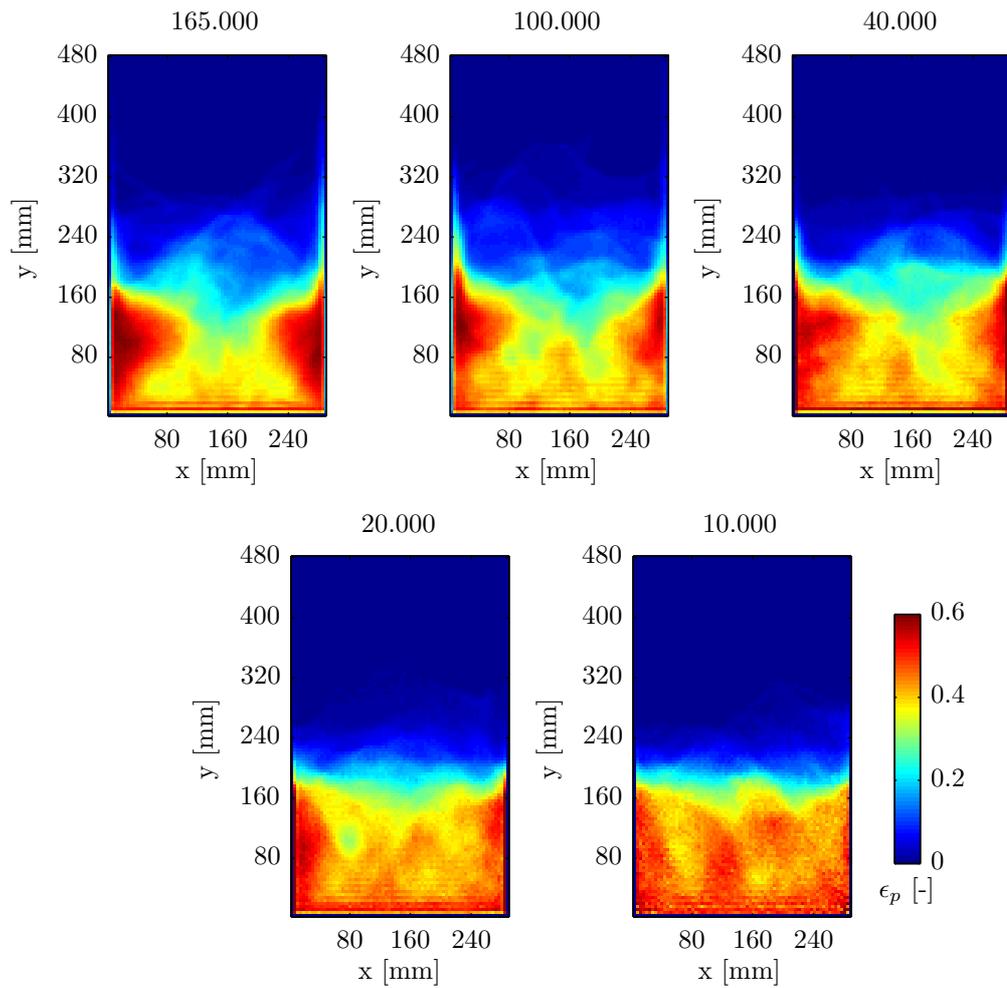
**Abbildung B.5:** (a) Strukturiertes, hexagonales Gitter der flachen Wirbelschicht und (b) Schnitt durch das polyhedrale Netz der zylindrischen Wirbelschicht mit Top-Spray Düse



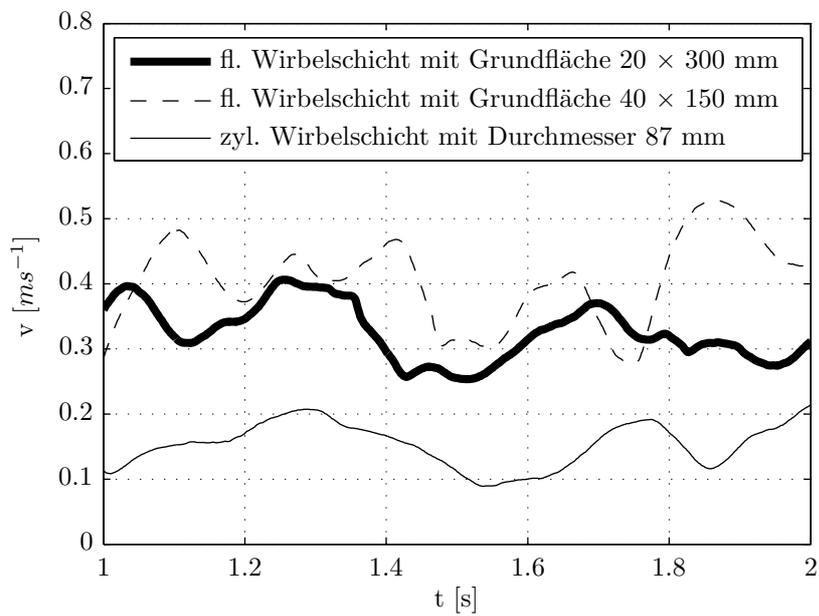
**Abbildung B.6:** CFD-Konturdarstellung der Gaskgeschwindigkeit aus DEM-CFD Simulation für verschiedene Zeitschritte



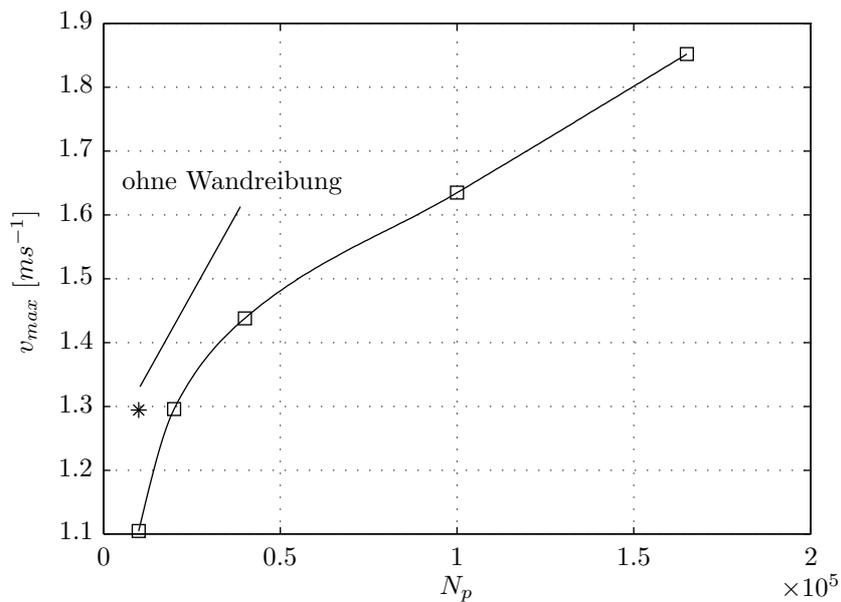
**Abbildung B.7:** Änderung der Partikelmasse in der Partikelskalierung der DEM-CFD Simulationen



**Abbildung B.8:** Örtlich verteilte Partikelvolumenfraktion in der flachen, rechteckige Wirbelschicht für skalierte DEM-CFD Simulationen



**Abbildung B.9:** Partikelgeschwindigkeit für unterschiedliche Anlagengrundformen mit identischer Anströmfläche bei einer skalierten Partikelanzahl von  $N_p = 40.000$



**Abbildung B.10:** Maximale Partikelgeschwindigkeit in der Wirbelschicht für eine skalierte Gesamtpartikelanzahl

### C Diagramme zur Kompartimentierung der Top-Spray Wirbelschicht

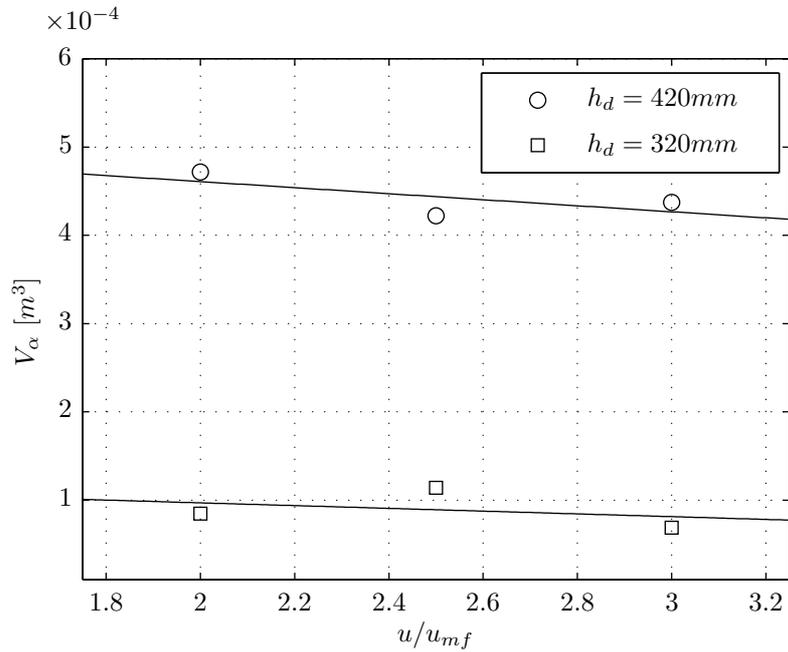


Abbildung C.1: Sprühzonenvolumen in Abhängigkeit der Fluidisationsgeschwindigkeit bei  $M_d = 2,7 \text{ kg/h}$

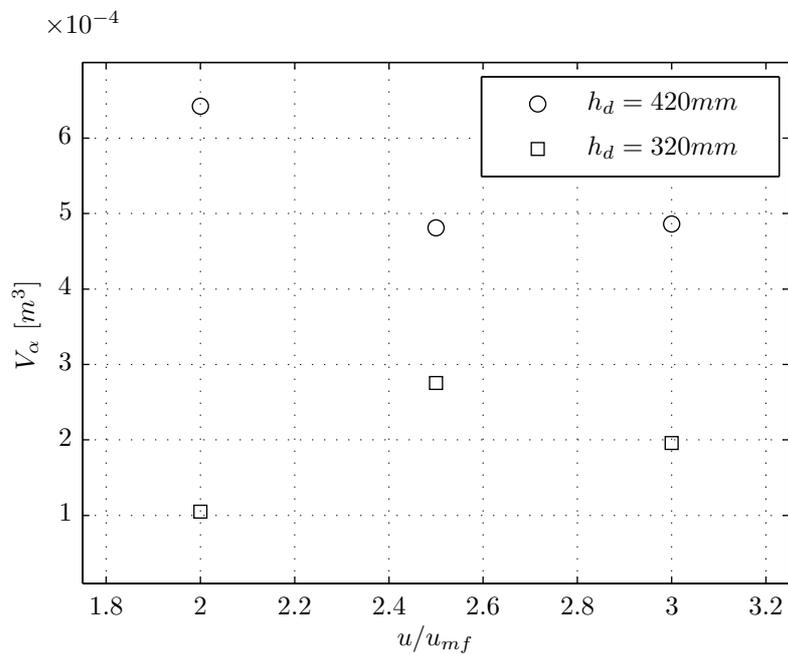
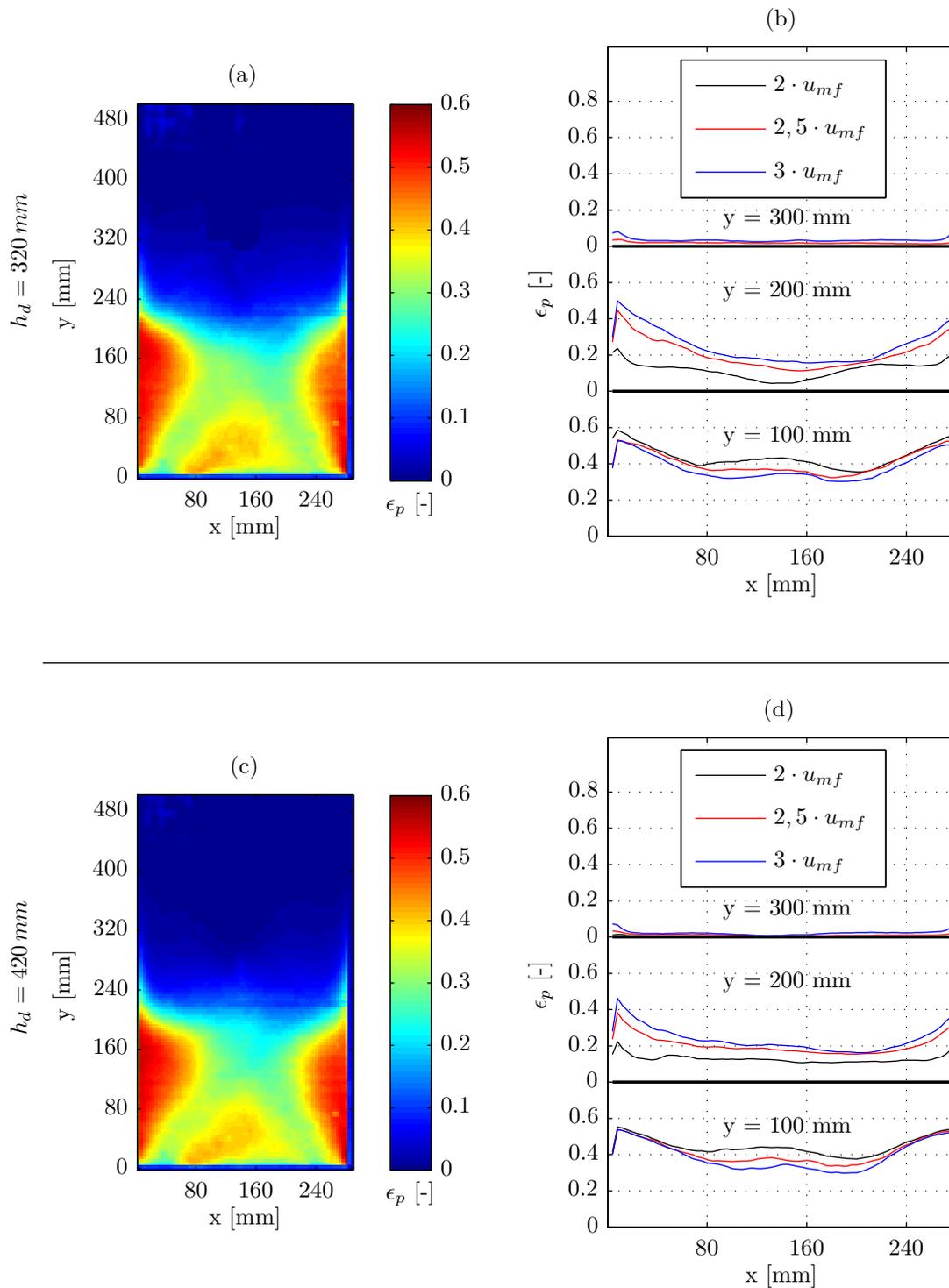
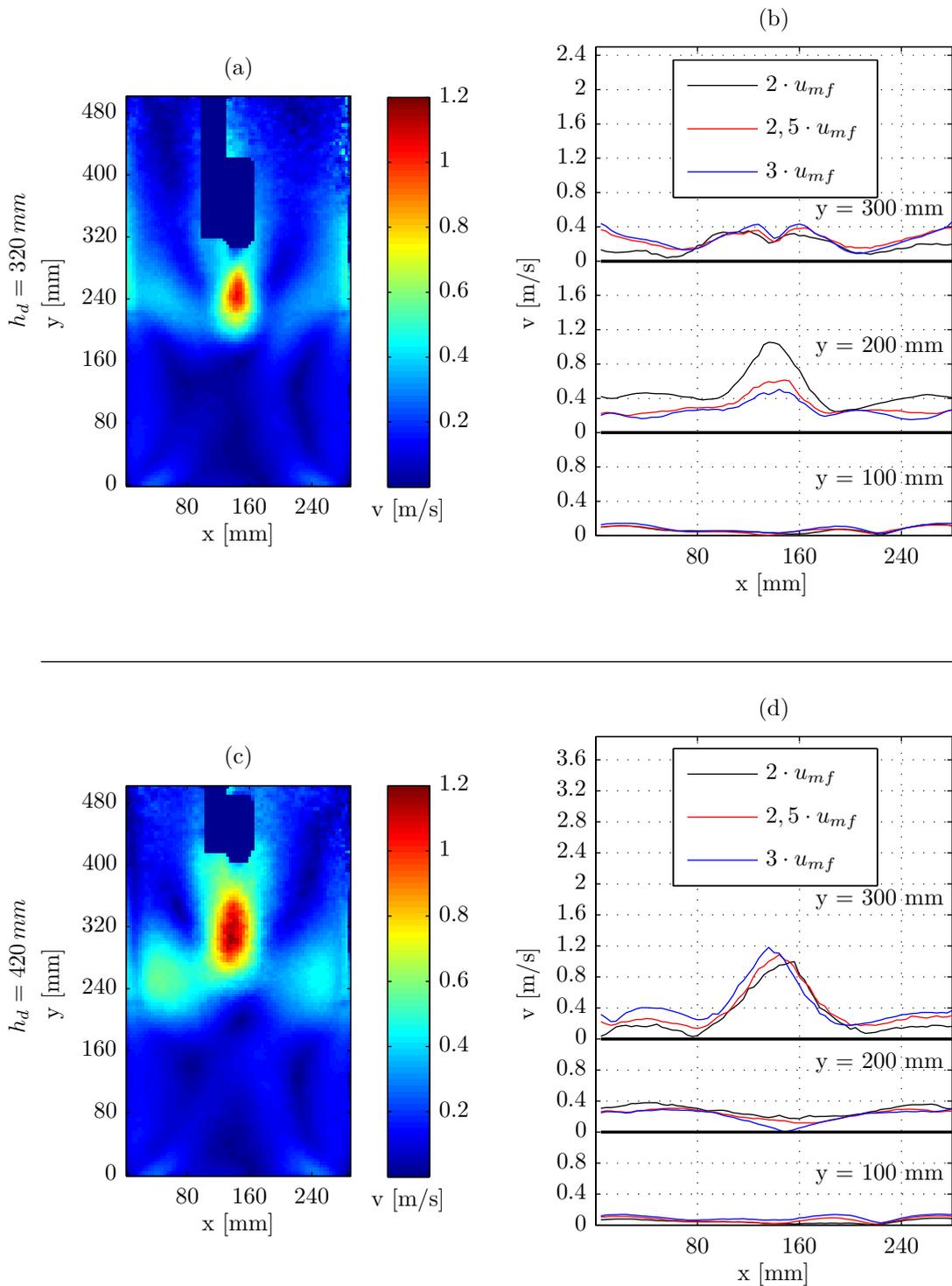


Abbildung C.2: Sprühzonenvolumen in Abhängigkeit der Fluidisationsgeschwindigkeit bei  $M_d = 1,8 \text{ kg/h}$



**Abbildung C.3:** Gemessene, zeitlich gemittelte Partikelvolumenfraktion in der flachen Wirbelschicht (oben) für die Düsenhöhe  $h_d = 320 \text{ mm}$ , (unten)  $h_d = 420 \text{ mm}$  mit den Fluidisationsgeschwindigkeiten in (a) und (c) von  $u = 3 \cdot u_{mf}$  und in allen mit einem Düsenluftmassenstrom von  $M_d = 1,8 \text{ kg/h}$



**Abbildung C.4:** Gemessener, zeitlich gemittelter Partikelgeschwindigkeitsbetrag in der flachen Wirbelschicht (oben) für die Düsenhöhe  $h_d = 320$  mm, (unten)  $h_d = 420$  mm mit den Fluidisationsgeschwindigkeiten in (a) und (c) von  $u = 3 \cdot u_{mf}$  und in allen mit einem Düsenluftmassenstrom von  $M_d = 1,8$  kg/h

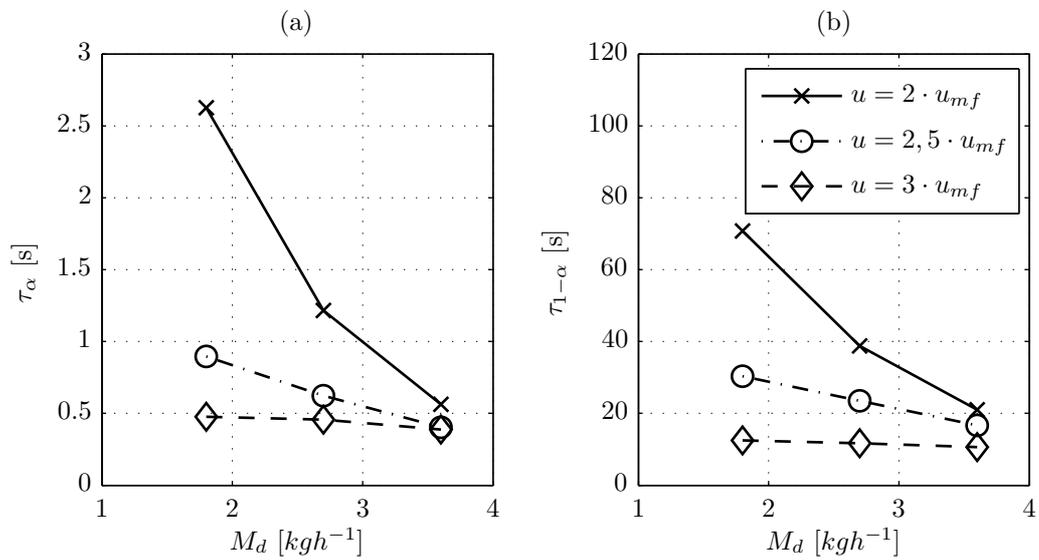


Abbildung C.5: Partikelverweilzeit in der (a) Sprühzone und (b) Trocknungszone für die Düsenhöhe  $h_d = 420$  mm in der flachen Wirbelschicht

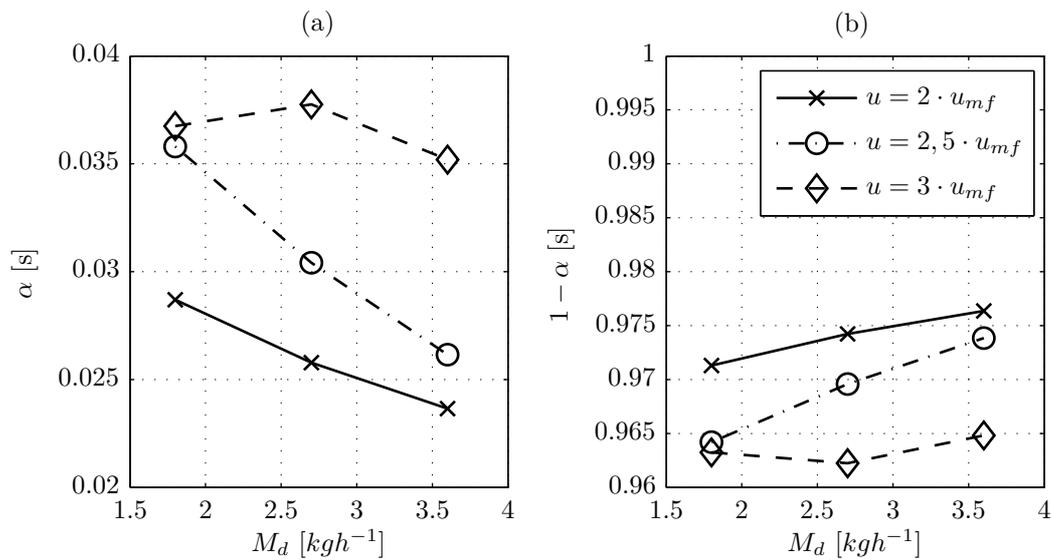


Abbildung C.6: Massenanteil  $\alpha$  in der (a) Sprühzone und (b) Trocknungszone für die Düsenhöhe  $h_d = 420$  mm in der flachen Wirbelschicht

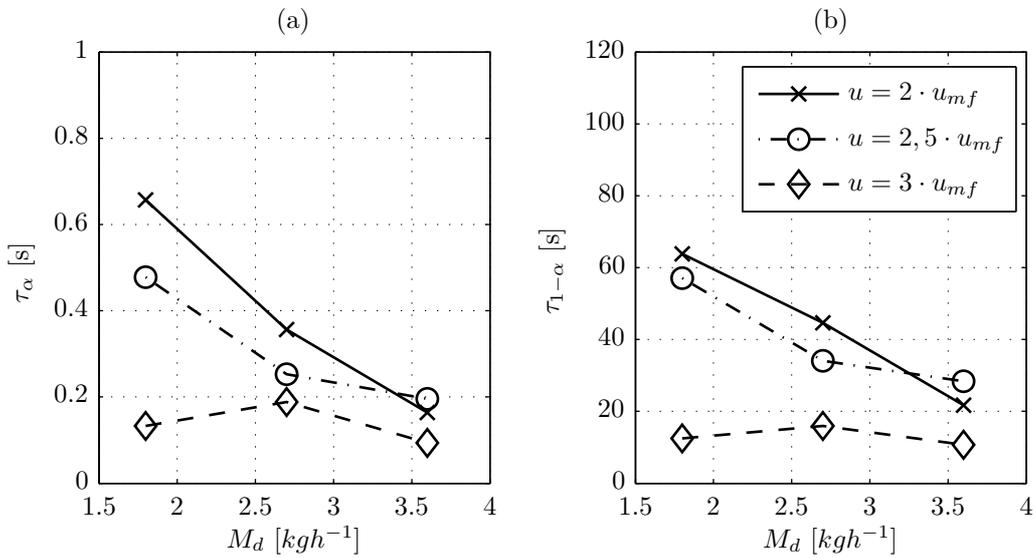


Abbildung C.7: Partikelverweilzeit in der (a) Sprühzone und (b) Trocknungszone für die Düsenhöhe  $h_d = 420$  mm in der zylindrischen Wirbelschicht

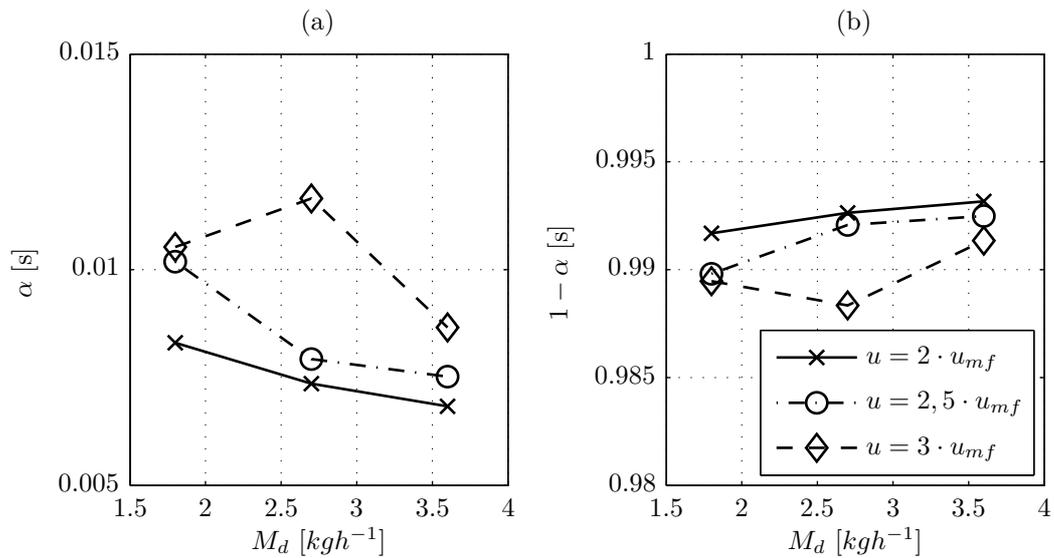
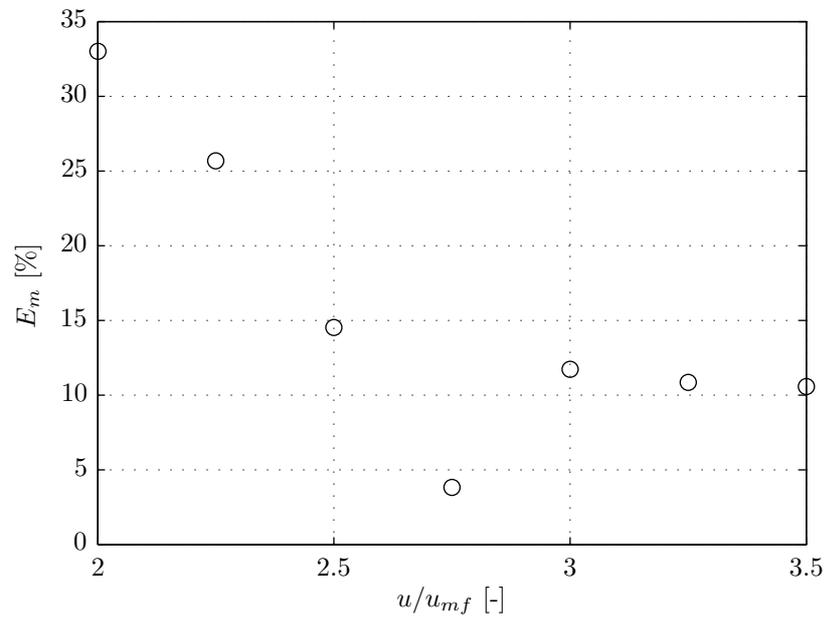
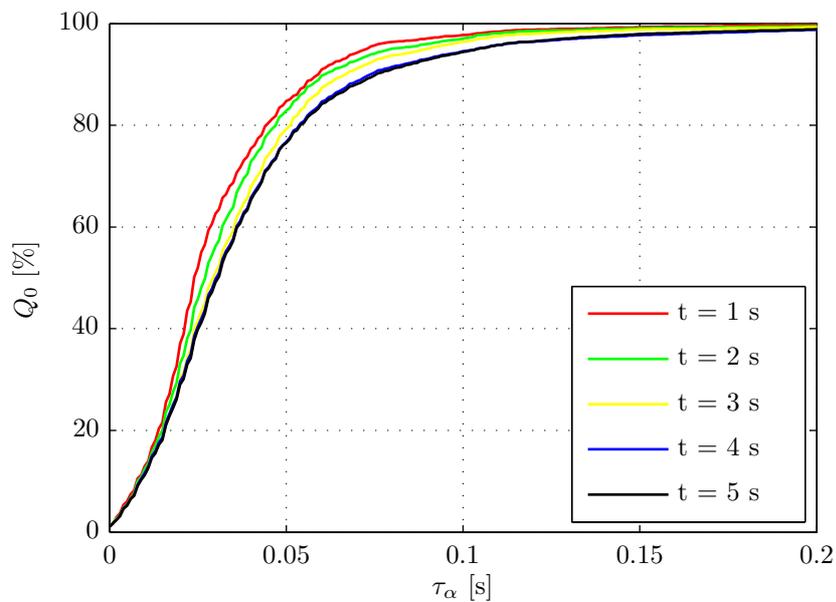


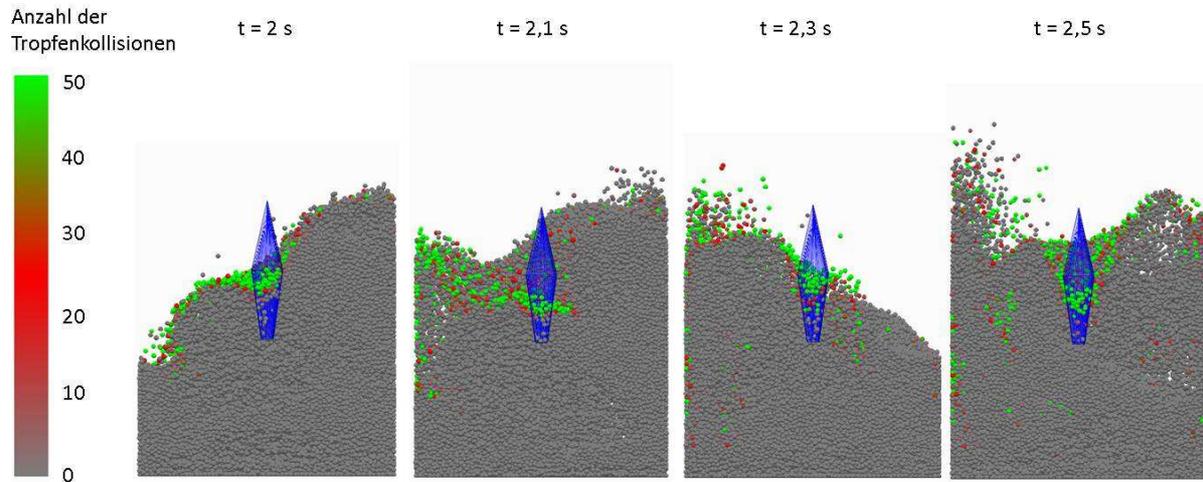
Abbildung C.8: Massenanteil  $\alpha$  in der (a) Sprühzone und (b) Trocknungszone für die Düsenhöhe  $h_d = 420$  mm in der zylindrischen Wirbelschicht



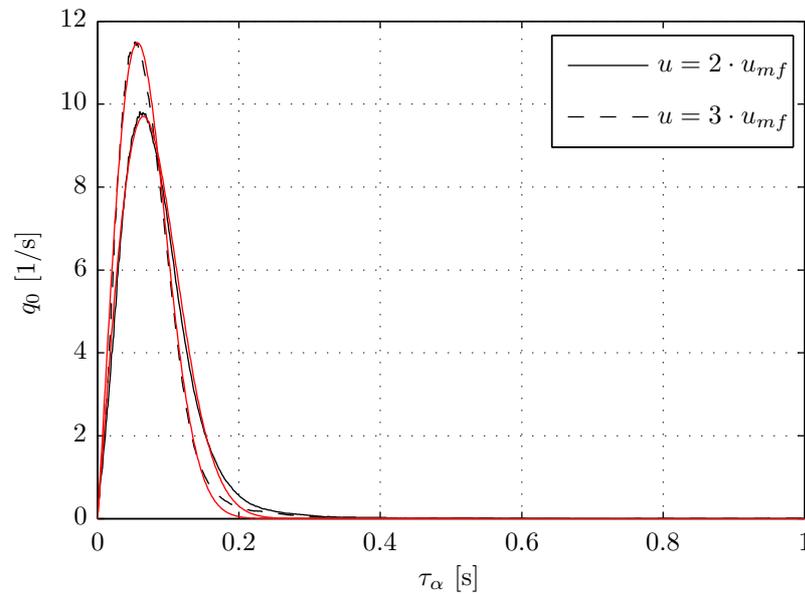
**Abbildung C.9:** Massenbilanzabweichung der ein- und austretenden Partikelmassenströme in die Sprühzone mit  $E_m = |(M_{in,\alpha} - M_{out,\alpha})/M_{in,\alpha}| \cdot 100$  für die Systemkonfiguration  $h_d = 420$  mm und  $M_d = 3,6$  kg/h



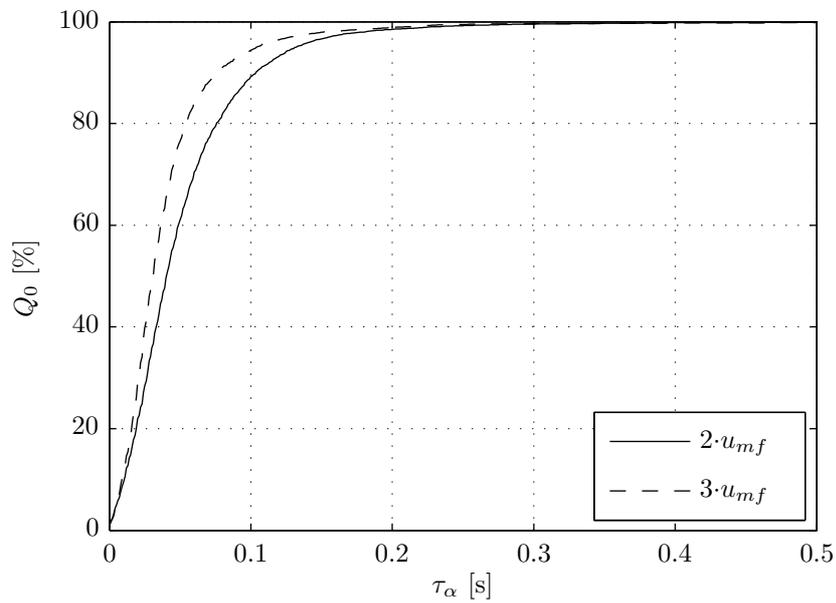
**Abbildung C.10:** Kumulative Partikelverweilzeitverteilung in der Sprühzone in Abhängigkeit einer ansteigenden Auswertungszeit



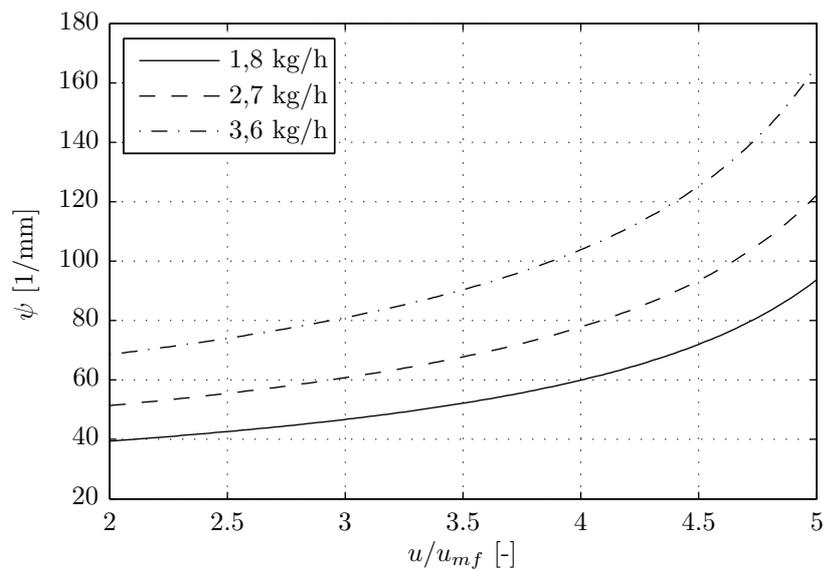
**Abbildung C.11:** Partikelbefechtung und Bewegungsverhalten angefeuchteter Partikel in der fluidisierten Partikelschicht; Dargestellt in einem vertikalen Schnitt durch die Anlagenmitte für  $h_d = 320$  mm und  $u = 3 \cdot u_{mf}$



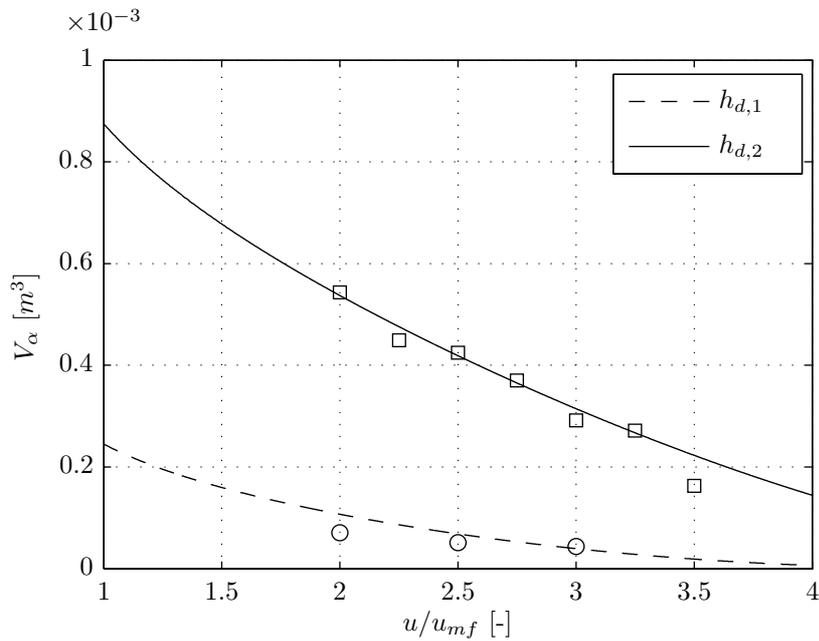
**Abbildung C.12:** Anpassung einer Weibull-Verteilungsfunktion an die simulativ bestimmte Partikelverweilzeitverteilung; (rot) angepasste Weibull-Funktion



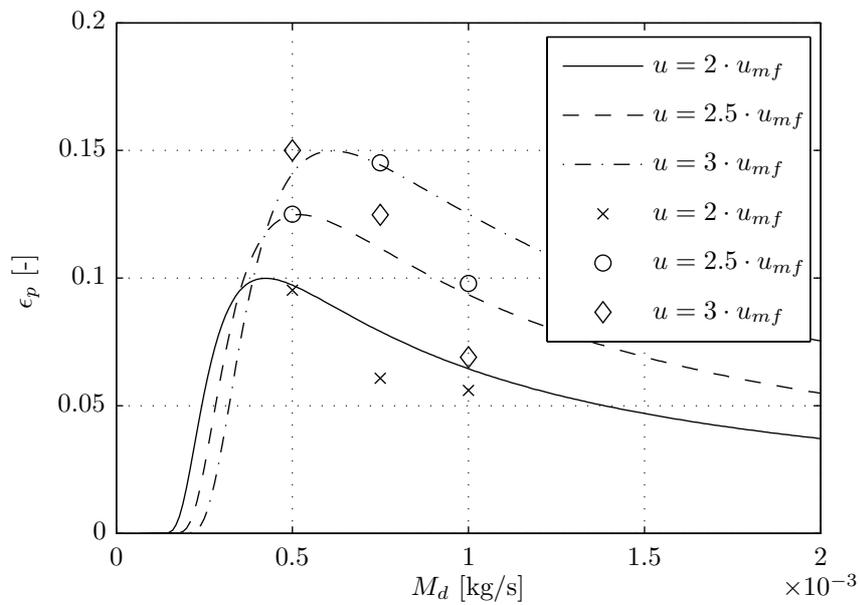
**Abbildung C.13:** Kumulative Partikelverweilzeitverteilung für zwei unterschiedliche Fluidisationsgeschwindigkeiten bei  $M_d = 3,6 \text{ kg/h}$  und  $h_d = 320 \text{ mm}$  bestimmt aus DEM-CFD Simulationen



**Abbildung C.14:** Austauschfläche zu Volumenverhältnis  $\psi$  für die Sprühzone der Düsenhöhe  $h_d = 420 \text{ mm}$



**Abbildung C.15:** Anpassung des Sprühzonenvolumenmodells an experimentelle Volumenbestimmungen bei variiertem Fluidisationsgeschwindigkeit;  $h_{d,1} = 320$  mm,  $h_{d,2} = 420$  mm und  $M_d = 3,6$  kg/h



**Abbildung C.16:** Anpassung des Modells an Messergebnisse der mittleren Partikelvolumenfraktion in der Sprühzone bei  $h_d = 320$  mm

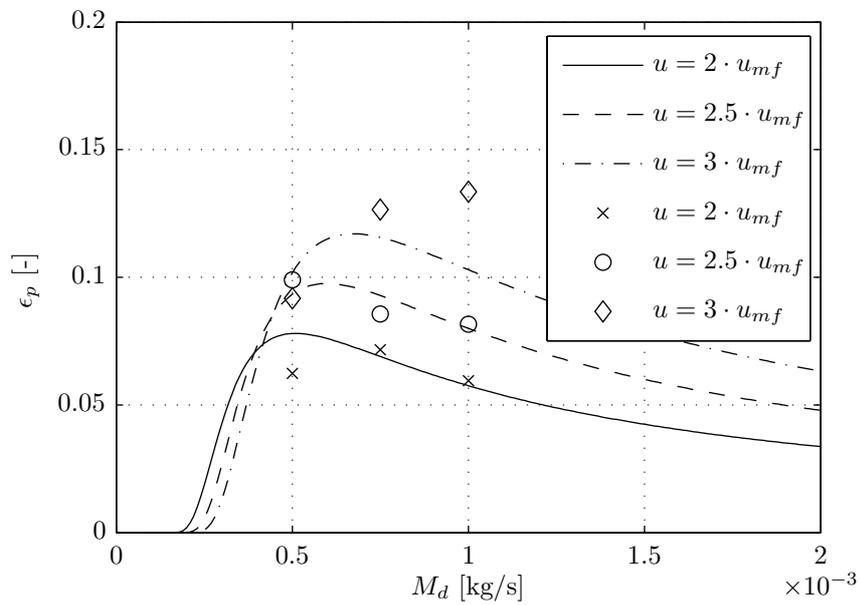


Abbildung C.17: Anpassung des Modells an Messergebnisse der mittleren Partikelvolumenfraktion in der Sprühzone bei  $h_d = 420$  mm

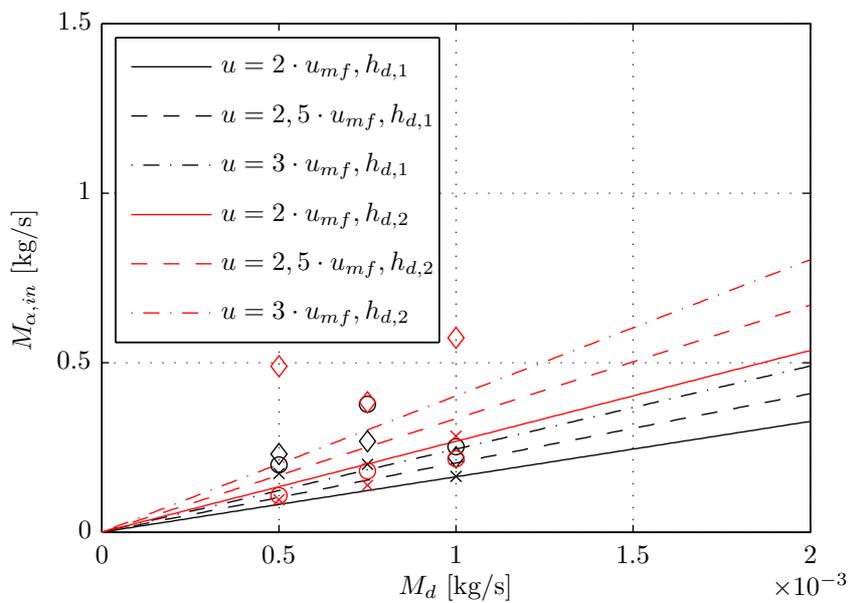


Abbildung C.18: Anpassung des Modells an Messergebnisse des sprühzoneneintretenden Partikelmassenstroms  $M_{\alpha,in}$

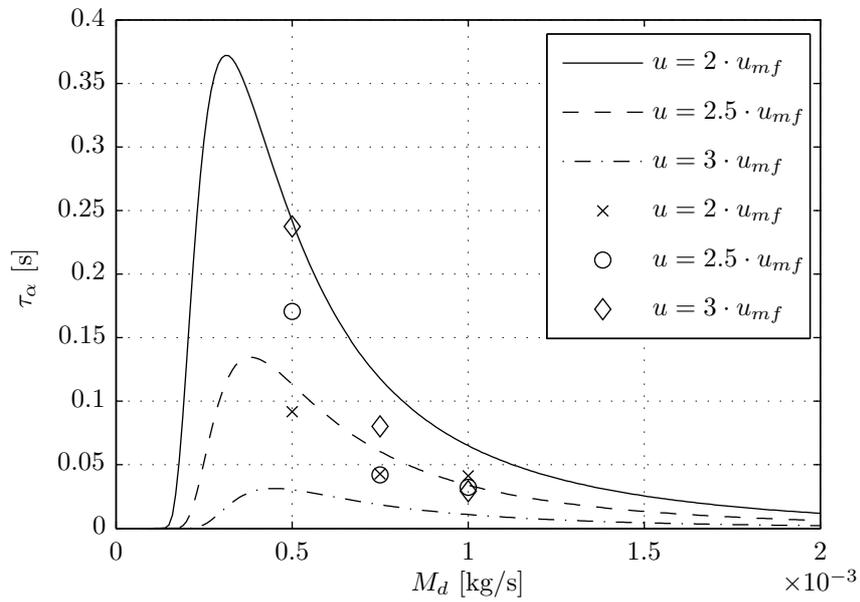


Abbildung C.19: Anpassung des Modells an Messergebnisse der Partikelverweilzeit in der Sprühzone bei  $h_{d,1} = 320 \text{ mm}$

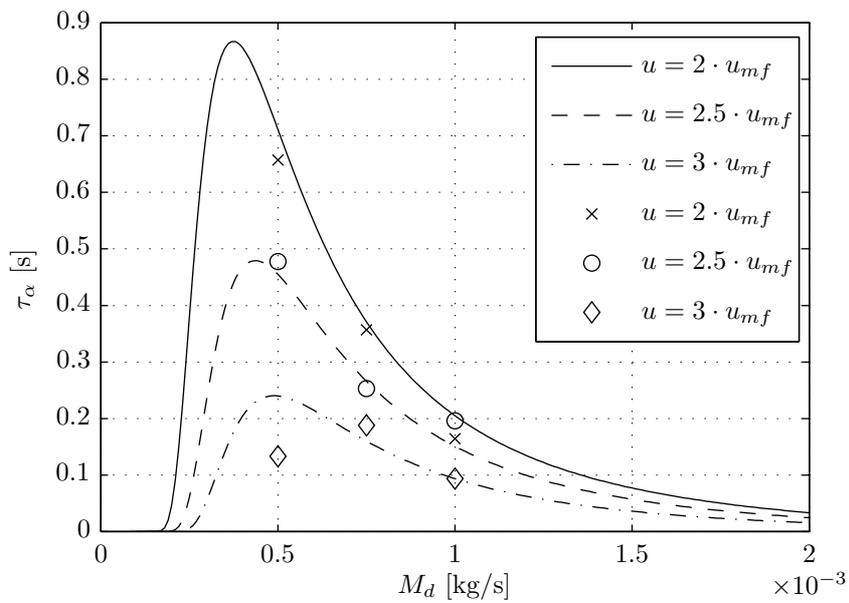


Abbildung C.20: Anpassung des Modells an Messergebnisse der Partikelverweilzeit in der Sprühzone bei  $h_{d,2} = 420 \text{ mm}$

## D Tabellen

**Tabelle D.1:** Übersicht zu den Versuchen in dieser Arbeit; fl. WS - flache, rechteckige Wirbelschicht, zyl. WS - zylindrische Wirbelschicht, TS - Top-Spray Konfiguration, K - Kamera, FS - faseroptische Sonde, LS - Leitfähigkeitssonde, P - Differenzdrucksensor

Versuch	$u/u_{mf}$ [-]	$M_d$ [ $kg\,h^{-1}$ ]	$h_d$ [ $mm$ ]	Messung	Messsystem	Anlage/ Konfig.
1	2	1,8	320	$\tau, v, \epsilon_p$	K	fl. WS/ TS
2	2,5	1,8	320	$\tau, v, \epsilon_p$	K	fl. WS/ TS
3	3	1,8	320	$\tau, v, \epsilon_p$	K	fl. WS/ TS
4	2	2,7	320	$\tau, v, \epsilon_p$	K	fl. WS/ TS
5	2,5	2,7	320	$\tau, v, \epsilon_p$	K	fl. WS/ TS
6	3	2,7	320	$\tau, v, \epsilon_p$	K	fl. WS/ TS
7	2	3,6	320	$\tau, v, \epsilon_p$	K	fl. WS/ TS
8	2,5	3,6	320	$\tau, v, \epsilon_p$	K	fl. WS/ TS
9	3	3,6	320	$\tau, v, \epsilon_p$	K	fl. WS/ TS
10	2	1,8	420	$\tau, v, \epsilon_p$	K	fl. WS/ TS
11	2,5	1,8	420	$\tau, v, \epsilon_p$	K	fl. WS/ TS
12	3	1,8	420	$\tau, v, \epsilon_p$	K	fl. WS/ TS
13	2	2,7	420	$\tau, v, \epsilon_p$	K	fl. WS/ TS
14	2,5	2,7	420	$\tau, v, \epsilon_p$	K	fl. WS/ TS
15	3	2,7	420	$\tau, v, \epsilon_p$	K	fl. WS/ TS
16	2	3,6	420	$\tau, v, \epsilon_p, V_\alpha$	K, LS	fl. WS/ TS
17	2,25	3,6	420	$\tau, v, \epsilon_p$	K	fl. WS/ TS
18	2,5	3,6	420	$\tau, v, \epsilon_p$	K	fl. WS/ TS
19	2,75	3,6	420	$\tau, v, \epsilon_p$	K	fl. WS/ TS
20	3	3,6	420	$\tau, v, \epsilon_p, V_\alpha$	K, LS	fl. WS/ TS
21	3,25	3,6	420	$\tau, v, \epsilon_p$	K	fl. WS/ TS
22	3,5	3,6	420	$\tau, v, \epsilon_p$	K	fl. WS/ TS
23	1,25	-	-	$\Delta p$	P	fl. WS
24	1,5	-	-	$\Delta p$	P	fl. WS
25	1,75	-	-	$\Delta p$	P	fl. WS
26	2	-	-	$\Delta p$	P	fl. WS
27	2,25	-	-	$\Delta p$	P	fl. WS
28	2,5	-	-	$\Delta p$	P	fl. WS
29	2,75	-	-	$\Delta p$	P	fl. WS
30	3	-	-	$\Delta p, v, \epsilon_p$	K, FS, P	fl. WS
31	3,25	-	-	$\Delta p$	P	fl. WS
32	3,5	-	-	$\Delta p$	P	fl. WS
33	3,75	-	-	$\Delta p$	P	fl. WS
34	4	-	-	$\Delta p, v, \epsilon_p$	K, FS	fl. WS

**Tabelle D.1:** Übersicht zu den Versuchen in dieser Arbeit; fl. WS - flache, rechteckige Wirbelschicht, zyl. WS - zylindrische Wirbelschicht, TS - Top-Spray Konfiguration, K - Kamera, FS - faseroptische Sonde, LS - Leitfähigkeitssonde, P - Differenzdrucksensor

Versuch	$u/u_{mf}$ [-]	$M_d$ [ $kg h^{-1}$ ]	$h_d$ [mm]	Messung	Messsystem	Anlage/ Konfig.
35	2	1,8	320	$V_\alpha$	LS	zyl. WS/ TS
36	2,5	1,8	320	$V_\alpha$	LS	zyl. WS/ TS
37	3	1,8	320	$V_\alpha$	LS	zyl. WS/ TS
38	2	2,7	320	$V_\alpha$	LS	zyl. WS/ TS
39	2,5	2,7	320	$V_\alpha$	LS	zyl. WS/ TS
40	3	2,7	320	$V_\alpha$	LS	zyl. WS/ TS
41	2	3,6	320	$V_\alpha$	LS	zyl. WS/ TS
42	2,5	3,6	320	$V_\alpha$	LS	zyl. WS/ TS
43	3	3,6	320	$V_\alpha$	LS	zyl. WS/ TS
44	2	1,8	420	$V_\alpha$	LS	zyl. WS/ TS
45	2,5	1,8	420	$V_\alpha$	LS	zyl. WS/ TS
46	3	1,8	420	$V_\alpha$	LS	zyl. WS/ TS
47	2	2,7	420	$V_\alpha$	LS	zyl. WS/ TS
48	2,5	2,7	420	$V_\alpha$	LS	zyl. WS/ TS
49	3	2,7	420	$V_\alpha$	LS	zyl. WS/ TS
50	2	3,6	420	$V_\alpha$	LS	zyl. WS/ TS
51	2,25	3,6	420	$V_\alpha$	LS	zyl. WS/ TS
52	2,5	3,6	420	$V_\alpha$	LS	zyl. WS/ TS
53	2,75	3,6	420	$V_\alpha$	LS	zyl. WS/ TS
54	3	3,6	420	$V_\alpha$	LS	zyl. WS/ TS
55	3,25	3,6	420	$V_\alpha$	LS	zyl. WS/ TS
56	3,5	3,6	420	$V_\alpha$	LS	zyl. WS/ TS
57	1,25	-	-	$\Delta p$	P	zyl. WS
58	1,5	-	-	$\Delta p$	P	zyl. WS
59	1,75	-	-	$\Delta p$	P	zyl. WS
60	2	-	-	$\Delta p$	P	zyl. WS
61	2,25	-	-	$\Delta p$	P	zyl. WS
62	2,5	-	-	$\Delta p$	P	zyl. WS
63	2,75	-	-	$\Delta p$	P	zyl. WS
64	3	-	-	$\Delta p, v, \epsilon_p$	P, FS	zyl. WS
65	3,25	-	-	$\Delta p$	P	zyl. WS
66	3,5	-	-	$\Delta p$	P	zyl. WS
67	3,75	-	-	$\Delta p$	P	zyl. WS
68	4	-	-	$v, \epsilon_p$	FS	zyl. WS

**Tabelle D.2:** Übersicht zu den DEM-CFD Simulationen in dieser Arbeit

Simulation	System mit Grundfläche	$u/u_{mf}$ [-]	$M_d$ [ $kg h^{-1}$ ]	$h_d$ [ $mm$ ]	$N_p$ [-]
1	flache WS 20×300	2	-	-	165.000
2	flache WS 20×300	2	-	-	165.000
3	flache WS 20×300	2	-	-	100.000
4	flache WS 20×300	2	-	-	40.000
5	flache WS 20×300	2	-	-	20.000
6	flache WS 20×300	2	-	-	10.000
7	flache WS 20×300	2	-	-	10.000
8	flache WS 40×150	2	-	-	40.000
9	zyl. WS $d = 87$	2	-	-	40.000
10	zyl. WS $d = 300$	2	3,6	320	72.000
11	zyl. WS $d = 300$	2	3,6	320	100.000
12	zyl. WS $d = 300$	3	3,6	320	100.000

**Tabelle D.3:** Übersicht zu den Messergebnissen der Sprühzonenvolumina, Massenanteile und Partikelverweilzeiten in der Sprüh- und Trocknungszone. Bestimmung aus den experimentellen Untersuchungen und gültig für die zylindrische Wirbelschicht

Versuch	$\epsilon_{p,\alpha}$ [-]	$V_\alpha$ [ $m^3$ ]	$\alpha$ [-]	$1 - \alpha$ [-]	$\tau_\alpha$ [s]	$\tau_{1-\alpha}$ [s]
1	0,095	1,60E-04	0,0024	0,9976	0,092	38,29
2	0,125	2,59E-04	0,0051	0,9949	0,171	33,46
3	0,150	3,50E-04	0,0082	0,9918	0,238	28,69
4	0,061	1,36E-04	0,0013	0,9987	0,043	33,12
5	0,145	1,05E-04	0,0024	0,9976	0,042	17,59
6	0,125	1,65E-04	0,0032	0,9968	0,080	24,76
7	0,056	1,16E-04	0,0010	0,9990	0,041	40,43
8	0,098	8,01E-05	0,0012	0,9988	0,032	26,37
9	0,069	8,98E-05	0,0010	0,9990	0,029	30,12
10	0,062	7,93E-04	0,0077	0,9923	0,657	68,74
11	0,099	6,12E-04	0,0095	0,9905	0,478	61,38
12	0,092	6,83E-04	0,0098	0,9902	0,133	13,46
13	0,072	6,11E-04	0,0068	0,9932	0,357	48,00
14	0,086	5,51E-04	0,0074	0,9926	0,253	36,68
15	0,127	5,47E-04	0,0108	0,9892	0,188	17,17
16	0,060	6,83E-04	0,0064	0,9936	0,164	23,33
17	0,082	5,47E-04	0,0070	0,9930	0,196	30,58
18	0,133	3,86E-04	0,0081	0,9919	0,093	11,51

## E Zusatzmaterial

### E.1 Versuchsprodukt

In den Versuchen wurde das Produkt  $\gamma$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> Aluminiumoxid, auch bekannt als Tonerde, verwendet. Dieses sehr poröse, kugelförmige Produkt weist gerade für die Untersuchung des Strömungsverhaltens einige sehr vorteilhafte Eigenschaften auf. Zu diesen Eigenschaften zählen eine geringe Dichte, ein fast monodisperse Korngrößenspektrum, eine helle, weiße Farbe für eine hohe Kontrastabbildung vor dunklen Hintergründen, sowie eine sehr harte Struktur des Materials. Aluminiumoxid besitzt zwei unterschiedliche Modifikationen. Die kubische  $\gamma$ -Modifikation, welche sich bei einer Temperatur von 1270°C in die rhomboedrische  $\alpha$ -Modifikation wandelt. Die wichtigsten Eigenschaften der verwendeten  $\gamma$ -Modifikation sind in der Tabelle E.1 zusammengefasst.

Industriell wird  $\gamma$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> als wichtiger chemischer Grundstoff vielseitig eingesetzt. Es dient als Ausgangsmaterial in der Keramikherstellung, als Schleifmaterial oder als Beschichtungsmaterial für beschusssichere oder feuerfeste Produkte. Weitere Anwendungen der  $\gamma$ -Modifikation sind der Einsatz als Katalysatormaterial, als Absorbens oder Isolationsmaterial in der Elektrotechnik.

Eigenschaft	Formelzeichen	Betrag	Einheit
Farbe		weiß	
Geldart Klasse		D	
Partikeldichte	$\rho_p$	1040	[kgm <sup>-3</sup> ]
Feststoffdichte	$\rho_s$	3230	[kgm <sup>-3</sup> ]
Schmelztemperatur	$\theta_s$	2050	[°C]
Phasenumwandlungstemperatur	$\theta_p$	1270	[°C]
Partikelporosität	$\epsilon_s$	0,68	[-]
Mittlerer Porendurchmesser	$d_{pore}$	10	[nm]
Innere Oberfläche	$A_{io}$	145	[m <sup>2</sup> g <sup>-1</sup> ]
Partikeldurchmesser	$d_p$	1,8	[mm]
Größenverteilung/ Streuung	$s$	±0,1	[mm]
Minimalfluidisation	$u_{mf}$	0,56	[ms <sup>-1</sup> ]
Austragsgeschwindigkeit	$u_e$	6	[ms <sup>-1</sup> ]

**Tabelle E.1:** Partikuläre Eigenschaften des Versuchsmaterials  $\gamma$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (Aluminiumoxid)

Eine wichtige Eigenschaft des Partikelmaterials in den strömungsdynamischen Untersuchungen dieser Arbeit ist die minimale Fluidisationsgeschwindigkeit. Diese beschreibt die charakteristische Gasgeschwindigkeit, ab der die durchströmte Partikelschüttung in einen fluidähnlichen Zustand übergeht. Die minimale Fluidisationsgeschwindigkeit kann für das granulare Produkt mit einer Partikel-Reynolds-Zahl am Punkt der Minimalfluidisation von  $Re_{mf} = 58$  nach Kunii u. Levenspiel [81] über die Gleichung nach Wen u. Yu [144], gültig für den Partikel-Reynolds-Bereich  $0,001 < Re_{mf} < 4000$ , berechnet werden

$$u_{mf} = \frac{\nu_g \left( \sqrt{33,7^2 + 0,0408 Ar} - 33,7 \right)}{d_p}. \quad (\text{E.1})$$

Die Archimedes-Zahl berechnet sich mit

$$Ar = \frac{d_p^3 g (\rho_p - \rho_g)}{\rho_g \nu_g^2}. \quad (\text{E.2})$$

## E.2 Validierung notwendiger Messzeiten

Partikelbewegungen in dichten Wirbelschichten verlaufen ungerichtet und unterliegen einer permanenten Schwankung. Ein Maß für diese Schwankungsvariabilität ist die granulare Temperatur, beziehungsweise die Standardabweichung der Partikelgeschwindigkeiten [40]. Insbesondere im Sprühhbereich unterhalb der Top-Spray Düse und in der stark blasendominierten Schichtmitte treten die höchsten Schwankungsintensitäten auf.

Aufgrund dieser Schwankungen muss in den Messungen der PIV, DIA und der faseroptischen Sonde sichergestellt sein, dass die aufgenommenen Messgrößen einer aussagekräftigen Mittelung entsprechen und nicht nur einen augenblicklichen Zustand der Wirbelschicht erfassen. Ausschließlich Messungen über eine ausreichend lange Messzeit können den mittleren Schichtzustand wiedergeben und ermöglichen so Unterschiede zwischen verschiedenen Prozessparametern zu identifizieren. Neben einer ausreichend langen Messzeit muss eine Messzeitbegrenzung stattfinden, da die angewandten Messmethoden sehr speicherintensiv sind. Eine Messzeitbegrenzung verhindert unnötig hohe Speicherbelegungen und lange Auswertungszeiten. Im Folgenden wird eine Methode präsentiert, mit welcher eine statistische Sicherheit zur Bestimmung aussagekräftiger Mittelwerte für minimal nötige Messzeiten erreicht werden kann. Die verwendete Auswertungsmethode wird repräsentativ für die Messzeitvalidierung der PIV-Messungen aufgezeigt. Die Methode funktioniert äquivalent für die Partikelgeschwindigkeits- und Partikelvolumenfraktionsmessungen mit der faseroptischen Sonde.

Im ersten Schritt werden zwei voneinander unabhängige PIV-Messungen vorgenommen. Dabei ist die Messzeit der einen Messung so lang, dass mit sehr hoher Sicherheit eine reproduzierbare Mittelung vorliegt. In den Untersuchungen wurden für die Zeitspanne 450 s 4500 Partikelgeschwindigkeitsfelder bei einer Aufnahme Frequenz von 10 Hz aufgezeichnet. Die zweite Messung kann kürzer vorgenommen werden. Die weiteren Aufnahmeeinstellungen sind in der Tabelle 3.2 aufgeführt. Die Aufnahme Frequenz hat in den Einstellung den größten Einfluss auf die zu wählende Messzeit. In der PIV-Messung wird bei einer bestimmten Aufnahme Frequenz eine bestimmte Anzahl an Partikelgeschwindigkeitsfeldern  $N_i$  zu verschiedenen Zeitpunkten aufgenommen. Ein Partikelgeschwindigkeitsfeld besteht aus einer zweidimensionalen Matrix mit den Informationen des Partikelgeschwindigkeitsbetrags in Abhängigkeit des Ortes. Die Matrix wird zuerst in einen Vektor (Partikelgeschwindigkeitsvektor) der Länge  $1 \times N_j$  umgeschrieben, da die Ortsinformation für die Messzeitvalidierung nicht notwendig sind. In der folgenden Notation wird für einen Partikelgeschwindigkeitsvektor der Index  $i$  und für jeweilige Partikelgeschwindigkeitsbeträge innerhalb eines Partikelgeschwindigkeitsvektors der Index  $j$  verwendet.

Im nächsten Schritt wird die mittlere Partikelgeschwindigkeit der ersten, längeren Messung bestimmt

$$\overline{v_{\infty,j}} = \frac{1}{N_i} \sum_{i=1}^{N_i} v_{i,j}. \quad (\text{E.3})$$

Es wird angenommen, dass dieser Wert dem statistisch sicheren und reproduzierbaren Mittelwert der Partikelgeschwindigkeit der untersuchten Systemkonfiguration mit den entsprechend gewählten Prozessparametern entspricht. Anschließend wird aus akkumulierenden Anzahlen von Partikelgeschwindigkeitsvektoren  $1 \leq N_a \leq N_i$  aus der zweiten, kürzeren Messung die mittleren

Partikelgeschwindigkeiten berechnet. In jedem Akkumulationsschritt wird ein Partikelgeschwindigkeitsvektor angefangen von 1 bis  $N_i$  mehr verwendet

$$\overline{v_{N_i,j}} = \frac{1}{N_i} \sum_{i=1}^{N_i} v_{i,j}. \quad (\text{E.4})$$

Die schrittweise akkumulierten, mittleren Partikelgeschwindigkeiten werden mit der Langzeitmessung über die Berechnung der Standardabweichung ins Verhältnis gesetzt

$$\sigma_{N_i,j} = \sqrt{(\overline{v_{N_i,j}} - \overline{v_{\infty,j}})^2}. \quad (\text{E.5})$$

Die Standardabweichungen für jede akkumulierte Messwertanzahl werden in einem Wert zusammengefasst

$$\sigma_i = \frac{1}{N_j} \sum_{j=1} N_j \sigma_{N_i,j}. \quad (\text{E.6})$$

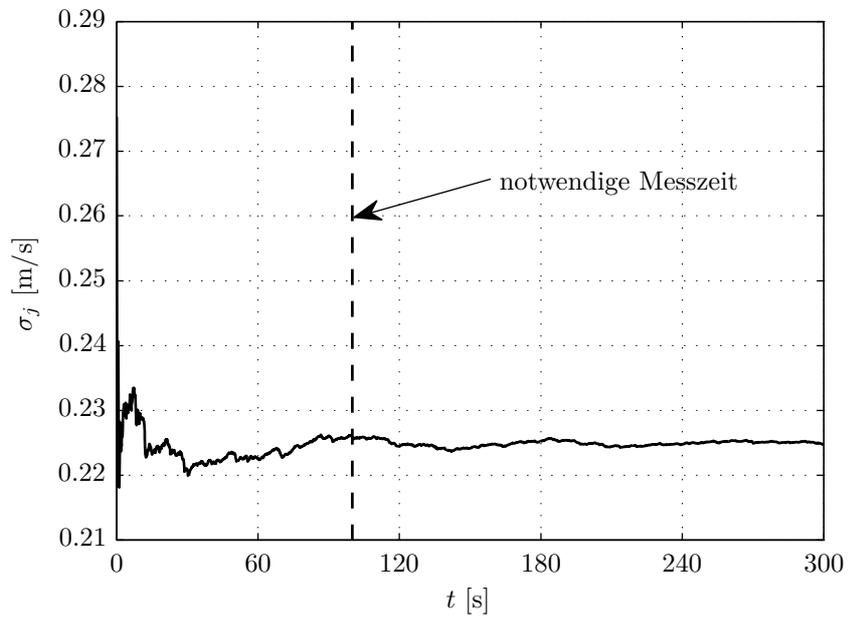
In Folge erhält man einen Plot, in welchem bei zunehmender Anzahl von berücksichtigten Partikelgeschwindigkeitsvektoren die Standardabweichung  $\sigma_i$  gegen einen konstanten Wert tendiert. Über das Setzen eines Konvergenzkriteriums  $\Delta\sigma$  wird festgelegt, ab welcher Differenz der Unterschied zu einer längeren Messzeit hinreichend klein ist und ein reproduziertes Ergebnis vorliegt

$$\Delta\sigma = \sigma_i - \sigma_{i+1} < \Delta\sigma_{ab}. \quad (\text{E.7})$$

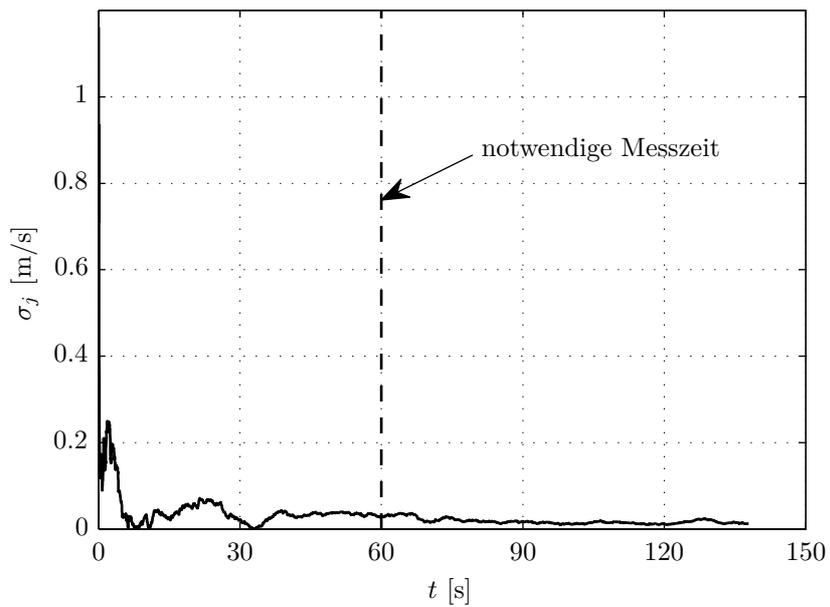
In den Abbildungen E.1, E.2 und E.3 sind die durchgeführten Messzeitbestimmungen mit der ermittelten, notwendigen Messzeit dargestellt. Die Tabelle E.2 zeigt die für die Messmethoden festgelegten Konvergenzkriterien zur Bestimmung der Messzeit.

	$\Delta\sigma_{ab}$	Einheit	Messzeit	Aufnahmefrequenz	Langzeitmessung
PIV	$2 \cdot 10^{-3}$	$[ms^{-1}]$	100 s	10 Hz	450 s
DIA	-	-	100 s	10 Hz	450 s
faseropt. Sonde $v$	$1 \cdot 10^{-4}$	$[ms^{-1}]$	60 s	30 kHz	300 s
faseropt. Sonde $\epsilon_p$	$2 \cdot 10^{-3}$	$[-]$	180 s	1 kHz	600 s

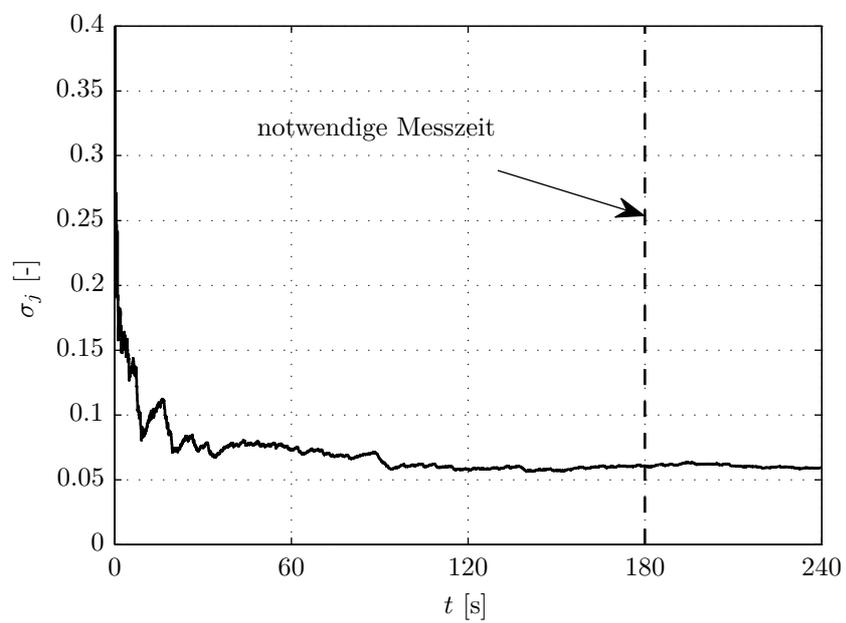
**Tabelle E.2:** Konvergenzkriterium  $\Delta\sigma_{ab}$  zur Bestimmung der notwendigen Messzeit, sowie die resultierenden Aufnahmeeinstellung aufgeführt für die eingesetzten Messmethoden



**Abbildung E.1:** Messzeitvalidierung der PIV-Partikelgeschwindigkeitsmessung. Die notwendige Messzeit liegt bei 100 Sekunden mit einer Aufnahme von 1000 Bildern bei 10 Hz Aufnahme Frequenz. Dieses Ergebnis gilt ebenso für die DIA-Messung.



**Abbildung E.2:** Messzeitvalidierung der Partikelgeschwindigkeitsmessung mit der faseroptischen Sonde.



**Abbildung E.3:** Messzeitvalidierung der Partikelvolumenfraktionsmessung mit der faseroptischen Sonde.

### E.3 Tropfendetektion mit der faseroptischen Sonde

Link u. a. [92] präsentierten eine Messmethodik, bei der unter Verwendung der faseroptischen Sonde, identisch mit dem beschriebenen Modell in Abschnitt 2.3, die Sprühstrahlausbreitung anhand von Tropfendetektion in einer Wirbelschicht Bottom-Spray bestimmt werden kann. Hierfür zeigte Link verschiedene Ergebnisse bei unterschiedlichen Prozesszuständen. Die aufgezeigte Messmethodik konnte in Versuchen dieser Arbeit nicht als verlässliche Methode nachvollzogen werden.

Die faseroptische Sonde basiert auf dem Messprinzip der Detektion eines reflektierten Lichtanteils. Wird die Sonde in einen leeren Raum gehalten, so ist der Anteil der Lichtrückstreuung gleich null. Befindet sich ein undurchsichtiges Objekt vor der Sonde, so wird ein gewisser Lichtanteil zurückgeworfen. Dieser wird in der Photodiode detektiert und in ein Spannungssignal gewandelt. Die Lichtrückstreuung hängt von verschiedenen Eigenschaften des vor der Sonde befindlichen Objektes ab. Besondere Eigenschaften sind die Farbe, die Rauheit und der Brechungsindex. Link verwendete in seinen Versuchen als Partikelmaterial  $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$  und verdünte Wassertropfen über eine Zweistoffdüse eingebaut in Bottom-Spray-Konfiguration. Anhand des Messsignals konnte Link Wassertropfen von dem Partikelmaterial unterscheiden und bewies die örtliche Existenz von Tropfen in der fluidisierten Partikelschicht. Die genaue Vorgehensweise ist unbekannt. Vergleicht man nun die Eigenschaften von  $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$  mit einem Wassertropfen, so stellt man fest, dass aufgrund der Lichtbrechung im Tropfen, die Lichtrückstreuung deutlich geringer ist als vom Partikelmaterial. Das gemessene Spannungssignal von einem Wassertropfen ist geringer als von einem Partikel. Eine Differenzierung zwischen Tropfen und Partikel ist nicht möglich. Um diesem entgegen zu wirken, kann das Wasser mit weißem Farbstoff versetzt werden. Dies erhöht den Anteil der Lichtrückstreuung. Bei hoher Farbstoffkonzentration gibt es jedoch keinen Unterschied zwischen den  $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$  Partikeln und Wasser. Würde man schwarze Partikel verwenden, so kommt es im Prozessverlauf zu einem Coating. Die schwarzen Partikel werden weiß. Eine Messung wäre nur über einen begrenzten Zeitraum möglich. Die einzige Möglichkeit einen Tropfen festzustellen besteht, wenn ein Tropfen auf der Sondenspitze sich über die Faserenden ablagert. Hierbei kommt es zu einem Dauersignal, welches sich von den fluktuierenden Signalwerten bei querenden Partikeln unterscheidet. Zur erfolgreichen Ablagerung eines Tropfens über den Faserenden ist neben einer ausreichenden Tropfengröße zur vollständigen Überdeckung der Emitterfasern auch die Verweilzeit des Tropfens vor den Faserenden entscheidend. Tropfentrocknung und Wegblasen durch den Gasstrom, sowie Adsorption bei Partikel-Tropfen-Kollisionen beeinflussen entscheidend die Verweilzeit. Die entscheidende Frage, welche in den Vorversuchen nicht eindeutig geklärt werden konnte, ist, ab welcher Signaldauer hat sich ein Tropfen auf der Sondenspitze abgelagert oder ein langsames Partikel an den Faserenden passiert. Diese Ungewissheit hat dazu geführt, dass diese Messmethodik zur Vermessung der Sprühzonengröße als ungenau eingestuft und nicht angewandt wurde. Entsprechend wurde eine Leitfähigkeitssonde entwickelt, beschrieben im Abschnitt 5.1.3, die bezüglich der elektrischen Leitfähigkeit ausschließlich Wassertropfen eindeutig detektiert.

# Studentische Arbeiten

## Studienarbeiten

Ronny Loof

01.09.2009 - 30.11.2009

Auswirkung der Einlassgeometrie eines Zyklontrockners auf das interne Strömungsverhalten

Philipp Rollbusch

18.06.2010 - 17.09.2010

Partikelverweilzeiten in der Wirbelschichtgranulation

## Bachelorarbeiten

Gunnar Ganzer

03.01.2011 - 27.03.2011

Faseroptische Messungen orts aufgelöster Partikelkonzentrationsfelder in Wirbelschichten

Lisa Mielke

01.12.2010 - 28.02.2011

Untersuchungen an einem energie- und effizienzoptimierten Wirbelschichtverfahren zur Schälung, Trocknung und Konditionierung von Soja

## Masterarbeiten

Gunnar Ganzer

02.05.2012 - 19.09.2012

Eindüsungscharakteristik und Kompartimentbetrachtung im Top-Spray Prozess der Wirbelschicht-sprühgranulation



# Veröffentlichungen

## Wiss. Artikel in internationalen Fachzeitschriften

- [1] Buijtenen, M. S. van ; Börner, M. ; Deen, N. G. ; Heinrich, S. ; Antonyuk, S. ; Kuipers, J.A.M.: An experimental study of the effect of collision properties on spout fluidized bed dynamics. In: *Powder Technology* 206 (2011), Nr. 1-2, S. 139-148
- [2] Börner, M. ; Peglow, M. ; Tsotsas, E.: Particle Residence Times in Fluidized Bed Granulation Equipments. In: *Chemical Engineering Technology* 34 (2011), Nr. 7, S. 1116-1122
- [3] Börner, M. ; Peglow, M. ; Tsotsas, E.: Derivation of parameters for a two compartment population balance model of Wurster fluidised bed granulation. In: *Powder Technology* 238 (2013), S. 122-131

## Wiss. Artikel in internationalen Konferenzbänden

- [1] Behns, W. ; Börner, M. ; Haida, H. ; Mörl, L.: Removal of solvents from plant materials. In: *Proceedings 16th International Drying Symposium* (2008) Hyderabad, Indien
- [2] Buijtenen, M. S. van ; Börner, M. ; Deen, N. G. ; Heinrich, S. ; Antonyuk, S. ; Kuipers, J.A.M.: An experimental study of the effect of collision properties on spout fluidized bed dynamics. In: *Proceedings 9th International Symposium on Agglomeration* (2009), Sheffield, Großbritannien
- [3] Börner, M. ; Peglow, M. ; Tsotsas, E.: Residence times in fluidized bed granulation. In: *Proceedings 6th World Congress of Particle Technology* (2010); Nürnberg; Deutschland
- [4] Börner, M. ; Peglow, M. ; Tsotsas, E.: Particle Residence times in fluidized bed granulation. In: *Proceedings 17th International Drying Symposium* (2010), Magdeburg, Deutschland
- [5] Börner, M. ; Peglow, M. ; Tsotsas, E.: Application of experimental parameters in an extended PBM of a Wurster fluidised bed granulation. In: *Proceedings 5th Granulation Workshop* (2011), Lausanne, Schweiz
- [6] Börner, M. ; Tsotsas, E.: Atomization characteristic into a top-spray fluidised bed obtained by an experimental and DEM-CFD approach. In: *Proceedings PAR-TEC*(2013), Nürnberg, Deutschland
- [7] Börner, M. ; Tsotsas, E.: Spray zone demarcation in top-spray fluidised bed granulation by droplet detections methods. In: *Proceedings 6th Granulation Workshop* (2013), Sheffield, Großbritannien

## Vorträge auf Konferenzen

- [1] Buijtenen, M. S. van ; Börner, M. ; Deen, N. G. ; Heinrich, S. ; Antonyuk, S. ; Kuipers, J.A.M.: An experimental and numerical study of the effect of collision properties on spout fluidized bed dynamics. Auf: *9th International Symposium on Agglomeration* (2009), Sheffield, Großbritannien
- [2] Börner, M. ; Peglow, M. ; Henneberg, M. ; Börner, G.: Combined processes of dehulling, drying and conditioning in a continuous fluidized bed. Auf: *Euro Fed Lipid Congress* (2009), Graz, Österreich
- [3] Börner, M. ; Peglow, M. ; Tsotsas, E.: Messung der orts aufgelösten Verweilzeitverteilungen in der Wirbelschicht. Auf: *Fachausschuss Lebensmittelverfahrenstechnik und Mehrphasenströmung* (2010), Frankfurt (Main), Deutschland
- [4] Börner, M. ; Peglow, M. ; van Buijtenen, M. S. van ; Deen, N. G. ; Heinrich, S. ; Tsotsas, E.: Residence times in fluidized bed granulation. Auf: *6th World Congress of Particle Technology* (2010), Nürnberg, Deutschland
- [5] Börner, M. ; Peglow, M. ; Henneberg, M. ; Börner, G.: Jet-based dehulling and conditioning of seeds in fluidized bed process. Auf: *101st American Oil and Chemist Society* (2010), Phoenix/ Arizona, USA
- [6] Börner, M. ; Peglow, M. ; Tsotsas, E.: Particle residence times in fluidized bed granulation. Auf: *17th International Drying Symposium* (2010), Magdeburg, Deutschland
- [7] Börner, M. ; Peglow, M. ; Tsotsas, E.: Partikelströmung und Parameteranalyse in der Wirbelschichtsprühgranulation. Auf: *Fachausschuss Agglomerations- und Schüttguttechnik und Trocknungstechnik* (2010), Hamburg-Harburg, Deutschland
- [8] Börner, M. ; Peglow, M. ; Tsotsas, E.: Parameter characterisation of fluidized bed granulation. Auf: *European Congress of Chemical Engineering* (2011), Berlin, Deutschland
- [9] Börner, M. ; Peglow, M. ; Henneberg, M. ; Ihlow, M.: Dehulling of canola in a fluid bed application. Auf: *103rd American Oil and Chemist Society* (2012), Long Beach/ Kalifornien, USA
- [10] Börner, M. ; Peglow, M. ; Tsotsas, E.: Sprühzonenabmessungen einer 2-Kompartimentbetrachtung für die Top-Spray Wirbelschichtgranulation. Auf: *Fachausschuss Agglomerations- und Schüttguttechnik* (2013), Weimar, Deutschland
- [11] Börner, M.: Rapeseed dehulling in a fluid bed application. Auf: *4. Leipziger Symposium* (2013), Leipzig, Deutschland
- [12] Börner, M. ; Peglow, M. ; Tsotsas, E.: Atomization characteristic into a top-spray fluidised bed obtained by an experimental and DEM-CFD approach. Auf: *PARTEC* (2013), Nürnberg, Deutschland

## Posterbeiträge auf Konferenzen

- [1] Behns, W. ; Börner, M. ; Haida, H. ; Kostova, M. ; Mörl, L.: Removal of solvents from plant materials. Auf: *16th International Drying Symposium* (2008), Hyderabad, Indien
- [2] Vorhauer, N. ; Antonyuk, S. ; Tomas, J. ; Börner, M. ; Heinrich, S. ; van Buijtenen, M. S. van ; Deen, N. G. ; Kuipers, J. A. M.: Einfluss der Flüssigkeitsschicht auf die Stoßzahl von Granulaten zur diskreten Simulation der Partikeldynamik in der Wirbelschicht. Auf: *Fachausschuss für Agglomerations- und Schüttguttechnik* (2008), Weihenstephan, Deutschland
- [3] Börner, M. ; Peglow, M. ; Tsotsas, E.: Particle Image Velocimetry und digitale Bildauswertungsmethoden zur Untersuchung der Geschwindigkeits- und Porositätsverteilung in Wirbelschichten zur Bestimmung von Verweilzeiten. Auf: *Fachausschuss für Mehrphasenströmung* (2009), Bad Dürkheim, Deutschland
- [4] Börner, M. ; Peglow, M. ; van Buijtenen, M. S. van ; Deen, N. G. ; Heinrich, S. ; Tsotsas, E.: Residence time distribution in fluidised bed granulation using non-intrusive optical measuring techniques. Auf: *4th International Granulation Workshop* (2009), Sheffield, Großbritannien
- [5] Börner, M. ; Peglow, M. ; Tsotsas, E.: Application of experimental parameters in an extended PBM of a Wurster fluidized bed granulation. Auf: *5th International Granulation Workshop* (2011), Lausanne, Schweiz
- [6] Börner, M. ; Peglow, M. ; Henneberg, M. ; Ihlow, M. ; Börner, G.: Dehulling, Drying and Conditioning of Sunflower and Rapeseed in a Fluidized Bed Application. Auf: *8th Euro Fed Lipid Congress* (2011), Rotterdam, Niederlande
- [7] Börner, M. ; Peglow, M. ; Tsotsas, E.: Parameterbestimmung für ein populationsdynamisches Kompartimentmodell in der Wirbelschicht-Wurster-Granulation. Auf: *Fachausschuss für Agglomerations- und Schüttguttechnik* (2012), Wittenberg, Deutschland
- [8] Fischer, C. ; Börner, M. ; Peglow, M. ; Tsotsas, E.: Charakterisierung des örtlich verteilten Blasengrößenspektrums innerhalb der Wirbelschicht. Auf: *Fachausschuss für Agglomerations- und Schüttguttechnik* (2013), Weimar, Deutschland
- [9] Börner, M. ; Tsotsas, E.: Spray zone demarcation in top-spray fluidised bed granulation by droplet detection methods. Auf: *6th Granulation Workshop* (2013), Sheffield, Großbritannien
- [10] Fischer, C. ; Börner, M. ; Peglow, M. ; Tsotsas, E.: Characterisation of the spatially distributed bubble size spectrum within gas-solid fluidised beds. Auf: *6th Granulation Workshop* (2013), Sheffield, Großbritannien



# Lebenslauf

## Zu meiner Person

Name Matthias Börner  
Geburtsdatum 10. September 1982  
Geburtsort Magdeburg

## Tätigkeit nach dem Studium

2008 - 2013 Wissenschaftlicher Mitarbeiter der Nachwuchsforschungsgruppe NaWiTec am Institut für Verfahrenstechnik an der Otto-von-Guericke Universität Magdeburg  
2011 - 2013 Pro-Be-Con GmbH  
seit 2013 Hüttlin GmbH, a Bosch Packaging Technology Company

## Studium

2003 - 2008 Studium der Verfahrenstechnik an der Otto-von-Guericke Universität in Magdeburg  
2008 Diplomarbeit an der Universität Twente, Niederlande

## Wehrdienst

2002 - 2003 Grundwehrdienst in Augustdorf/ Nordrhein-Westfalen

## Schulausbildung

1995 - 2002 Börde-Gymnasium Wanzleben  
1993 - 1995 Werner-von-Siemens Gymnasium, Magdeburg, Gymnasium mit math.-naturwissenschaftl.-techn. Schwerpunkt  
1989 - 1993 Grundschule „Am Fliederhof“, Magdeburg

Magdeburg, den 24. Juni 2013

Dipl.-Ing. Matthias Börner