

Einfluss von Produkteigenschaften und Betriebseinstellungen auf das Verfahrensergebnis in Schubzentrifugen unter besonderer Berücksichtigung der Partikelzerstörung

zur Erlangung des akademischen Grades eines
Doktors der Ingenieurwissenschaften (Dr.-Ing.)
von der
Fakultät für Chemieingenieurwesen und Verfahrenstechnik
der
Universität Fridericiana zu Karlsruhe
(Technische Hochschule)

genehmigte
Dissertation

von
Dipl.-Ing. Michael Bentz
aus Weingarten (Baden)

Tag des Kolloquiums: 06. Mai 2009
Referent: Prof. Dr.-Ing. W. Stahl
Korreferent: Prof. Dr.-Ing. M. Kind

Was wir wissen, ist ein Tropfen, was wir nicht wissen, ein Ozean.

ISAAC NEWTON

Berichte aus der Verfahrenstechnik

Michael Bentz

**Einfluss von Produkteigenschaften und
Betriebseinstellungen auf das Verfahrensergebnis
in Schubzentrifugen unter besonderer
Berücksichtigung der Partikelzerstörung**

Shaker Verlag
Aachen 2009

Bibliografische Information der Deutschen Nationalbibliothek

Die Deutsche Nationalbibliothek verzeichnet diese Publikation in der Deutschen Nationalbibliografie; detaillierte bibliografische Daten sind im Internet über <http://dnb.d-nb.de> abrufbar.

Zugl.: Karlsruhe, Univ., Diss., 2009

Copyright Shaker Verlag 2009

Alle Rechte, auch das des auszugsweisen Nachdruckes, der auszugsweisen oder vollständigen Wiedergabe, der Speicherung in Datenverarbeitungsanlagen und der Übersetzung, vorbehalten.

Printed in Germany.

ISBN 978-3-8322-8368-1

ISSN 0945-1021

Shaker Verlag GmbH • Postfach 101818 • 52018 Aachen

Telefon: 02407 / 95 96 - 0 • Telefax: 02407 / 95 96 - 9

Internet: www.shaker.de • E-Mail: info@shaker.de

Vorwort

Die vorliegende Arbeit entstand während meiner Tätigkeit als wissenschaftlicher Mitarbeiter am Institut für Mechanische Verfahrenstechnik und Mechanik der Universität Karlsruhe (TH).

Mein persönlicher Dank gilt meinem Doktorvater, Herrn Prof. Dr.-Ing. WERNER STAHL, für die anspruchsvolle Aufgabenstellung, für die Vielzahl an Ideen, wertvollen Hinweisen und Anregungen, die in den zahlreichen fruchtbaren Diskussionen und Gesprächen entstanden sind, sowie seine ausdauernde, immerwährende Unterstützung und wohlwollende Förderung.

Weiterhin gilt mein Dank Herrn Prof. Dr.-Ing. MATTHIAS KIND für seine Bereitschaft zur Übernahme des Korreferates sowie seine Beiträge und Verbesserungsvorschläge.

Außerdem bedanke ich mich bei allen Mitarbeitern des Instituts für Mechanische Verfahrenstechnik und Mechanik für die sehr gute kollegiale, fast familiäre Atmosphäre während der gesamten Zeit dort. Nur stellvertretend möchte ich einige Kollegen nennen, die mir durch ihre besondere Unterstützung und Hilfsbereitschaft unter die Arme gegriffen und auch sonst dafür gesorgt haben, dass ich bei der Arbeit am Institut nie den Spaß verlor. Es sind dies Frau URSULA PFEIL und Frau KERSTIN STEINER, Herr Dr.-Ing. HARALD ANLAUF, die Techniker Herr Dipl.-Ing. (FH) FRIEDHELM FLÜGEL, Herr HANS GUIGAS sowie Herr HARTMUT JUNGA, Frau WALTRAUD HEFFT, Herr KLAUS HIRSCH und Mitarbeiter und Frau MEHRI AZAD (PMT), Herr EMILIO OLIVER-GONZALES (REM) sowie natürlich Frau KERSTIN BERTSCH (DBV). Ebenso geht ein ganz besonderer Dank an die Werkstattleiter, Herr OLAF JÖRG und Herr HANS FRÄNKLE (Mechanische Werkstatt) und Herr BERNHARD SCHWEIGLER (Elektronik-Werkstatt) sowie deren Mitarbeiter. Sie haben durch ihren Einsatz und ihre Fachkenntnisse sowie durch ihre spontane, kurzfristige Hilfe bei plötzlich auftretenden Problemen wesentlich zum Gelingen dieser Arbeit beigetragen.

Ferner geht ein herzliches Dankeschön an die Herren Dr.-Ing. HARALD REINACH und Dipl.-Ing. (HTL) NIKOLAUS KELLER von der Firma FERRUM AG, Ruppertswil/Schweiz für die kostengünstige Bereitstellung einer Testzentrifuge für die Maschinenversuche.

Studentinnen und Studenten mit Initiative und Engagement aus mehr als einem halben Dutzend Ländern trugen als wissenschaftliche Hilfskräfte und im Rahmen von Seminar-, Studien- oder Diplomarbeiten auf vielfältige Weise zum Fortgang und Erfolg der Arbeit bei. Für ihre geleistete Arbeit und ihren Einsatz gebührt ihnen mein Dank und Respekt.

Last but not least danke ich meinen Eltern und meiner Frau DANIELA für ihr Verständnis und ihre stetige Unterstützung während der gesamten Promotionszeit.

Karlsruhe, im Juli 2009

Michael Bentz

Inhaltsverzeichnis

1.	Einleitung und Problemstellung.....	1
1.1.	Motivation.....	1
1.2.	Problemstellungen im Umfeld der mechanischen Verfahrenstechnik.....	2
1.2.1.	Problematik moderner Produktionsprozesse	2
1.2.2.	Problematik der Herstellung kristalliner Produkte	4
1.2.3.	Situation im maschinentechnischen Bereich	9
1.3.	Aufgabenstellung und Abgrenzung	12
2.	Stand des Wissens und der Technik	14
2.1.	Allgemeine Systematik der Zentrifugen	14
2.2.	Beschreibung der Schubzentrifuge	15
2.2.1.	Einsatzgebiete	15
2.2.2.	Aufbau und Ausführungen	15
2.2.3.	Funktionsweise der ein- und mehrstufigen Schubzentrifuge	16
2.2.3.1.	Einstufige Maschine.....	17
2.2.3.2.	Zwei- und mehrstufige Ausführungen	21
2.3.	Die spezielle Problematik der Schubzentrifuge	22
2.4.	Stand der Forschung bei Schubzentrifugen	24
3.	Grundlagen.....	26
3.1.	Vorkommen von Partikelzerstörung in technischen Systemen	26
3.1.1.	Rührgefäße und Kristallisatoren	26
3.1.2.	Strömungen und Pumpen.....	27
3.1.3.	Wirbelschichten	28
3.1.4.	Zentrifugen	28
3.1.4.1.	Untersuchungen aus der Literatur	28
3.1.4.2.	Quellen der Partikelschädigung in der Schubzentrifuge	29
3.1.4.3.	Partikelschädigung in anderen Zentrifugentypen.....	32
3.2.	Zerkleinerungstechnische Grundlagen.....	34
3.2.1.	Physikalische Bruchtheorie nach RUMPF	34
3.2.2.	Kenngrößen der Zerkleinerung.....	38
3.2.3.	Bruchvorgang der Partikel bei der Einzelkorn-Zerkleinerung	39
3.2.4.	Unterschiedliche Belastungsarten und Einflüsse auf das Spannungsfeld	42
3.2.4.1.	Vergleich von Druck- und Stoßbeanspruchung	42
3.2.4.2.	Stoßbeanspruchung auf seitlich bewegte Platte	44
3.2.4.3.	Einfluss von Flüssigkeitsbenetzung	45
3.2.4.4.	Einfluss der Kompressionsgeschwindigkeit.....	46
3.2.4.5.	Einfluss der Partikelorientierung.....	47
3.2.5.	Partikelbeanspruchung im Kollektiv	48
3.2.6.	Übertragung der Erkenntnisse auf kontinuierliche Zentrifugen	51
3.3.	Partikelbruch bei der Kristallisation aus Lösungen	53
3.4.	Spannungszustand im Feststoffkuchen während des Schubzyklus	55
4.	Experimentelle Methoden.....	61
4.1.	Charakterisierung der mechanischen Partikeleigenschaften.....	61

4.2.	Versuchsapparaturen	65
4.2.1.	Einzelkorn-Druckapparat.....	65
4.2.1.1.	Aufbau	65
4.2.1.2.	Vorgehensweise beim Einzelkornstest	66
4.2.2.	Universalprüfmaschinen	67
4.2.2.1.	Beschreibung	67
4.2.2.2.	Sonderbauteile	68
4.2.3.	Auswertung unter Verwendung der WEIBULL-Verteilung	71
4.2.4.	Labor-Schubzentrifugen	73
4.2.4.1.	Maschinenbeschreibung und Besonderheiten	73
4.2.4.2.	Auswertung der Zentrifugversuche	77
4.3.	Charakterisierung der Versuchsprodukte	80
4.3.1.	Produktauswahl.....	80
4.3.2.	Eigenschaften der untersuchten Produkte	81
4.3.2.1.	Adipinsäure	81
4.3.2.2.	Ammoniumsulfat.....	82
4.3.2.3.	Ascorbinsäure	83
4.3.2.4.	Citronensäure.....	84
4.3.2.5.	Kaliumsulfat	85
4.3.2.6.	Zucker	86
4.3.3.	Probenpräparation	87
5.	Das Feststoffverhalten bei Transport und Entfeuchtung	90
5.1.	Einleitung	90
5.2.	Bestimmung des Vorschubgrads und der Kuchenhöhenanteile aus den produktspezifischen Größen.....	90
5.3.	Reibwerteeinfluss auf die Entfeuchtung	99
5.4.	Betriebsgrenze „Fluten“	102
5.4.1.	Beschreibung des Flutvorgangs	102
5.4.2.	Bestimmung der Flutgrenze.....	104
6.	Experimentelle Untersuchungen und Ergebnisse.....	108
6.1.	Mechanische Eigenschaften - Festigkeit und Bruchverhalten der Einzelpartikel.....	108
6.1.1.	Klassifizierung des Bruch- und Elastizitätsverhaltens.....	108
6.1.2.	Statistische Auswertung mit Wahrscheinlichkeitsverteilung	112
6.1.2.1.	Bruchkraftbezogene Bruchwahrscheinlichkeit.....	113
6.1.2.2.	Bruchenergiebezogene Bruchwahrscheinlichkeit	118
6.1.2.3.	Bruchfestigkeit der Einzelpartikeln.....	122
6.1.2.4.	Orientierungsabhängigkeit der Bruchfestigkeit.....	125
6.1.3.	Abhängigkeit der Bruchfestigkeit von der Partikelreinheit	127
6.2.	Quantitative Analyse eines Kristallisationsprozesses	132
6.3.	Partikelbeanspruchung in der Zentrifuge - Ergebnisse der Maschinen- versuche im Labormaßstab.....	136
6.3.1.	„Eintragsversuche“	138
6.3.2.	„Stauch-“ und „Schubversuche“	147
6.3.3.	„Austragsversuche“	151
6.3.4.	„Kombinationsversuche“	157
6.3.5.	Quantitative Erfassung der Partikelzerstörung	158

6.4.	Modellhafte Beschreibung zur Verknüpfung von Einzelkorn- und Maschinenergebnissen	160
6.4.1.	Approximative Beschreibung der Einzelkornergebnisse	160
6.4.2.	Ansatz zur Berechnung der Zerkleinerungswirkung im Maschinenversuch	162
6.5.	Dimensionsanalytische Betrachtung und Kennzahlbildung	165
7.	Möglichkeiten zur verfahrenstechnischen Verbesserung der Zentrifugation	174
7.1.	Vorbemerkung	174
7.2.	Maschinentechnische Verbesserung	175
7.2.1.	Konstruktive Maßnahmen am Suspensionseinlauf	175
7.2.2.	Zulaufsteuerung im Einlauftrichter	180
7.2.3.	Voreindicken in der Zentrifuge	181
7.2.4.	Verbesserung des Transports in der Zentrifuge	184
7.2.5.	Optimierung des Feststoffaustrags der Zentrifuge	185
7.3.	Betriebs- und prozesstechnische Verbesserung	186
7.3.1.	Vorbehandlung der Kristalle	186
7.3.2.	Verbesserungen an der Speisepumpe	187
7.3.3.	Änderung der Betriebsweise der Schubzentrifuge	188
7.3.3.1.	Zeitliche Anpassung von Trommeldrehzahl und Hubbewegung	188
7.3.4.	Pulsierende Speisung	189
7.3.5.	Suspensionseindickung vor der Zentrifuge	192
7.3.6.	Sprung auf ein anderes Prinzip	193
7.3.6.1.	Mehrstufige Maschinen	193
7.3.6.2.	Suspensionsaufgabe auf die gesamte 1. Stufe	193
7.3.6.3.	Gleichzeitige Suspensionsaufgabe auf beide Stufen	194
7.3.6.4.	Die „Drehschubzentrifuge“ als alternative Konstruktion	194
8.	Prozessgestaltung zur Vermeidung von Kornzerstörung	196
8.1.	Einführung	196
8.2.	Gegenüberstellung von bisheriger und neuartiger Fahrweise	197
8.3.	Ergebnisse der ersten Tests	199
9.	Zusammenfassung	207
	Literaturverzeichnis	216
	Formelzeichen und Abkürzungen	225
	Anhang	228
	Abbildungsverzeichnis	229