

Innovationsreport 2025

Industrielle Gemeinschaftsforschung

IGF-Forschungsvorhaben 01IF22291N / 22291 N

Prozessierbare Dispersionen aus hochspezifischen gasgetragenen Nanopartikeln durch Elektrophorese: Direkte Herstellung basierend auf optischer und numerischer Fallfilm- Charakterisierung sowie maßgeschneiderte Anpassung der kontinuierlichen Phase (PRODIS)

Laufzeit:

01.03.2022 – 28.02.2025

Beteiligte Forschungsstelle(n):

Institut für Umwelt & Energie, Technik & Analytik e.V. (IUTA)
Forschungsabteilung Partikelprozesstechnik & Charakterisierung

Universität Duisburg-Essen
Institut für Energie- und Material-Prozesse
Reaktive Fluide

Universität Duisburg-Essen, EMPI
Lehrstuhl Particle Science and Technology

Schlussbericht vom 18.07.2025

zum IGF-Vorhaben: 01IF22291N / 22291 N

Thema

Prozessierbare Dispersionen aus hochspezifischen gasgetragenen Nanopartikeln durch Elektrophorese: Direkte Herstellung basierend auf optischer und numerischer Fallfilm-Charakterisierung sowie maßgeschneiderter Anpassung der kontinuierlichen Phase (PRODIS)

Berichtszeitraum

01.03.2022 bis 28.02.2025

Forschungsvereinigung

Umwelttechnik

Forschungseinrichtung(en)

FE 1: Institut für Umwelt & Energie, Technik & Analytik e.V. (IUTA)

Partikelprozesstechnik und Charakterisierung

Bliersheimer Str. 58-60

47229 Duisburg

FE 2: Universität Duisburg-Essen

Institut für Energie- und Material-Prozesse – Reaktive Fluide (EMPI-RF)

Lotharstr. 1

47057 Duisburg

FE 3: Universität Duisburg-Essen

Institut für Energie- und Material-Prozesse – Particle Science and Technology (EMPI-PST)

Lotharstr. 1

47057 Duisburg

Platz für ein Logo

Inhaltsverzeichnis

1	Durchgeführte Arbeiten und Ergebnisse	3
1.1	Arbeitspaket 1: Synthese und Auswahl der Nanomaterialien	6
1.2	Arbeitspaket 2: Charakterisierung Nanomaterial und –dispersion	10
1.3	Arbeitspaket 3: Experimentelle Charakterisierung des Flüssigkeits-Fallfilm, Labormaßstab	15
1.4	Arbeitspaket 4: Numerisches Fallfilm-Modell (M-EHDM in OpenFOAM).....	18
1.5	Arbeitspaket 5: Hochskalierung der experimentellen Partikelabscheidung in den Technikumsmaßstab	28
1.6	Arbeitspaket 6: Experimentelle Charakterisierung der elektrophoretischen Partikelabscheidung im Technikumsmaßstab	34
1.7	Arbeitspaket 7: Numerische Charakterisierung der elektrophoretischen Partikel-abscheidung im Technikumsmaßstab	49
1.8	Arbeitspaket 8: Methoden-Ableitung für weitere Materialien.....	54
2	Verwendung der Zuwendung.....	55
2.1	Forschungseinrichtung 1 (IUTA):.....	55
2.2	Forschungseinrichtung 2 (UDE/Schulz):	55
2.3	Forschungseinrichtung 2 (UDE/Segets):.....	55
3	Notwendigkeit und Angemessenheit der geleisteten Arbeit	56
4	Darstellung des wissenschaftlich-technischen und wirtschaftlichen Nutzens der erzielten Ergebnisse insbesondere für KMU sowie ihres innovativen Beitrags und ihrer industriellen Anwendungsmöglichkeiten	57
5	Durchgeführte Transfermaßnahmen.....	58
6	Geplante spezifische Transfermaßnahmen nach der Projektlaufzeit	59
7	Literaturverzeichnis	60

1 Durchgeführte Arbeiten und Ergebnisse

Die Herstellung von Nanopartikeln in der Gasphase bietet zahlreiche Vorteile: Die Partikel sind hochrein, und ihre Eigenschaften lassen sich gezielt über die Prozessparameter einstellen. Verfahren wie Sprayflammsynthese, Mikrowellenplasmasynthese oder Synthesen in Heißwandreaktoren ermöglichen die Produktion verschiedenster Materialien bei gleichzeitig guter Skalierbarkeit. Eine zentrale Herausforderung stellt jedoch die Überführung der Partikel in eine prozessierbare Form dar. Üblicherweise erfolgt in Pilotanlagen die Abscheidung aus dem Gasstrom in trockener Form – etwa über Filter [1,2] oder elektrophoretische Abscheider [3]. Diese Vorgehensweise ist jedoch mit Nachteilen verbunden: Neben sicherheitstechnischen Risiken durch die Handhabung von nanopartikulärem Pulver entstehen durch die notwendige Dispergierung in Flüssigkeiten zusätzliche Prozessschritte, bei denen es häufig zu unvollständiger Agglomeratauflösung kommt [4].

Ziel des vorliegenden Projekts war daher die Entwicklung einer materialübergreifend einsetzbaren Verfahrenstechnik zur direkten Überführung von Nanopartikeln aus der Gasphase in Trägerflüssigkeiten. Auf diese Weise sollen stabile, prozessierbare Nanodispersionen mit gezielt einstellbaren Partikel(oberflächen)- und Fluideigenschaften erzeugt werden. Der innovative Ansatz kombiniert die optische und numerische Diagnostik der Strömungs- und Turbulenzverhältnisse im Fallfilm mit der experimentellen Charakterisierung der Partikelabscheidung sowie der Benetzungs- und Dispergiereigenschaften. So sollen die für den Phasentransfer und die Dispersionsqualität entscheidenden Mechanismen besser verstanden und gezielt beeinflusst werden.

Ausgehend von Vorversuchen, dem IGF-Projekt ODIN (20305N) und Literatur [5,6] wird angenommen, dass ein kontinuierlicher und skalierbarer Transfer von Nanopartikeln in Flüssigkeiten insbesondere durch das Verständnis der Strömungsverhältnisse im Fallfilm erreicht werden kann. Diese beeinflussen maßgeblich die Verweilzeitverteilung und den lokalen Energieeintrag, die wiederum die Abscheideeffizienz bestimmen. Gleichzeitig sind die Partikeleigenschaften und die makroskopischen Fluideigenschaften entscheidend für die Benetzung an der 3-Phasen-Grenzfläche und die Stabilität der resultierenden Dispersion.

Das Projekt verknüpft daher drei bislang weitgehend getrennt betrachtete Aspekte:

1. die experimentelle Charakterisierung der Benetzung und Dispersionsstabilität [7-9],
2. die optische [10] und numerische [11] Analyse des Fallfilms,
3. sowie die skalierte experimentelle [12] und numerische [13,14] Untersuchung der Partikelabscheidung im Nasselektroabscheider im Technikumsmaßstab.

Diese drei Säulen wurden über eine gezielte Kopplung von Experiment und Simulation miteinander verbunden. Auf dieser Grundlage konnten wesentliche Erkenntnisse für die Auslegung und Optimierung eines durchgängigen, sicheren und effizienten Prozesses zur Herstellung funktionaler Nanodispersionen gewonnen werden.

Ausgangssituation / Modellierungsansatz:

Die in diesem Vorhaben durchgeführten numerischen Modellierungen basieren auf den Vorarbeiten im IGF-Vorhaben Nr. 20305 N „ODIN“.

In diesem Vorhaben wurden zum einen Simulationsrechnungen zur Partikelabscheidung im trockenen Elektroabscheider (ESP) mit der Software ANSYS Fluent und zum anderen Simulationen zur Ausbildung des Wasserfilms im ESP mit der Software OpenFOAM durchgeführt.

Der Partikeltransfer von der Gas- zur Flüssigphase wurde detailliert in einem ruhenden Flüssigkeitsvolumen mit der Software OpenFOAM untersucht.

Abbildung 1 zeigt die Simulationsdomäne und die untersuchten Kräfte auf die Partikel.

Untersuchte Kräfte:

- Elektrostatik - F_e ,
- Oberflächenspannung - F_s ,
- Gravitation - F_g ,
- Auftrieb - F_{auf}
- Widerstand - F_D
- relative Permittivität, ϵ_r

	F_e und ϵ_r		F_s	F_g	F_{auf}	F_D
	Luft	Wasser				
Case 1	An / 1	Aus / 80	An	An	An	An
Case 2	An / 1	Aus / 80	Aus	An	An	An
Case 3	An / 1	An / 80	Aus	An	An	An
Case 4	An / 1	An / 80	Aus	An	Aus	An
Case 5	An / 1	An / 1	Aus	An	An	An

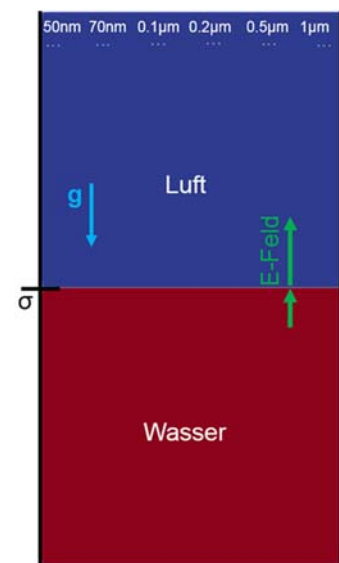


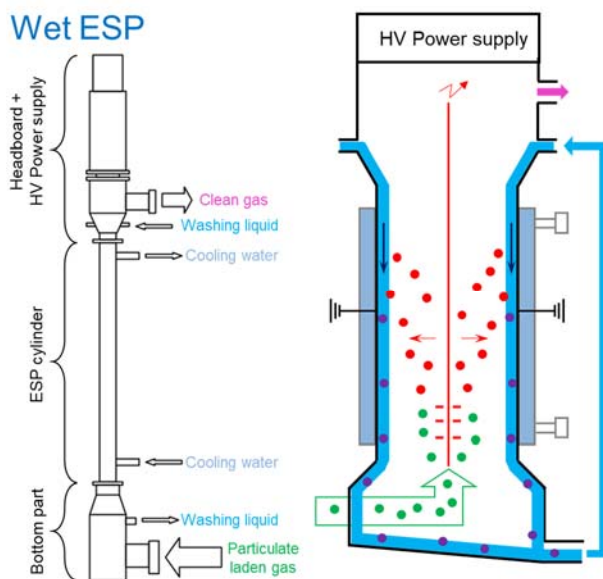
Abbildung 1: Parameterstudie Partikeltransfer Phasengrenze.

Das Ergebnis dieser Parameterstudie war, dass unter realitätsnahen Bedingungen kein Übergang der Partikel von der Gasphase in die Flüssigkeitsphase erfolgen kann, sofern die Flüssigkeit ruht, da der Impuls der Nanopartikel und die elektrische Kraft auf die Nanopartikel nicht ausreichen, die Phasengrenzfläche zu passieren.

Daher wurde die Simulationsstrategie für das hier beschriebene Vorhaben verändert und das für ANSYS Fluent entwickelte Electro-Hydrodynamics Model (EHDM) in OpenFOAM übertragen und mit der Simulation des Flüssigkeitsfilms verbunden, so dass nun ein neuer Solver, das „Multiphase Electro-Hydrodynamics Model (M-EHDM)“, für OpenFOAM zur Verfügung steht, der die gekoppelte Berechnung der Elektroabscheidung und des Wasserfilms ermöglicht.

Abbildung 2 zeigt die in OpenFOAM verfolgten Simulationsansätze. Während der Modellentwicklung wurden drei unterschiedliche Ansätze verfolgt, wobei „Approach C“ die Betrachtung des ESPs ohne Wasserfilm darstellt (Standard EHDM).

Wet ESP



Aim:

- Simulate the complete flow field in the wet ESP and the particle deposition/transition on/into the falling film

Phases and modelling approaches:

- 2 x Continuous Phases: Gas & Liquid
 - ❖ Eulerian
- 1 x Dispersed Phase: Particles
 - ❖ Eulerian / Lagrangian

	Gas	Water	Particle
Approach A	Eulerian	Eulerian	Lagrangian
Approach B	Eulerian	Eulerian	Eulerian
Approach C	Eulerian	-	Eulerian

Abbildung 2: Modellierungsansätze für ESP-Simulationen.

Zur Simulation des Abscheiders als „Wet ESP“ müssen alle drei Phasen (Gas, Wasser und Partikel) numerisch gelöst werden. Die Partikelphase kann hierbei entweder als kontinuierliches Medium (Euler) oder diskrete Partikel betrachtet werden (Lagrange). Es zeigte sich während der Entwicklung, dass, zur Betrachtung des kompletten ESPs, nur die Eulersche-Betrachtung sinnvoll ist, da der Rechenaufwand zur Abbildung aller Partikel bei einer transienten Lagrangeschen Betrachtungsweise zu hoch ist und die erforderlichen Rechenzeiten nicht praktikabel sind.

Daher wurde für die hier vorgestellten Simulationen „Approach B“ verwendet.

1.1 Arbeitspaket 1: Synthese und Auswahl der Nanomaterialien

Das Arbeitspaket 1 bildete mit der Synthese und Auswahl geeigneter Nanomaterialien die Grundlage für die nachgeschalteten Arbeitspakete. Mit Titandioxid (TiO_2) wurde bereits bei Antragsstellung auf ein verfahrenstechnisch etabliertes Materialsystem, das zusätzlich auch noch für die laserbasierte Messtechnik geeignet ist, ausgewählt.

Im ersten Schritt wurden für die Partikelsynthese stabile Prozessbedingungen ermittelt, die einerseits TiO_2 -Partikel im avisierten Größenbereich (30 - 50 nm) prozessieren und andererseits einen stabilen Betrieb des Elektro-Nassabscheiders ermöglichen. Dazu wurden in AP 1.1 Bereiche für unterschiedliche Betriebsparameter definiert. Der Gesamtvolumenstrom sollte zwischen 200 und 350 slm liegen, der Betriebsdruck bei 800 - 1000 mbar und die Abgastemperatur zwischen 100 und 200 °C. Als Ausgangsstoff für die TiO_2 -Partikel kam Titantetraisopropoxid (TTIP) zum Einsatz, das dem Prozess über ein Verdampfersystem zur Verfügung gestellt wurde. Der verwendete Sprayflammenreaktor ist in Abbildung 3 dargestellt.



Abbildung 3: Sprühflammenreaktor im Technikum des IUTA e.V.

Bei diesem Reaktortyp wird der Syntheseprozess durch eine radial brennende Stützflamme aufrechterhalten. Zentral in diese Stützflamme wird ein brennbares Aerosol oder Gas(gemisch) eingedüst, das die notwendigen Ausgangsmaterialien (Präkursoren, im durchgeführten Projekt: TTIP) enthält. Die Stützflamme entzündet das Aerosol und der Prekursor zersetzt sich. Durch homogene und heterogene Nukleation bilden sich neue Partikel, die im weiteren Verlauf aggregieren und so weiterwachsen. Durch das Eindüsen eines Quenchgases wird das Partikel-Gas-Gemisch schlussendlich rapide abgekühlt und beendet damit das Partikelwachstum, bevor die Partikel auf einem Filter abgeschieden werden.

Die Versuchsergebnisse sind in Form der finalen Prozessbedingungen in **Fehler! Verweisquelle konnte nicht gefunden werden.** aufgeführt. Der Prozessdruck und Gesamtvolumenstrom lagen mit 900 mbar bzw. 320 slm innerhalb des geplanten Prozessfensters. Ebenso befand sich die während der Partikelsynthese

gemessene Abgastemperatur mit 112 - 118 °C weit unterhalb der maximalen gewünschten Temperatur von 200 °C und somit im unkritischen Bereich für den Elektro-Nassabscheider.

Tabelle 1: Stabile Prozessparameter zur TiO₂-Synthese.

Reaktordruck	900 mbar
Stützflamme (H ₂)	6 slm
Stützflamme (O ₂)	5 slm
Stützflamme (N ₂)	4 slm
Schleiergas (N ₂)	200 slm
TTIP	86 g/h
Trärgas (Ar)	5 slm
Quenche (N ₂)	100 slm

Die mit diesen Prozessparametern hergestellten Partikel wurden mittels Rasterelektronenmikroskopie (REM) und BET-Analyse (Brunauer-Emmett & Teller, Methode zur Bestimmung der spezifischen Oberfläche mittels Gasadsorption) untersucht. Bei der BET-Analyse wird standardmäßig eine Doppelbestimmung durchgeführt, das heißt, es werden zwei Proben derselben Charge parallel analysiert. Vor der eigentlichen Analyse gasen die Proben für 18 Stunden unter Vakuum bei 250 °C aus, um beispielsweise Wasser von den Partikeloberflächen zu entfernen. Die bestimmte spezifische Oberfläche der TiO₂-Partikel lag im Mittel bei 38,56 m²/g (1: 38,64 m²/g; 2: 38,48 m²/g). Unter Annahme sphärischer Partikel mit der Bulkichte von TiO₂ (3,89 g/cm³) ergibt sich daraus eine Partikelgröße von 40 nm. Die hergestellten Partikel liegen somit exakt mittig im vorgegebenen Bereich von 30 - 50 nm.

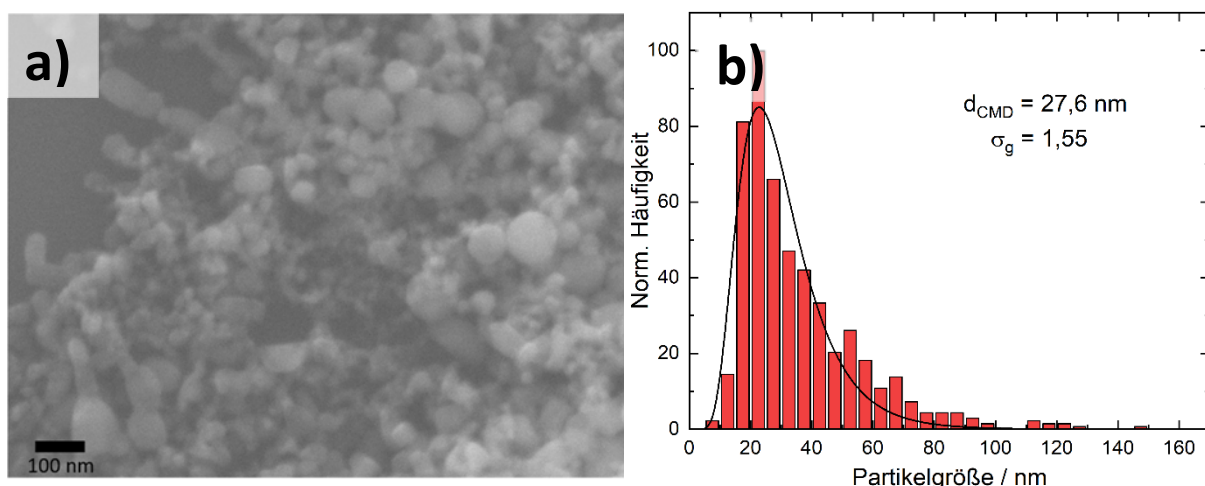


Abbildung 4: a) REM-Aufnahme der am IUTA hergestellten TiO₂-Partikel, b) aus den REM-Aufnahmen ermittelte Partikelgrößenverteilung.

Abbildung 4 a) zeigt beispielhaft eine REM-Aufnahme der synthetisierten TiO₂-Partikel. Es zeigt sich, dass die bei der BET getroffene Annahme von sphärischen Partikeln korrekt ist, die Partikel aber auch vielfach gebündelt vorliegen. Jedoch scheint es sich dabei nur um weiche Agglomerate zu handeln, die sich durch einen weiteren Prozessschritt wieder auftrennen lassen könnten bzw. durch die direkte Abscheidung in

Flüssigphase vielleicht gar nicht erst entstehen würden. Anhand der REM-Aufnahmen wurde durch das Vermessen von 700 zufällig ausgewählten Partikeln eine Partikelgrößenverteilung erstellt, die normiert wurde und in Abbildung 4 b) dargestellt ist. Die Partikelgrößenverteilung folgt einer Lognormal-Verteilung, bei der die mittlere Partikelgröße bei 27,6 nm liegt. Also ca. 12 nm kleiner – verglichen mit der per BET bestimmten Partikelgröße. Der Unterschied resultiert aus den unterschiedlichen Messmethoden, da Agglomeration beim händischen Vermessen in der Regel ignoriert wird und so nur die Primärpartikel in das Ergebnis einfließen, bestimmt das BET die verfügbare Partikeloberfläche und bezieht somit Agglomeration mit ein.

Neben den selbst synthetisierten TiO₂-Partikeln wurden auch zwei kommerzielle TiO₂-Nanomaterialien für die experimentelle Untersuchung verwendet. Dabei handelte es sich einerseits um das unter dem Markennamen „AEROXIDE“ vertriebene P25 von der Firma Evonik und andererseits um TiO₂-Partikel von der Firma LaVision, die für die laser-optische Messung von Geschwindigkeitsfeldern (Particle Image Velocimetry, PIV) verwendet werden.

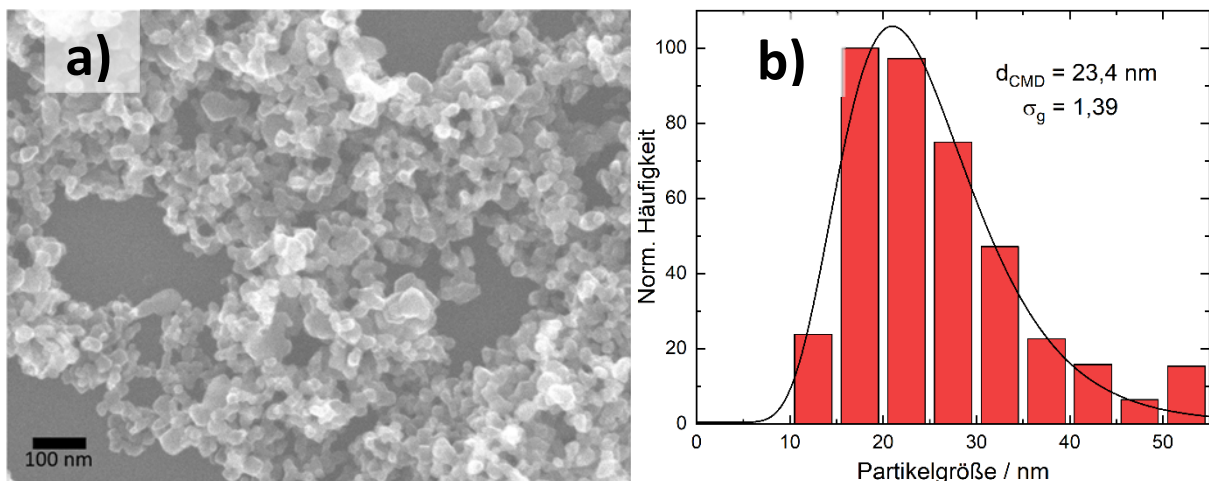


Abbildung 5: a) REM-Aufnahme kommerzieller P25-Partikel, b) aus den REM-Aufnahmen ermittelte Partikelgrößenverteilung (P25).

Die kommerziellen Partikel wurden ebenfalls mittels REM und BET untersucht. Die Ergebnisse der REM-Analysen sind in Abbildung 5 und Abbildung 6 dargestellt. Bei beiden Materialien handelt es sich um kugelförmige Partikel, die in stark agglomerierter Form vorliegen. Die Vermessung der Primärpartikel ergab beim P25 (siehe Abbildung 5 b)) einen mittleren Durchmesser (Anzahlmedian, CMD) von 23,4 nm mit einer geometrischen Standardabweichung von 1,39. Die Bestimmung der spezifischen Oberfläche ergab 49,0 m²/g (1: 49,3 m²/g; 2: 48,7 m²/g). Der aus der Oberfläche berechnete Äquivalenzdurchmesser liegt damit bei 31,5 nm. Ursächlich hierfür ist wie bei den am IUTA hergestellten Partikeln die Agglomeration, die die Oberfläche reduziert und dadurch die berechnete Partikelgröße erhöht.

Abbildung 6 a) zeigt ein REM-Bild der PIV-Partikel von LaVision. Anhand der Größenskala (500 nm vs. 100 nm in Abbildung 5) wird direkt ersichtlich, dass diese Partikel deutlich größer sind als die am IUTA synthetisierten Partikel und die P25-Partikel. Das Histogramm (Abbildung 6 b)) zeigt, dass der Anzahlmedian der Partikelgröße bei 217,5 nm liegt. Ein ähnliches Ergebnis lieferte auch die BET-Analyse. Die spezifische Oberfläche ist mit 18,12 m²/g (1: 17,38 m²/g; 2: 18,87 m²/g) deutlich kleiner als bei den anderen Partikeln, was mit einem größeren Partikeldurchmesser einhergeht. Dieser aus der Oberfläche berechnete

Äquivalenzdurchmesser liegt bei 272,6 nm. Die PIV-Partikel sind somit um ein Vielfaches (7-8x) größer als die beiden anderen TiO₂-Partikel.

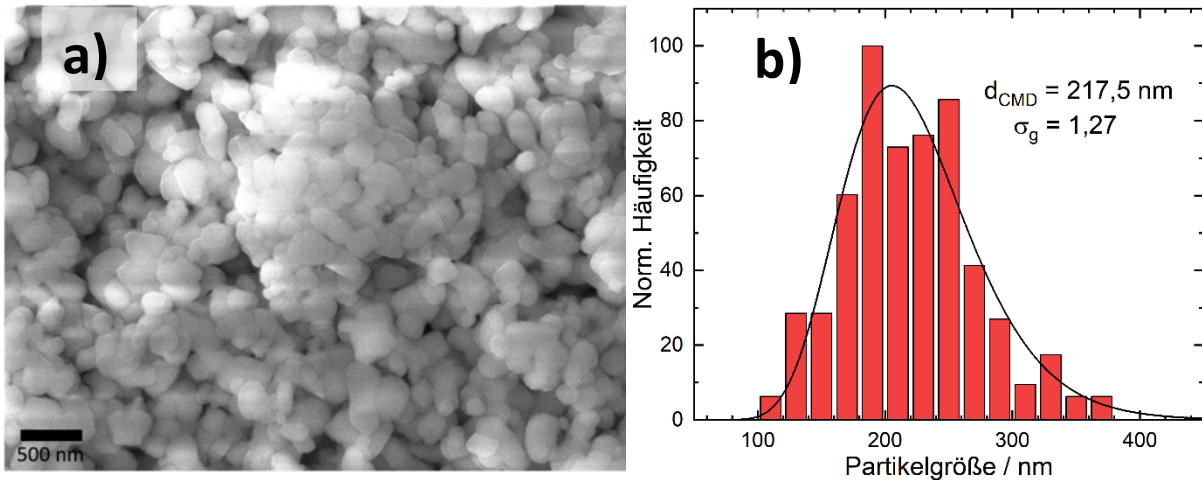


Abbildung 6: a) REM-Aufnahme kommerzieller PIV-TiO₂-Partikel, b) aus den REM-Aufnahmen ermittelte Partikelgrößenverteilung (PIV).

Die Ziele des Arbeitspakets 1 wurden damit erreicht. Zum einen wurden stabile Prozessparameter zur TiO₂-Synthese identifiziert und es wurde ausreichend Material hergestellt, bzw. kommerzielle TiO₂-Partikel beschafft. Für die Bearbeitung der weiteren Arbeitspakete lagen damit TiO₂-Partikel in zwei Größenordnungen vor, die abschließend noch einmal in Tabelle 2 mit ihren detektierten Partikelgrößen zusammengefasst sind.

Tabelle 2: Übersicht der TiO₂-Partikelgrößen nach Messmethode und Herkunft.

	TiO ₂ (IUTA)	P25	PIV
Partikelgröße (REM)	27,6 nm	23,4 nm	217,5 nm
Partikelgröße (BET)	40 nm	31,5 nm	272,6 nm

1.2 Arbeitspaket 2: Charakterisierung Nanomaterial und –dispersion

Wahl des Tensids

Zu Beginn des Projekts wurden Vorversuche mit in Wasser dispergiertem Titandioxid P25 mit verschiedenen Tensiden durchgeführt. Diese besitzen eine Primärpartikelgröße von 21 nm mit einer engen Verteilung, neigen aber dazu, während ihrer Synthese größere Aggregate von mehreren hundert Nanometern im Durchmesser zu bilden [15]. Die Hydroxylgruppen an der Oberfläche machen das Material hydrophil. Die untersuchten Tenside (siehe Abbildung 7) waren Polyethylenglykol (PEG), Natriumdodecylsulfat (SDS) und Tetranatriumpyrosulfat (TSPP). SDS ist ein anionisches Tensid. Tetranatriumdiphosphat (TSPP) ist ein anorganisches Salz, das aus Pyrophosphat- und Natrium-Ionen besteht. PEG, ein unpolares, aber wasserlösliches Polymer, stabilisiert Partikel hauptsächlich durch sterische Effekte. PEG ist in verschiedenen Molekulargewichten erhältlich, die direkt mit seiner Kettenlänge korrespondieren. Für die Experimente wurde PEG mit einem durchschnittlichen Molekulargewicht von 400 Einheiten und 600 Einheiten verwendet (PEG400 und PEG600).

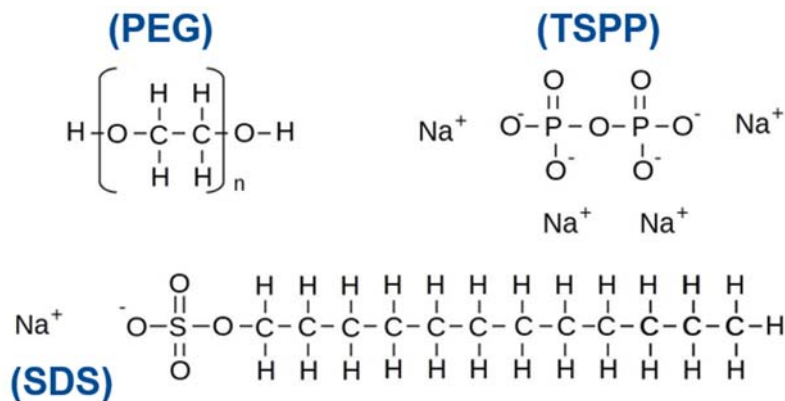


Abbildung 7: Molekularstruktur der untersuchten Tenside.

Die Experimente zeigten, dass TSPP die Titandioxid-Dispersionen am effektivsten durch elektrostatisch, d.h. durch Ladungen, stabilisierte. Sowohl bei SDS als auch bei PEG400/PEG600 wurde unabhängig von der Kohlenstoffkettenlänge keine signifikante sterische Stabilisierung erzielt und es kam zur Agglomeration der Titandioxidpartikel. Am geringsten war die Stabilisierung mit SDS, d.h. noch schlechter als mit PEG400 und PEG600. In diesem Fall war die Dispersion nicht länger als einen Tag stabil. TSPP hingegen konnte die Titandioxid-Dispersionen wochenlang stabilisieren und wurde daher als stabilisierendes Additiv für die technischen Experimente ausgewählt.

Sedimentationsstudien von Titandioxid-Materialien

Für die Charakterisierung der Dispersionen wurde eine Routine entwickelt und über die gesamte Projektdauer angewandt. Diese gestaltet sich wie folgt:

Die Dispersionen der ausgewählten Titandioxid-Materialien wurden in Wasser mit dem ausgewählten TSPP-Tensid hergestellt. Die Dispersionen wurden beim Passieren des Elektro-Nassabscheiders nach der gewählten Versuchsdauer aufgefangen, und die Sedimentations-messungen wurden mit einer analytischen Zentrifuge (Lumisizer 6514-44, LUM GmbH, Berlin, Deutschland) durchgeführt. Dieses Gerät arbeitet mit raum- und zeitaufgelöster Extinktionsprofilierung (sog. STEP®-Technologie) und misst die Lichttransmission durch die mit der Dispersion gefüllten Messzellen mit infrarotem oder blauem Licht. Charge-Coupled Device (CCD)-

Detektoren fangen das transmittierte Licht ein und wandeln es in Transmissionsprofile um, aus denen wiederum die Dynamik des Absetzverhaltens der Dispersion räumlich und zeitlich aufgelöst und visualisiert werden kann [16].

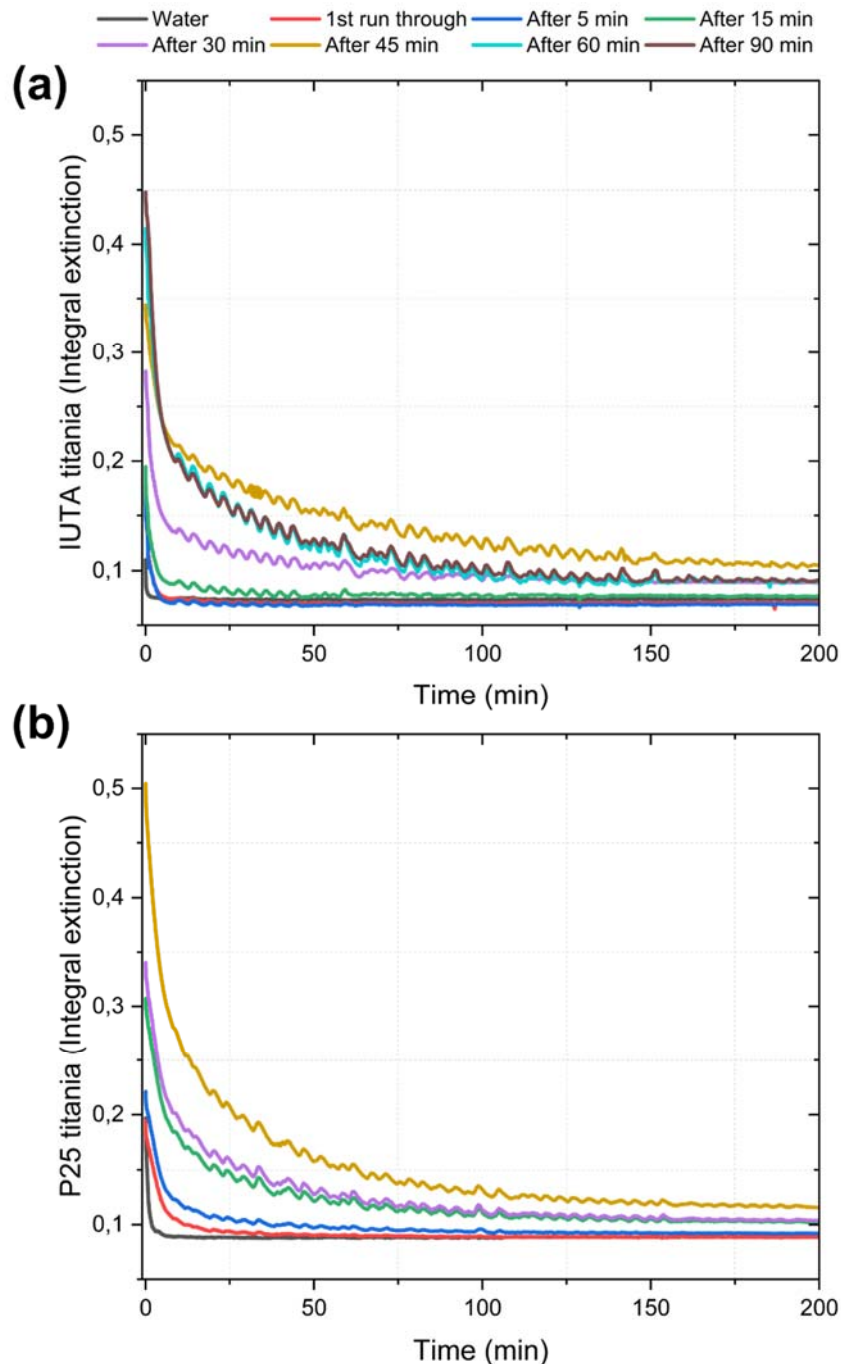


Abbildung 8: Integrale Extinktionsprofile von a) IUTA-Titanoxid und b) P25.

Nach der Behandlung mit einer Sonotrode (Bandelin Sonopuls HD 2200.2) für eine Dispergierdauer von drei Minuten mit einer pulsierenden Amplitude (40 %) wurden die Proben visuell auf sofortiges Absetzen untersucht. Um das Risiko einer Verzerrung der Messung dahingehend zu minimieren, das sich besonders instabile Partikeln bereits zu Beginn der Messung am Boden der Messzelle absetzen und nicht erfasst werden, wurde die Zeit zwischen der Beschallung und dem Einsetzen der Messzellen in die Analysezentrifuge auf

unter eine Minute begrenzt. Die Messungen wurden bei 20 °C, einer Zentrifugationsgeschwindigkeit von 1000 U/min (entspricht dem 146-fachen der Erdbeschleunigung) und einer Wellenlänge von 410 nm durchgeführt.

Hinsichtlich der Auswertung können anhand der Sedimentationsdaten mehrere Analysen durchgeführt werden, z. B. die Integration der Sedimentationsprofile (was zu integralen Extinktionsprofilen führt) und die Bestimmung der Partikelgrößenverteilung. Die integralen Extinktionsprofile (IE) zeigen, wie sich die Dispersion im Laufe der Zeit absetzt, und ermöglichen eine qualitative Erfassung der Dispersionsstabilität. Die sich daraus ergebenden Sedimentationsprofile, die hier als Graphen der integralen Extinktion gegen die Zeit dargestellt werden, sind in Abbildung 8 für das im Projekt synthetisierte IUTA-Titandioxid (IUTA-TiO₂) und kommerzielles P25-Titanoxid von Evonik (P25) aufgetragen.

Beide Titandioxide wurden mittels Aerosolgenerator in den Elektro-Nassabscheider geleitet und von diesem im Laufe der Versuchsdauer als Dispersion gesammelt. Daher nimmt die Konzentration des Titandioxids mit fortschreitender Zeit zu. Dies ist beispielsweise für das IUTA-TiO₂ in den IE-Profilen in Abbildung 8 (a) zu sehen, bei denen die Konzentration des IUTA-Titandioxids zunimmt und damit auch die Trübung, die mit der Analysezentrifuge gemessen wird. Mit der Zeit nimmt die Titandioxidkonzentration zu, wie die Kurve nach 45 Minuten zeigt, wo der höchste IE-Wert erreicht wird. Bei Dispersionen, die nach 60 bzw. 90 Minuten gesammelt wurden, ist der IE-Wert niedriger als bei der Dispersion, die nach 45 Minuten gesammelt wurde.

Dies ist allerdings nicht unbedingt auf eine geringere Titandioxidkonzentration zurückzuführen, sondern auf die Agglomeration der Titandioxidteilchen. So setzen sich größere Agglomerate schnell ab und sind während der langen Versuchsdauer von mehr als 200 Minuten nicht Teil der sich absetzenden Sedimentationsfront. Für P25 (Abbildung 8 (b)) wurden die Dispersionen bis zu 45 Minuten lang gesammelt und zeigen einen ähnlichen Trend hinsichtlich einer zunehmenden Dispersionskonzentration wie bei IUTA-Titanoxid. Die Langzeitstabilität der Dispersionen ist zum Teil auch auf die Zugabe des Tensids TSPP zurückzuführen.

Grenzflächenenergie von Titandioxid-Dispersionen

Das IUTA-Titandioxid und P25 wurden mit einem anderen kommerziellen Titandioxidprodukt von LaVision (LAV) weiter untersucht. Nach Zugabe des Tensids TSPP ist es wichtig zu verstehen, wie sich die Grenzflächenenergie des in Wasser dispergierten Titandioxids verändert. Zu diesem Zweck wurde das über das Projekt beschaffte Tensiometer der Firma Krüss (K100c) verwendet, um die Grenzflächenspannung von Dispersionen zu messen. Das Tensiometer verwendet einen plattenförmigen Platinprüfkörper mit einer bekannten benetzten Länge, die in die Dispersion eingetaucht wird, um die Grenzflächenspannung nach der Wilhelmy-Plattenmethode zu messen. Bei dem Experiment wurde zunächst die Oberflächenenergie von reinem Wasser (Milli Q - 18,2 MΩ-cm bei 25 °C) gemessen und dann mit der Grenzflächenenergie der Dispersion mit und ohne Tensid verglichen. Die Ergebnisse sind in Tabelle 3 zusammengefasst.

Es ist zu erkennen, dass sowohl die Herstellung der Dispersion mit Titandioxid als auch die weitere Zugabe von TSPP die Grenzflächenenergie der final erhaltenen Dispersion verringert. Bei IUTA und P25 führte die Zugabe von Titandioxid-Pulver zu Wasser zu einer stärkeren Abnahme der Grenzflächenenergie als bei LAV. Nach der Zugabe von TSPP wurde jedoch die größte Abnahme der Grenzflächenenergie für P25 beobachtet, gefolgt von LAV und IUTA-TiO₂. Die Abnahme der Grenzflächenenergie ist ein Zeichen für die Gesamtstabilität der resultierenden Dispersion. Ein System mit geringerer Grenzflächenenergie ist von Natur aus über längere Zeiträume stabiler als eines mit höherer Grenzflächenenergie.

Tabelle 3: Grenzflächenenergie der ausgewählten Titandioxid-Materialien.

Dispersion	Grenzflächenenergie [mN/m]
<i>IUTA</i>	64,3 ± 0,10
<i>IUTA + TSPP</i>	57,3 ± 0,10
<i>P25</i>	68,6 ± 0,10
<i>P25 + TSPP</i>	55,4 ± 0,14
<i>LAV</i>	71,4 ± 0,10
<i>LAV + TSPP</i>	62,8 ± 0,15
<i>Wasser</i>	72,3 ± 0,10 (Oberflächenspannung)

Hansen-Löslichkeitsparameter der Titandioxid-Materialien

Zur weiteren Charakterisierung der Titandioxid-Materialien wurde ein gut entwickeltes Schema zur Bestimmung ihrer Hansen-Löslichkeitsparameter (engl. Hansen Solubility Parameter, HSP) verwendet. Hierbei geben die HSP eines Materials Aufschluss über dessen Dispergierverhalten und seine Stabilität sowie über möglichen „gute“ Lösungsmittel, in denen es sich erfolgreich dispergieren lässt [8,17]. Die HSP befinden sich in einem 3D-Wechselwirkungsraum, dem so genannten Hansen-Raum, der in die drei Achsen der dispersen Wechselwirkungen, der polaren Wechselwirkungen und der Fähigkeit, nach dem Säure-Bases Konzept von Lewis Wasserstoffbrückenbindungen auszubilden, unterteilt ist. Jede potenzielle molekulare Wechselwirkungskraft kann somit durch eine der drei Kräfte dargestellt werden [18].

HSP werden bestimmt, indem das zu untersuchende Material in einem festgeschriebenen Set von Lösungsmitteln (in diesem Zusammenhang als Sondenflüssigkeiten bezeichnet) dispergiert wird. Dann werden die Sondenflüssigkeiten aus diesem Set nach dem Grad der Wechselwirkung zwischen dem Material und der Sondenflüssigkeit geordnet, d.h. entlang der gemessenen Dispersionsstabilität sortiert. Auf der Grundlage der Partikelgrößenverteilungen der Materialien in jeder Probeflüssigkeit wurde eine Rangfolge von 0 (schlecht) bis 1 (gut) nach Anwar et al. erstellt [19,20]. Hierbei wird basierend auf den ermittelten Partikelgrößenverteilungen das sog. Product Ratio berechnet, bei dem es sich um einen dimensionslosen Parameter zur Charakterisierung der relativen Größe und Breite einer Partikelgrößenverteilung handelt [21]. Dies ermöglicht eine Ordnung entlang der Stabilität der untersuchten Proben in dem Sinn, dass instabile Dispersionen mit großen Agglomeration größere Product-Ratio-Werte als stabile Dispersionen mit einem hohen Feinanteil besitzen. Die Probeflüssigkeiten wurden nach aufsteigenden Produktverhältnissen sortiert und auf der Grundlage der Produktverhältnisswerte in Gruppen zusammengefasst. Die erste Gruppe von Sondenflüssigkeiten mit nahe beieinanderliegenden Produktverhältnissen wird als gut bezeichnet, die Gruppe von Sondenflüssigkeiten am Ende als schlecht. Falls es in der Mitte Sondenflüssigkeiten gibt, deren Produktverhältnisswerte zwischen den beiden anderen Clustern liegen, werden sie als unsichere Sondenflüssigkeiten bezeichnet. Für die unsicheren Sondenflüssigkeiten werden Kombinationen gebildet, bei denen sie abwechselnd als gut und schlecht bezeichnet werden, und das HSP berechnet mit die HSPiP-Software (Version 6.0.04). Die Grundvoraussetzung dafür, dass eine Kombination als brauchbar angesehen wird, ist, dass keine gute Probeflüssigkeit außerhalb der Hansen-Sphäre und keine schlechte Probeflüssigkeit innerhalb der Hansen-Sphäre platziert wird. Kombinationen, die diese Bedingung nicht erfüllen, werden als „Ausreißer“ bezeichnet [22]. Daraus wird im nächsten Schritt die Hansen-Sphäre gebildet, deren Zentrum die HSP des Materials angibt. Für alle Lösungsmittel innerhalb der Sphäre wird eine erfolgreiche Dispergierung erwartet, alle Lösungsmittel außerhalb der Sphäre gelten als ungeeignete kontinuierliche Phasen für das zu

dispergierende Material. Auf diese Weise können Materialien anhand ihres HSP charakterisiert, mit dem HSP anderer Materialien verglichen werden und effektiv formuliert werden.

Für die Bestimmung der HSP im PRODIS-Projekt wurde der Zweistufenansatz von Amin et al. verwendet [23]. Im ersten Schritt wird das Material in drei Hauptsondenflüssigkeiten mit stark unterschiedlichen Polaritäten dispergiert, nämlich aprotisch polar (Dimethylformamid-DMF), protisch polar (Ethanol-EtOH) und mäßig polar (Ethylacetat-EA). Auf der Grundlage der guten oder schlechten Wechselwirkung des Materials mit jeder dieser Probenflüssigkeiten wird für den zweiten Schritt eine vorgegebene Liste von Probenflüssigkeiten ausgewählt und zur Bestimmung des HSP verwendet.

Im Falle der drei Titandioxid-Materialien ergab der erste Schritt, dass P25- und IUTA-Titandioxid gut mit DMF wechselwirkten. Dies führte dazu, dass in Schritt 2 Propylencarbonat (PC), n-Methylpyrrolidon (NMP) und Dimethylsulfoxid (DMSO) als Sondenflüssigkeiten zugegeben wurden. Im Falle von LAV-Titanoxid zeigte sich, dass das Material im ersten Schritt nur mit EtOH gut wechselwirkte. Dies führte dazu, dass 2-Propanol (IPA), Ameisensäure (FA) und 1,4-Butandiol (BD) in die endgültige Liste der Sondenflüssigkeiten aufgenommen wurden. Aus diesem ersten Schritt ist bereits ersichtlich, dass IUTA und P25 im Vergleich zu LAV ähnliche Oberflächengruppen und Wechselwirkungen aufweisen. Nach dem Prozess der HSP-Bestimmung, die resultierenden HSP sind in Tabelle 4 aufgeführt.

Tabelle 4: HSP der untersuchten Titandioxid-Materialien.

<i>Werkstoff</i>	IUTA	P25	LAV
<i>Disperse Wechselwirkungen δD (MPa^{1/2})</i>	18,5	19	15
<i>Polare Wechselwirkungen δP (MPa^{1/2})</i>	15	14,5	9
<i>Wasserstoffbindung δH (MPa^{1/2})</i>	7,5	6	16,5
<i>Sphärradius (MPa^{1/2})</i>	3,3	5,0	3,1
<i>Anzahl der möglichen Kombinationen</i>	58	58	58
<i>Für HSP gewählte Kombinationen</i>	2 von 2	4 von 4	3 von 4
<i>Ausreißer</i>	0	0	1

Die HSP zeigen, dass sowohl das IUTA-Material als auch P25 sehr ähnliche HSP aufweisen. Während alle drei Materialien mittels Sprühflammsynthese hergestellt wurden, sind sowohl IUTA als auch P25 unbehandelt und haben eine relativ „saubere“ Partikeloberfläche. Sie sind daher beide hydrophil und leicht in Wasser dispergierbar. Im Gegensatz dazu ist LAV ein kommerzielles Produkt, das für die Verwendung als Seeding-Material in Particle-Imaging-Velocimetry-Studien (siehe AP 3) hergestellt wird. Es handelt sich um ein oberflächenbehandeltes, hydrophobes und sehr wasserinkompatibles Material. Dies führt zu einer signifikant anderen Partikeloberfläche als bei den beiden anderen Titandioxiden.

Zusammenfassend für AP 2 lässt sich feststellen, dass IUTA- und P25-Titanoxid in Bezug auf die durch HSP bestimmten Oberflächeneigenschaften näher beieinanderliegen und ihre Dispersionen auch eine ähnliche Stabilität aufweisen. LaVision-Titanoxid hat eine hydrophobere Oberfläche, was sich auch beim Dispergieren in Wasser zeigt. Die Grenzflächenenergien der Dispersionen zeigen, dass sowohl IUTA als auch P25 stabilere Dispersionen für lange Zeiträume bilden. Es zeigt sich, dass die Zugabe von einem geeigneten Tensid wie TSPP alle Dispersionen stabiler macht.

1.3 Arbeitspaket 3: Experimentelle Charakterisierung des Flüssigkeits-Fallfilm, Labormaßstab

Ziel des Arbeitspakets 3 war die Entwicklung und Validierung technischer Lösungen für die optische Charakterisierung von Flüssigkeits-Fallfilmen, die für das grundlegende Verständnis und die technische Auslegung eines kontinuierlichen Transfers gasgetragener Nanopartikel in eine flüssige Phase mittels Elektrophorese essenziell sind. Im Fokus stand dabei die Anpassung und Optimierung der optischen Messverfahren Laserinduzierter Fluoreszenz (LIF) und Particle Image Velocimetry (PIV) an die spezifischen Herausforderungen eines zylindrischen Fallfilmsystems.

Ein zentrales technisches (und damit zeitaufwendiger als erwartet) Problem bestand in der Realisierung des optischen Zugangs für die Lichtschnittanregung und die Abbildung auf einer wissenschaftlichen Kamera. Die Totalreflexion an der Innenwand des Quarzrohres schränkt die den optischen Zugang zum Film von außen erheblich ein, wenn man versucht, direkt von außen aufs Rohr zu schauen. Zur Lösung wurden zwei Ansätze erprobt: ein maßgefertigter Quarzadapter sowie ein eigens entwickelter 3D-gedruckter Adapter, der mit Glycerin gefüllt ist und mit einem optischen Fenster ausgestattet ist. Aufgrund des nahezu identischen Brechungsindex von Glycerin ($n \approx 1,47$) und Quarzglas ($n \approx 1,45$) konnte durch diesen Adapter eine nahezu reflexionsfreie Einsicht in das Innere des Rohrs realisiert werden. Diese Lösung erwies sich als praktikabel, kostengünstig und wiederholbar für verschiedene Fallhöhen einsetzbar. Dieser ist in Abbildung 9 schematisch dargestellt.

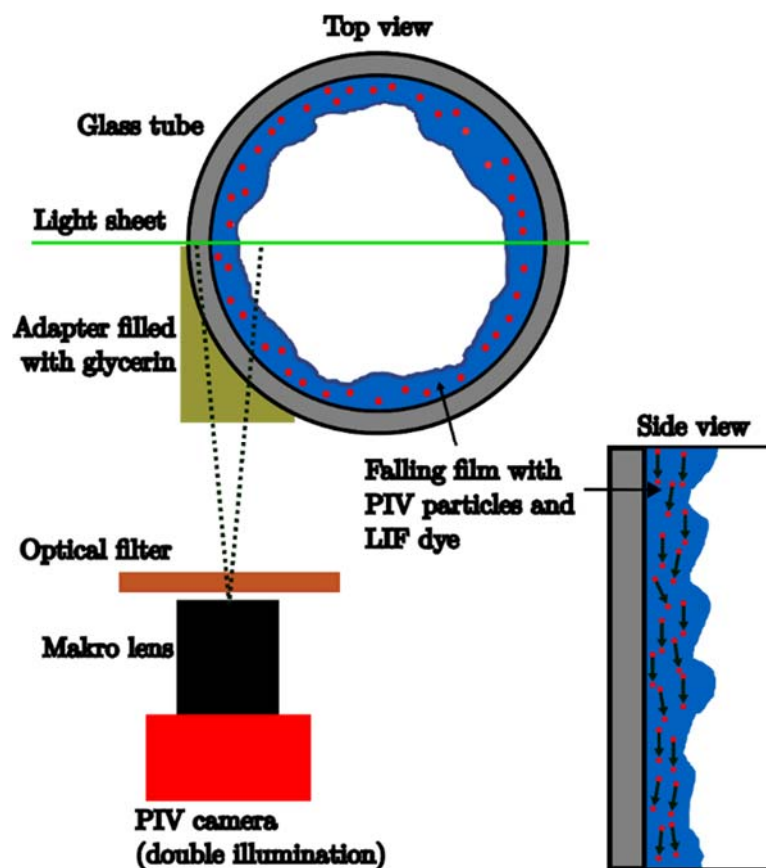


Abbildung 9: Schematischer Aufbau des Fallfilmexperiments.

Für die optische Charakterisierung wurden zwei bildgebende Verfahren vorbereitet: LIF zur Messung der Schichtdicke und PIV zur Bestimmung von Geschwindigkeitsfeldern im Film. LIF basiert auf der Anregung von Rhodamin B durch grünes Licht (532 nm), wobei die emittierte Fluoreszenz senkrecht zur Anregung direkt

abgebildet werden kann und so zur Bestimmung der Filmdicke genutzt werden kann. Die verwendete Lichtquelle war ein Nd:YAG-Laser mit 10 ns Pulsdauer und 18 mJ Pulsenergie, der ein starkes Fluoreszenzsignal lieferte und gegenüber der getesteten Hochleistungs-LED (100 μ s, < 7 mJ) ein deutlich besseres Signal-Rausch-Verhältnis zeigte, wie in Abbildung 10 gezeigt.

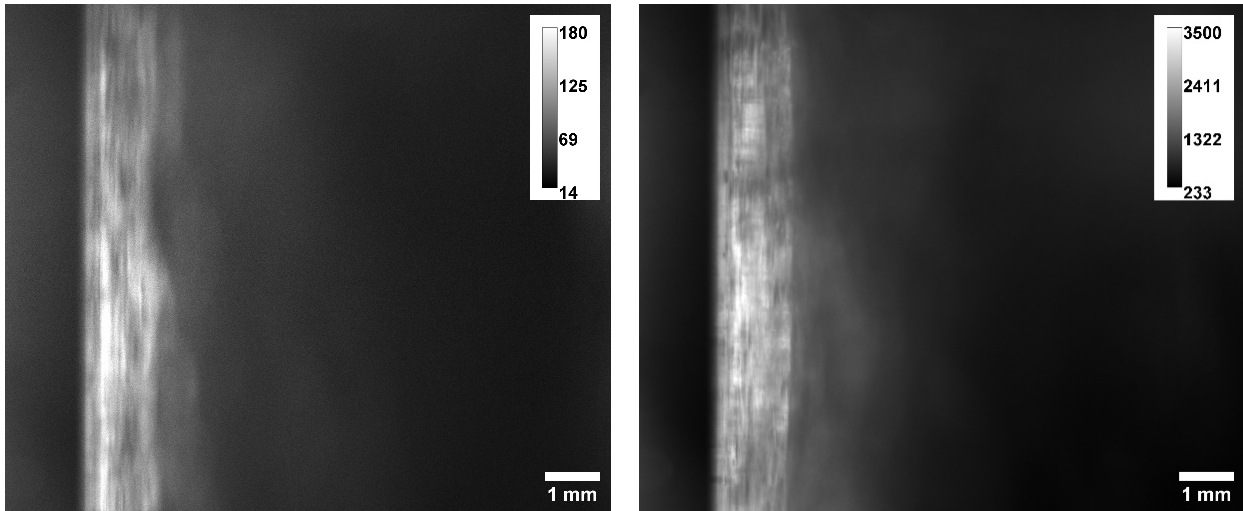


Abbildung 10: Vergleich der Signalintensität einer Fallfilmdickenmessung mit LED (links) und dem Laser (rechts).

Ein weiterer Arbeitsschwerpunkt lag auf der Auswahl und Bewertung geeigneter optischer Komponenten zur hochauflösenden Bildgebung. Verschiedene Makro- und Mikroskopobjektive wurden hinsichtlich ihrer Vergrößerung, Lichtstärke und Tiefenschärfe untersucht. Besonders geeignet zeigten sich das **Laowa-Makroobjektiv** ($\sim 9 \times 11$ mm Bildfeld) und das **InfiniProbe TS-160** ($\sim 7 \times 9$ mm), welche in Kombination mit der Hochgeschwindigkeitskamera (LaVision CX-5, 12 bit) eine gute Abbildungsqualität bei begrenztem Arbeitsabstand ermöglichten. Die geringe Tiefenschärfe erwies sich dabei als Vorteil, um die dünne Filmstruktur ohne störenden Hintergrund abzubilden.

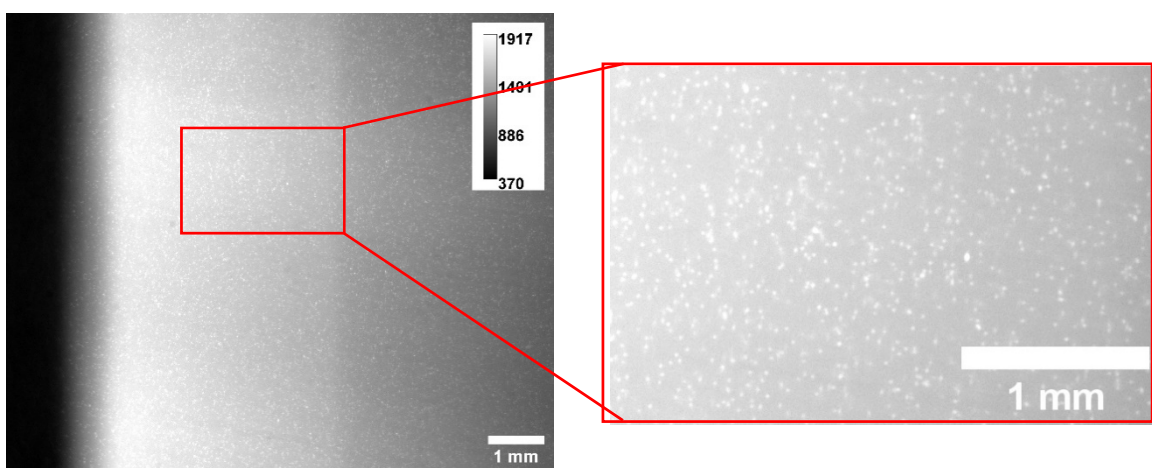


Abbildung 11: Messung der Fluoreszenzintensität von mit Rhodamin B dotierten Melamin-Partikeln in einem komplett mit einer Wasser/Rhodamin B Mischung (20 mg/l Rhodamin B) gefüllten Quarzrohr.

Die PIV-Methode, bei der fluoreszierende Partikel (Melaminharz, ca. 10 μ m) dem Fallfilm zugegeben wurden, konnte im modularen Laboraufbau jedoch nicht vollständig demonstriert werden. Die in dieser Phase eingesetzte kostengünstige Umwälzung des Wassersystems hatte Schwierigkeiten, die Partikel effizient zu

fördern. Zudem kam es durch unzureichende Entlüftung zu Lufteinträgen und Blasenbildung im Strömungssystem, was eine saubere PIV-Datenaufnahme verhinderte. Es wird jedoch davon ausgegangen, dass diese Probleme im geplanten vollausgebauten Laboraufbau mit professioneller Pumptechnik und besserem Partikelmanagement nicht mehr auftreten und die PIV-Methode dort erfolgreich umgesetzt werden kann. In einem statischen, vollständig mit Wasser gefüllten Zylinder konnte PIV im Laboraufbau demonstriert werden. Abbildung 11 zeigt eine beispielhafte Aufnahme, in der die Partikel aufgelöst und klar vom Fluoreszenzhintergrund der Flüssigkeit diskriminiert werden konnten.

Trotz der genannten Einschränkungen bei der PIV-Anwendung im Demonstratoraufbau konnte Arbeitspaket 3 erfolgreich abgeschlossen werden. Die wesentlichen technischen Lösungen für die optische Charakterisierung wurden entwickelt, getestet und dokumentiert. Mit dem entwickelten Aufbau, insbesondere dem optischen Adapterkonzept, steht nun eine tragfähige Grundlage zur Verfügung, auf der weitere Messungen zur Charakterisierung von Schichtdicken, Strömungsgeschwindigkeit und Turbulenzverhalten unter realen Prozessbedingungen aufbauen können.

1.4 Arbeitspaket 4: Numerisches Fallfilm-Modell (M-EHDM in OpenFOAM)

Für die Durchführung der Untersuchungen stand ein bereits in vorangegangenen Forschungsvorhaben entwickeltes Simulationsmodell zur Verfügung, das im Rahmen dieses Vorhabens in die Simulationssoftware OpenFOAM übertragen und um eine Flüssigphase erweitert werden sollte.

Abbildung 12 zeigt den Vergleich des Fluent-EHDM mit dem neu entwickelten OpenFOAM M-EHDM. Die Nutzung von OpenFOAM als Basissolver hat dabei den Vorteil, dass die quelloffene Struktur von OpenFOAM eine deutlich effizientere und vor allem flexiblere Implementierung des Modells ermöglicht.

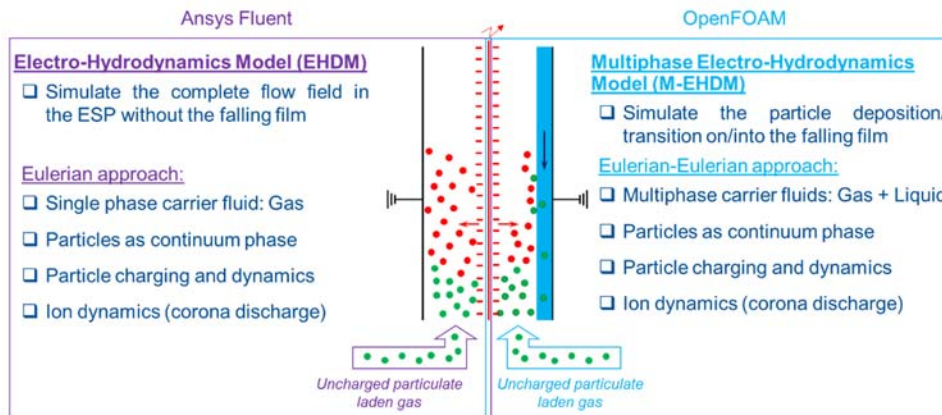


Abbildung 12: Vergleich EHDM (ANSYS) vs. M-EHDM (OpenFOAM).

Electro-Hydrodynamics Model (EHDM)

Das EHDM ist eine Eigenentwicklung des IUTA und als umfangreiche User Defined Function (UDF) für das weit verbreitete CFD-Programm ANSYS Fluent konzipiert [24]. Abbildung 13 zeigt die Struktur des EHDM.

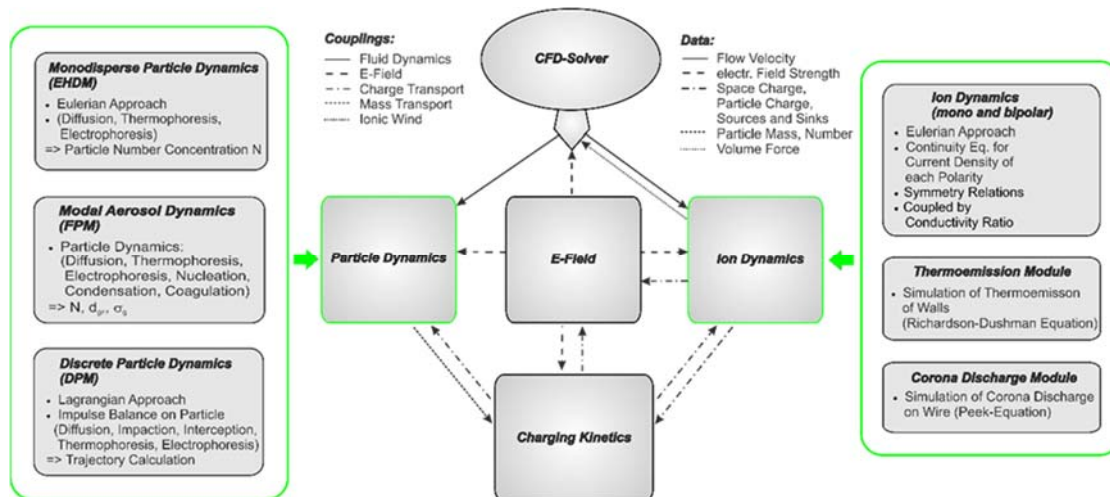


Abbildung 13: Aufbau des am IUTA entwickelten EHDM-Modells.

Das Modell wurde im Rahmen dieses Vorhabens erfolgreich als Bibliothek in das CFD-Programm OpenFOAM übertragen und funktionell erweitert. Für Einphasensimulationen wurde die EHDM-Bibliothek mit dem buoyantPimpleFoam Solver gekoppelt. Dies ist ein pressure-based Solver, der für die Simulation transienter kompressibler Strömungen entwickelt wurde. Er ermöglicht die Berechnung laminarer und turbulenter einphasiger Strömungen inklusive Wärmeübertragung, Strahlung, Konvektion und Auftriebseffekten.

Abbildung 14 zeigt die wesentlichen Einflussgrößen der EHDM-Simulation mit dem neu erstellten OpenFOAM-Solver.

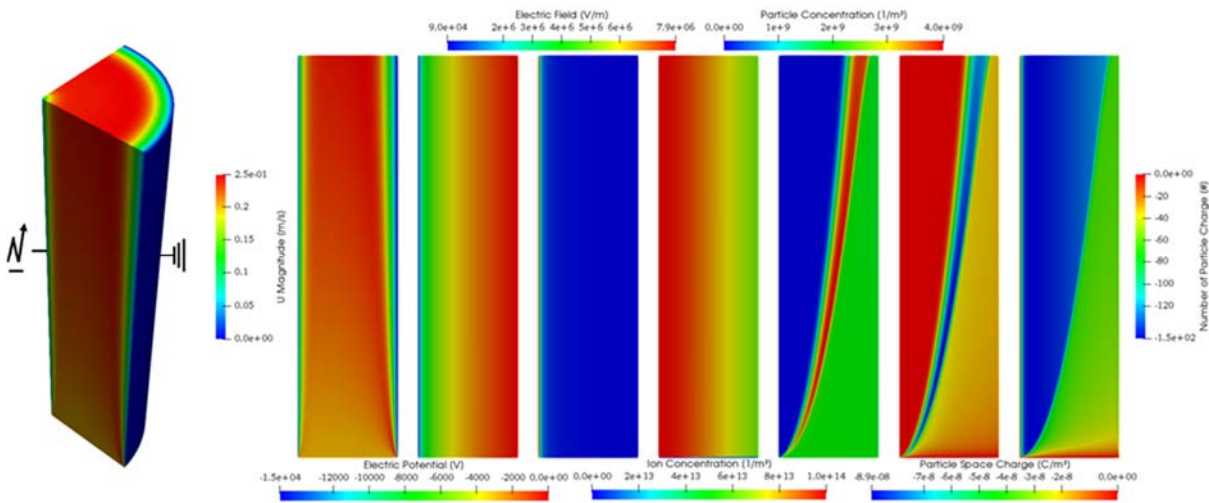


Abbildung 14: Einflussgrößen im ESP (OpenFOAM-Simulation).

Wesentlich für eine realistische Abbildung des Partikeltransports in einem Elektrofilter, ist die Kopplung von Ionen- und Partikeltransport mit der numerischen Berechnung des elektrischen Potenzialfeldes, so dass nicht nur das Potenzialfeld einen Transport von Ladungsträgern bewirkt, sondern auch die Ladungsträger durch den Transport eine Beeinflussung des Potenzialfeldes verursachen. Darüber hinaus erzeugen die Ionen einen Impuls auf die neutrale Fluidströmung, der sich je nach Annahme der Randbedingungen nicht unerheblich auf die Aerosoldynamik auswirken kann.

Die beschriebenen Wechselwirkungen wurden durch die Implementierung zusätzlicher skalarer Transportgleichungen in OpenFOAM realisiert. Die allgemeine Form dieser Transportgleichung ist wie folgt definiert:

$$\underbrace{\frac{\partial}{\partial t}(\rho\Phi)}_{\text{zeitl. Änderung}} + \underbrace{\frac{\partial}{\partial x_j}(\rho u_j \Phi)}_{\text{konv. Transport}} = \underbrace{\frac{\partial}{\partial x_j} \left(\Gamma \frac{\partial \Phi}{\partial x_j} \right)}_{\text{diff. Transport}} + \underbrace{S}_{\text{Quellen/Senken}} \quad (1)$$

mit: ρ : Skalardichte
 Φ : skalare Transportgröße
 u_j : Geschwindigkeitsvektor
 Γ : Diffusionskoeffizient
 S : Quellterm

Damit besteht die Möglichkeit sowohl stationäre als auch instationäre Vorgänge zu erfassen. Der Transport der Zielgröße kann diffusiven und/oder konvektiven Charakter besitzen. Zusätzlich besteht die Möglichkeit Quellen- und Senkenterme zu integrieren. Die skalaren Transportgleichungen werden vom Solver des CFD-Programms auf Basis des Finite-Elemente-Gitters ebenfalls numerisch gelöst.

Numerische Simulation des elektrischen Potenzialfeldes

Zur Abbildung von komplexen elektrischen Potenzialfeldern, wie sie durch die Anwesenheit von Raumladungen im Feld entstehen, kann die Transportgleichung nicht mehr analytisch gelöst werden, sondern muss ebenfalls numerisch berechnet werden. Das elektrische Potenzialfeld wird in Form der Poisson-Gleichung als skalare Transportgleichung abgebildet. Die Poisson-Gleichung zur Erfassung des elektrischen Potenzialfeldes hat die Form:

$$\frac{\partial}{\partial x} \left(\varepsilon_x \frac{\partial U}{\partial x} \right) + \frac{\partial}{\partial y} \left(\varepsilon_y \frac{\partial U}{\partial y} \right) + \frac{\partial}{\partial z} \left(\varepsilon_z \frac{\partial U}{\partial z} \right) + \rho = 0 \quad (2)$$

mit: U : Spannung
 ε : Permittivität
 ρ : Raumladung

Die an jedem Ort im Rechengebiet vorliegende, sich aus der Konzentration von Ionen und Partikeln ergebende Raumladung wird dabei als Quellterm in die skalare Transportgleichung des elektrischen Potenzials eingekoppelt und bewirkt örtliche Inhomogenitäten des elektrischen Potenzialfeldes. Lediglich bei gleich großen Ionen- und Partikelraumladungen oder nach erfolgter Abreinigung des Abgases entsteht ein makroskopisch homogener Potenzialverlauf, da der Quellterm zu null wird.

In der Modellbildung wird somit die Möglichkeit geschaffen, getrennte Raumladungen durch den Transport von Ionen und Partikeln auf das elektrische Potenzialfeld wirken zu lassen.

Numerische Simulation des Partikel- und Ionentransports

Der Transport der geladenen Teilchen im elektrischen Potenzialfeld wird bei der erweiterten Modellbildung zusätzlich nach der Eulerschen Betrachtungsweise realisiert. Das bedeutet, dass jeweils eine Transportgleichung für die Ionen und für die Partikeln gelöst wird, in der der rein konvektive Transport der beiden Fraktionen beschrieben ist. Dies geschieht durch die Lösung der Kontinuitätsgleichung für die Stromdichte (Ionen) und den Massenstrom (Partikeln). Die Erhaltungsgleichung hat für die Ionenphase die Form:

$$\frac{\partial j_x}{\partial x} + \frac{\partial j_y}{\partial y} + \frac{\partial j_z}{\partial z} = 0 \quad (3)$$

Darin ist die Stromdichte definiert als:

$$\vec{j}_{Ion} = (\vec{v}_{gas} + b \vec{E}) \rho_{Ion} \quad (4)$$

mit: j : Stromdichte
 v : Gasgeschwindigkeit
 b : Beweglichkeit der Ionen bzw. Partikel
 ρ : Raumladung
 E : Feldstärke

Die Erhaltungsgleichungen für die Partikelphase lassen sich analog formulieren.

Diese Art der Modellbildung ermöglicht den direkten Zugriff auf die Konzentration von Ionen und Partikeln an jedem Ort. Daraus ergibt sich direkt der Quellterm für das elektrische Potenzialfeld. Die

Gleichungen (3 und 4) bilden ein Differentialgleichungssystem, das gekoppelt gelöst werden muss, da einerseits die Raumladung die Ausbildung des elektrischen Potenzialfeldes beeinflusst, andererseits die Ionen und Partikeln durch das Feld bewegt werden und damit die Lage der Raumladung verändert wird.

Numerische Simulation des elektro-hydrodynamischen Strömungsfeldes

Werden elektrisch geladene Partikeln und Gasionen einem elektrischen Potenzialfeld ausgesetzt, so bewegen sie sich infolgedessen relativ zur neutralen Fluidströmung. Dabei wird ein Impuls auf die Hauptströmung übertragen, der diese durchaus signifikant beeinträchtigen kann. Die entstehende Strömung wird als elektro-hydrodynamische (EHD-) Strömung bezeichnet. In der Literatur wird auch oft der Begriff „Ionenwind“ verwendet.

Je größer die in das Gas eingetragene elektrische Energie ist, umso stärker ist die der Hauptströmung überlagerte Sekundärströmung. Die Modellierung erfolgte über die Berechnung einer lokalen Volumenkraft auf das neutrale Fluid. Diese ergibt sich aus dem Produkt der lokalen Ionenraumladung ρ_{Ion} und der lokalen elektrischen Feldstärke E zu [25]:

$$\vec{f} = \rho_{Ion} \vec{E} \quad (5)$$

Diese Volumenkraft kann in die Impulsgleichung zur Berechnung der neutralen Fluidströmung eingekoppelt werden. Auf diese Weise kann der Effekt von „Ionenwinden“ auf die erreichbare Partikelabscheidung modelltechnisch erfasst werden. Dieser Effekt ist bislang nur im Fluent-EHDM vorhanden. Es ist jedoch vorgesehen, den Effekt von Ionenwinden auch in das M-EHDM zu integrieren.

Implementierung der Aufladungskinetik der Partikel

Mit dem verwendeten Modell kann die Partikelladung und damit auch die Ionenkonzentration aufgrund von Thermo- und Photoemission und einer Corona-Entladung modelliert werden [24]. Dabei beruht der Modellansatz auf der Bilanzierung der Ladungsströme an der Partikeloberfläche, woraus eine resultierende Partikelladung gewonnen wird. Hierbei stellt die Elektronenemission von der Partikeloberfläche die Quelle für die Ausbildung der Partikelladung und die Ionenrekombination die entsprechende Senke dar. Die Partikelladung im thermodynamischen Gleichgewicht der Ströme ist konstant.

Da die berechnete Partikelladung von einer Reihe von Parametern abhängt, muss die Aufladungskinetik gekoppelt mit der Berechnung der Elektro-Hydrodynamik gelöst werden. Die Bestimmung der Emissions- und Rekombinationskoeffizienten zur Bilanzierung der Ladungsströme wurde wie folgt umgesetzt. Der eingesetzte Emissionskoeffizient lautet [26]:

$$\alpha^{q \rightarrow q+1} = \pi d_p^2 A T^2 e^{-\frac{W_A}{k_B T}} \quad (6)$$

mit:	$\alpha^{q \rightarrow q+1}$	:	Emissionskoeffizient
	d_p	:	Partikeldurchmesser
	A	:	Richardsonkonstante
	T	:	Temperatur
	W_A	:	Elektronenaustrittsarbeit eines sphärischen Partikels
	k_B	:	Boltzmannkonstante

Die Elektronenaustrittsarbeit eines sphärischen Partikels ist [27]:

$$W_A = W_{A_0} + \frac{e^2(q_{P,e} + 1)}{2\pi\epsilon_0 d_p} - \frac{5}{8} \frac{e^2}{2\pi\epsilon_0 d_p} \quad (7)$$

mit: W_{A0} : Elektronenaustrittsarbeit einer ebenen Oberfläche
 $q_{P,e}$: Partikelladung
 e : Elementarladung
 ϵ_0 : Permittivität

Als Rekombinationsmodell wird das Field-Modified Diffusion (FMD) –Modell von Lawless benutzt [28]. Dieses Modell erlaubt die Berechnung von Feld- und Diffusionsaufladung und wurde für den Einsatz als Rekombinationsmodell bei der Thermoionisation leicht modifiziert. Der Rekombinationskoeffizient wird für drei unterschiedliche Bereiche der Partikelladung definiert:

1. $-q_{P,F\infty} \leq q_P \leq q_{P,F\infty}$:

$$\rho_{Ion} \beta^{q \rightarrow q-1} = \frac{q_{P,F\infty}}{\tau_q} \cdot \left(1 + \frac{q_P}{q_{P,F\infty}}\right)^2 + a(\tilde{E}) \frac{8\pi\epsilon_0 k_B T}{e} \frac{d_p}{\tau_q} \quad (8)$$

2. $q_P < -q_{P,F\infty}$:

$$\rho_{Ion} \beta^{q \rightarrow q-1} = \frac{4a(\tilde{E})}{\tau_q} \cdot \frac{-q_{P,F\infty} - q_P}{\exp\left\{\frac{(-q_{P,F\infty} - q_P)e}{2\pi\epsilon_0 k_B T d_p}\right\} - 1} \quad (9)$$

3. $q_P > q_{P,F\infty}$:

$$\rho_{Ion} \beta^{q \rightarrow q-1} = \frac{4}{\tau_q} \cdot \left(q_P + a(\tilde{E}) \frac{q_P - q_{P,F\infty}}{\exp\left\{\frac{(q_P - q_{P,F\infty})e}{2\pi\epsilon_0 k_B T d_p}\right\} - 1} \right) \quad (10)$$

mit: $\rho_{Ion} \beta^{q \rightarrow q-1}$: Rekombinationskoeffizient
 q_P : Partikelladung
 $q_{P,F\infty}$: Sättigungsladung für reine Felddaufladung
 $a(\tilde{E})$: Oberflächenfaktor
 τ_q : charakteristische Zeitkonstante

Die charakteristische Zeitkonstante τ_q des Aufladungsprozesses ergibt sich aus:

$$\tau_q = \frac{4\epsilon_0}{\rho_{Ion} b_{Ion}} \quad (11)$$

mit: ρ_{Ion} : Ionenraumladung
 b_{Ion} : Ionenmobilität

Der Faktor $a(\tilde{E})$ definiert den Anteil der Partikeloberfläche, der für die Rekombination von Ionen zur Verfügung steht. Er hängt von der dimensionslosen elektrischen Feldstärke $\tilde{E}$ ab.

$$a(\tilde{E}) = 1 \quad \text{für: } \tilde{E} < 0,525$$

$$a(\tilde{E}) = \frac{1}{(\tilde{E} + 0,457)^{0,575}} \quad \text{für: } \tilde{E} \geq 0,525 \quad (12)$$

Die dimensionslose elektrische Feldstärke $\tilde{E}$ wiederum hängt von der Temperatur, der Partikelgröße und der lokalen elektrischen Feldstärke E ab und berechnet sich wie folgt:

$$\tilde{E} = \frac{d_p \cdot E}{2k_B T / e} \quad (13)$$

Die Sättigungsladung einer Partikel für reine Felddaufladung ($Kn \rightarrow 0$) ergibt sich zu:

$$q_{p,F\infty} = 3\pi\epsilon_0 \frac{\epsilon_r}{\epsilon_r + 2} d_p^2 E \quad (14)$$

mit: ϵ_r : Dielektrizitätskonstante

Implementierung der Coronaentladung im Elektroabscheider

Zur Simulation des Stromflusses in einem ESP muss an der Sprühelektrode ein Quellterm für die Ionenkonzentration als Randbedingung vorgegeben werden. Der Wert dieses Quellterms ergibt sich aus der Vorgabe, dass die elektrische Feldstärke an der Elektrodenoberfläche immer gleich der Coroneinsatzfeldstärke ist.

Das bedeutet, dass die Elektrode so lange Ionen freisetzt, bis die Feldstärke an der Drahtoberfläche den Wert der Coroneinsatzfeldstärke annimmt. Durch die Interaktion von elektrischem Feld, partikel- und ionengetragener Raumladung und Coronamodell ist auch die Simulation des gequenchten Zustands (Unterdrückung der Corona aufgrund sehr hoher Partikelraumladung) des ESP möglich.

Die Coroneinsatzfeldstärke bei negativer Corona wird modelltechnisch in der Regel mit Hilfe der Peek-Gleichung berechnet [29].

$$E_{Einsatz} = A_1 \cdot \delta + B_2 \cdot \sqrt{\frac{\delta}{r_D}} \quad (15)$$

mit: $A_1 = 3,2e6 \text{ V/m}$ und $A_2 = 9e4 \text{ V/m}^{0,5}$

und

$$\delta_r = \frac{p \cdot T_0}{p_0 \cdot T} \quad (16)$$

$$S_{IQ} = \frac{E_{Istwert}}{E_{Sollwert}} \quad (17)$$

mit: $E_{Istwert}$: Feldstärke an Drahtoberfläche
 $E_{Sollwert}$: Einsatzfeldstärke am Coronaradius

Während der iterativen Lösung des Gleichungssystems wird der Quellterm für die Ionenraumladungsdichte an der Sprühelektrode solange erhöht oder erniedrigt, bis S_{IQ} entlang des Sprühdrahts in jedem finiten Element den Wert 1 annimmt.

$$\rho_{ion,neu} = \rho_{ion,alt} \cdot S_{IQ} \quad (18)$$

mit: ρ : Ionenraumladungsdichte [C/m³]

Implementierung der Flüssigphase über VoF-Ansatz (M-EHDM in OpenFOAM)

Zusätzlich zu den Eigenschaften der EHDM-Bibliothek, wurde beim Aufbau des Multiphase-Electro-Hydrodynamics Modells (M-EHDM) in OpenFOAM eine Flüssigkeitsphase über den Volume of Fluid (VOF)-Ansatz implementiert [30].

Um dies zu erreichen, wurde die EHDM-Bibliothek weiterentwickelt, um sie für die beiden Phasen nutzbar zu machen, und dann mit dem Solver compressibleInterFoam in OpenFOAM gekoppelt, der für die Simulation von zwei kompressiblen, nicht-isothermen und nicht mischbaren Fluiden (z. B. einem Gas und einer Flüssigkeit) konzipiert ist.

Obwohl der Solver für kompressible Mehrphasenströmungen konzipiert ist, kann er für inkompressible Fluide angepasst werden, indem geeignete Parameter eingestellt werden, insbesondere durch die Auswahl einer geeigneten Equation of State, wie *rhoConst*, *incompressiblePerfectGas* oder *icoPolynomial*.

Dieser Solver verwendet die VOF-Methode (Volume of Fluid), um die Grenzfläche zwischen den Fluiden zu darzustellen und kann sowohl laminare als auch turbulente Strömungen lösen. Bei dieser Methode werden beide Fluide als ein einziges Kontinuum behandelt, so dass ein einziger Satz von Massen-, Impuls- und Energiegleichungen (Gl. 19-21) für das Gemisch gelöst wird, wobei ein skalares Feld den Volumenanteil jeder Phase darstellt:

$$\frac{\partial \rho}{\partial t} + \nabla \cdot (\rho \mathbf{U}) = 0 \quad (19)$$

$$\frac{\partial (\rho \mathbf{U})}{\partial t} + \nabla \cdot (\rho \mathbf{U} \mathbf{U}) = -\nabla p + \nabla \cdot \left[\mu \left(-\frac{2}{3} \nabla \cdot (\mathbf{U}) \mathbf{I} + \nabla \mathbf{U} + (\nabla \mathbf{U})^T \right) \right] + \rho \mathbf{g} + \sigma \kappa \nabla \alpha \quad (20)$$

$$\frac{\partial (\rho T)}{\partial t} + \nabla \cdot (\rho \mathbf{U} T) - \nabla \cdot (k \nabla T) + \left[\nabla \cdot (\mathbf{U} p) + \frac{\partial (\rho K)}{\partial t} + \nabla \cdot (\rho \mathbf{U} K) \right] \left(\frac{\alpha}{C_{v,l}} + \frac{1-\alpha}{C_{v,g}} \right) = 0 \quad (21)$$

Dabei steht $\mathbf{U}$ für das gemeinsame Geschwindigkeitsfeld beider Fluide im gesamten Strömungsgebiet, ρ für die Dichte, p für den Druck, μ für die effektive Viskosität (laminar und turbulent), $\mathbf{g}$ für die Schwerkraft, σ

für die konstante Oberflächenspannung, α für den Phasenanteil und κ für die mittlere Krümmung der freien Oberfläche, die sich aus dem Ausdruck $\kappa = -\nabla \cdot \left(\frac{\nabla \alpha}{|\nabla \alpha|} \right)$ berechnet.

In der Energiegleichung steht T für die Temperatur, k für die effektive thermische Diffusivität (laminar und turbulent) des Gemischs, K ist die kinetische Energie und C_v steht für die Wärmekapazität bei konstantem Volumen. Die Indizes l und g stehen für die flüssige bzw. gasförmige Phase.

Da beide nicht mischbaren Flüssigkeiten im gesamten Bereich als eine effektive Flüssigkeit betrachtet werden, werden die gemeinsamen Geschwindigkeiten und physikalischen Eigenschaften als gewichtete Mittelwerte auf der Grundlage des Phasenanteils wie folgt berechnet:

$$\mathbf{U} = \alpha \mathbf{U}_l + (1 - \alpha) \mathbf{U}_g \quad (22)$$

$$\rho = \rho_l \alpha + \rho_g (1 - \alpha) \quad (23)$$

$$\mu = \mu_l \alpha + \mu_g (1 - \alpha) \quad (24)$$

$$K = K_l \alpha + K_g (1 - \alpha) \quad (25)$$

$$k = k_l \alpha + k_g (1 - \alpha) \quad (26)$$

Der Phasenanteil, α , unterscheidet zwischen den beiden Phasen. Er beschreibt das von einer bestimmten Phase eingenommene Zellvolumen und gibt die räumliche Verteilung zweier Phasen an. Der Phasenanteil kann Werte im Bereich von $0 \leq \alpha \leq 1$ annehmen, wobei die Werte Null und Eins Regionen entsprechen, die nur eine Phase beherbergen, z. B. $\alpha = 0$ für Gas und $\alpha = 1$ für Flüssigkeit. Dieser Phasenanteil α selbst wird mit einer Transportgleichung gelöst:

$$\frac{\partial \alpha}{\partial t} + \nabla \cdot (\mathbf{U} \alpha) + \nabla \cdot [\mathbf{U}_r \alpha (1 - \alpha)] = \alpha (1 - \alpha) \left(\frac{\psi_l}{\rho_l} - \frac{\psi_g}{\rho_g} \right) \frac{Dp}{Dt} \quad (27)$$

Dabei ist $\mathbf{U}_r = \mathbf{U}_l - \mathbf{U}_g$ der Vektor der relativen Geschwindigkeit, auch bekannt als "Kompressionsgeschwindigkeit". ψ steht für die Kompressibilität der Flüssigkeit. Für inkompressible Flüssigkeiten ist die rechte Seite von Gleichung (27) gleich Null.

Der Kompressionsterm erscheint als ein künstlicher Beitrag zur Konvektion des Phasenanteils. Er ist nur innerhalb der Grenzflächenregion aktiv und verschwindet an beiden Grenzen des Phasenanteils. Die Phasenbruchgleichung wird gleichzeitig mit der Kontinuitäts- und Impulsgleichung gelöst.

Die Gradienten des Phasenanteils in der Impulsgleichung treten nur im Bereich der Grenzfläche auf. Der vorletzte Term in der Impulsgleichung stellt die zusätzliche Druckgradientenkraft an der Flüssigkeits-Gas-Grenzfläche dar, die aufgrund der Oberflächenspannung entsteht und pro Volumeneinheit mit Hilfe des "continuum surface force" (CSF) [31] Modells bewertet wird.

Neben der Geschwindigkeits-, Druck-, Temperatur-, Dichte- und Viskositätsverteilung der Kontinuumsbereiche benötigen der Partikelladungsmechanismus und der Partikeltransport im EHDM-Modell

auch die Verteilung des elektrischen Feldes der Kontinuumsbereiche entsprechend dem Phasenanteil aufgrund der unterschiedlichen Dielektrizitätskonstanten der beiden Phasen. Daher werden das elektrische Potenzial und das elektrische Feld durch die Implementierung der Poisson-Gleichung im Eulerschen Bezugsrahmen innerhalb der EHDM-Bibliothek gelöst:

$$\nabla^2 V = -\frac{\rho_{el}}{\varepsilon} \quad \& \quad \mathbf{E} = -\nabla V \quad (28)$$

Dabei ist ρ_{el} die Raumladungsdichte, V und $\mathbf{E}$ sind die elektrische Spannung bzw. das elektrische Feld und ε die Dielektrizitätskonstante des Mediums, die auch als gewichtete Mittelwerte auf der Grundlage des Phasenanteils berechnet wird $\varepsilon = \alpha \varepsilon_l + (1 - \alpha) \varepsilon_g$.

Test-Setup und Parametrierung des M-EHDM

Da die Untersuchung des Fallfilms im Labormaßstab experimentell nicht durchgeführt wurde, wurde das M-EHDM anhand eines 50 cm langen ESPs getestet und parametrisiert. Abbildung 15 zeigt die Test-Domäne.

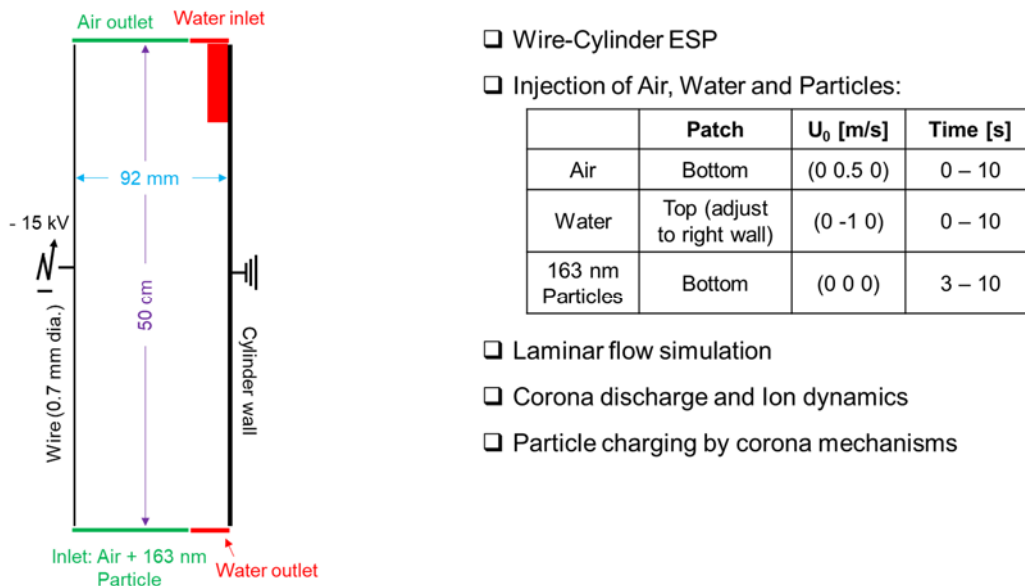


Abbildung 15: Domäne für den Test und die Parametrisierung des M-EHDM.

Auf der linken Seite von Abbildung 16 ist der Phasenanteil α dargestellt. Der Fallfilm ist dort an der rechten Wand am Phasenanteil $\alpha = 1$ zu erkennen. Rechts daneben ist die Strömungsgeschwindigkeit dargestellt. Hier ist der Fallfilm anhand der negativen Strömungsgeschwindigkeit zu erkennen, während das Gas positive Strömungsgeschwindigkeiten aufweist. Auf der rechten Seite von Abbildung 16 ist die Partikelladung dargestellt. Das Modell ist aktuell so programmiert, dass die Partikel die Ladung bei Berührung mit dem Fallfilm instantan abgeben. Dies lässt sich im Konturplot der Partikelladung gut erkennen.

Abbildung 16 zeigt die wesentlichen Einflussparameter des M-EHDM und Abbildung 17 den Zoom auf die Partikelkonzentration (zweite Kontur von rechts) für zwei unterschiedliche Zeitschritte. Bei Vergleich der beiden Zeitschritte lässt sich deutlich erkennen, dass die Partikel auf dem Fallfilm abgeschieden und mit dem Film nach unten transportiert werden. Dabei findet eine Kumulation der Partikel auf dem Fallfilm statt, so dass die Partikelkonzentration mit der Zeit zunimmt. Darüber hinaus zeigt sich, dass die Partikel die Phasengrenzfläche nicht durchdringen. Sie schwimmen auf der Wasseroberfläche.

Die angestrebte Modellentwicklung wurde damit erfolgreich im Arbeitspaket umgesetzt und das Modell erfüllt die funktionalen Vorgaben. Das Ergebnis bestätigt die im Vorhaben Odin gewonnenen Erkenntnisse bezüglich des Phasentransfers der Partikel. Die Arbeiten konnten nur durch einen personellen Mehraufwand als ursprünglich geplant in der vorliegenden Form erarbeitet werden.

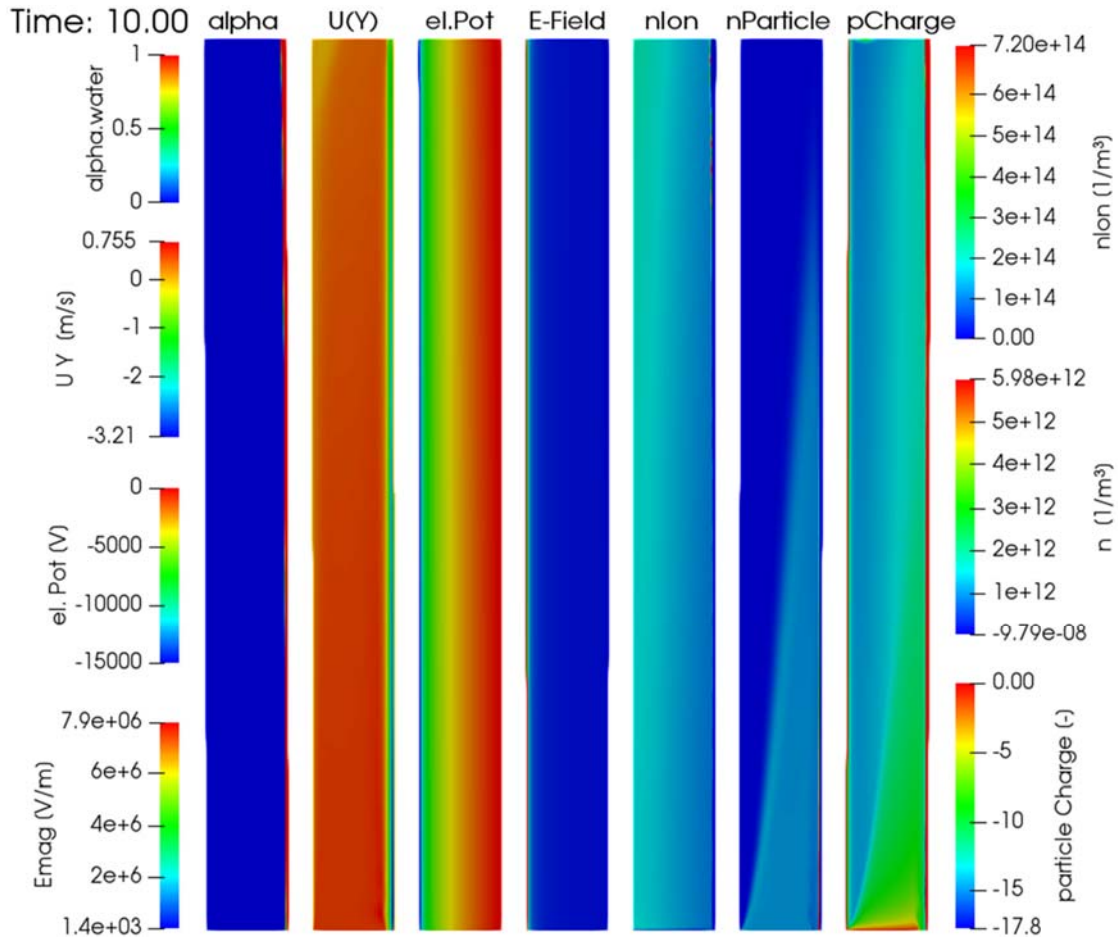


Abbildung 16: Einflussparameter des M-EHDM.

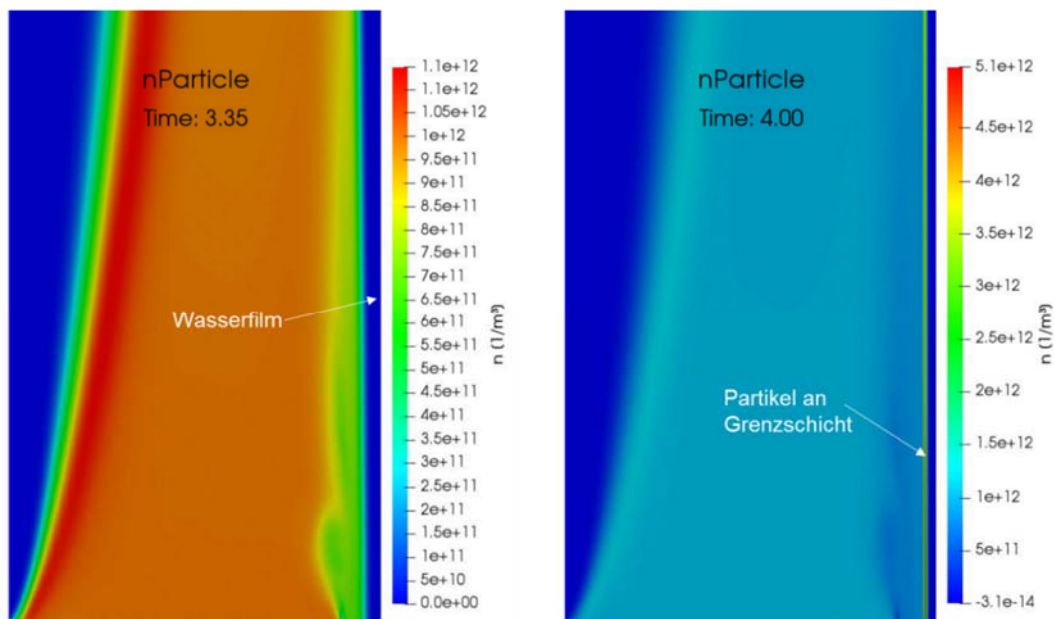


Abbildung 17: Zoom der Partikelkonzentration für zwei Zeitschritte.

1.5 Arbeitspaket 5: Hochskalierung der experimentellen Partikelabscheidung in den Technikumsmaßstab

Bevor inhaltlich mit dem Bericht des AP 5 begonnen werden kann, muss zum Verständnis der durchgeführten Arbeiten der Aufbau des Elektro-Nassabscheiders erläutert werden.

Aufbau des Abscheiders

Der Abscheider wurde geplant und umgesetzt von der Firma ELSTATEC. Das Gehäuse besteht aus rostfreiem austenitischen Stahl des Typs 1.4301 und die Dichtung zwischen den einzelnen Elementen sind aus Silikon und EPDM. Der Aufbau des Abscheiders ist in vier grundlegende Komponenten unterteilbar (siehe Abbildung 18): Kopfteil, Netzteil, Abscheiderrohr und Fußteil.

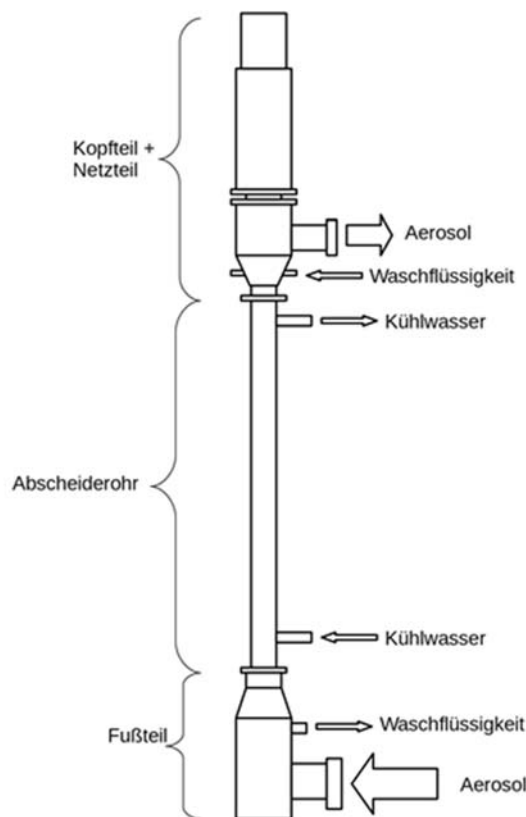


Abbildung 18: Schematischer Aufbau des Nass-Elektroabscheiders in der ursprünglichen Konfiguration.

Das partikelbeladene Aerosol wird in einem Einlass am Fußteil in den Abscheider geleitet, durchströmt das Abscheiderrohr, wo die Elektrophorese stattfindet und verlässt den Abscheider gereinigt durch einen Auslass im Kopfteil. Als Anode dient eine Drahtelektrode, die im Kopf- und Fußteil angeschlossen ist und durch das Abscheiderrohr reicht. Im Kopfteil erfolgt die Verbindung der Elektrode über das Netzteil des Typs Mercury HV (Genvolt), das die Elektrode mit der nötigen Spannung versorgt. Die Verbindung im Fußteil erfolgt über eine Halterung, die über einen Quarzglas-Isolator am Gehäuse befestigt ist. Das geerdete Abscheiderrohr dient als Kathode.

Im Kopfteil befinden sich zwei Einlassdüsen für die Waschflüssigkeit. Diese sind so ausgerichtet, dass sie die Flüssigkeit horizontal an der Wand einer trichterförmigen Verengung beschleunigen (siehe Abbildung 19). Durch die zwei Einlassdüsen und das Reduzierstück kann sich auf der Strecke zum Mantelrohr ein Fallfilm stabilisieren.

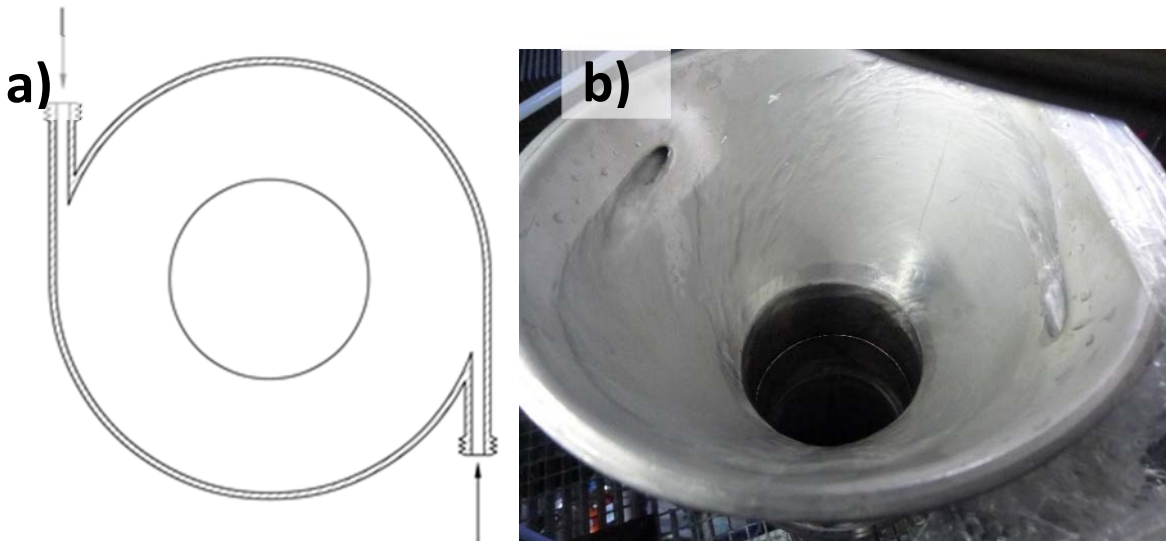


Abbildung 19: Reduziertrichter mit Einlassdüsen am Kopfteil: a) schematisch, b) Aufnahme der Einlassdüsen und des Reduzierstücks.

In diesem Fallfilm werden die Partikel aus der Gasphase abgeschieden. Die Abscheidestrecke ist 2 m lang und hat einen Durchmesser von 100 mm. Um Verdunstung der Waschflüssigkeit zu reduzieren, ist das Rohr außerdem mit einem Außenmantel ausgestattet, durch das Kühlwasser geleitet werden kann (siehe Abbildung 20).

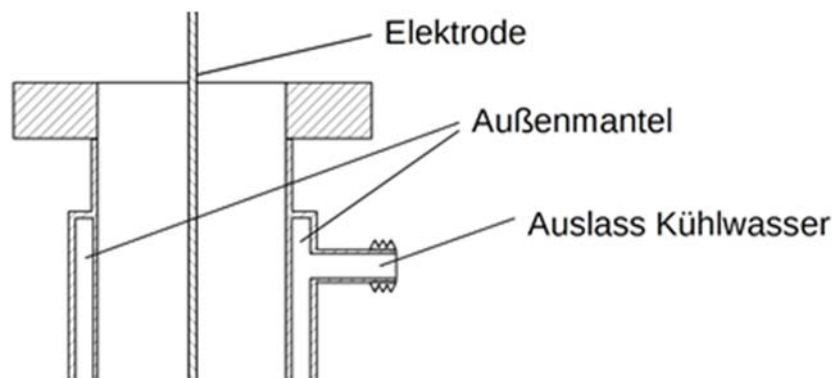


Abbildung 20: Oberes Abscheiderohr mit Elektrode und Wasserkühlung.

Abbildung 21 zeigt den Auffangsumpf im Fußteil, in dem sich die Waschflüssigkeit nach dem Durchlauf durch den Abscheider sammelt. Die Waschflüssigkeit verlässt den Abscheider durch einen Rohrstutzen und wird zum erneuten Durchlauf durch den Abscheider zur Pumpe geleitet bzw. kann zur Analyse entnommen werden. Die Aufhängung des kompletten Abscheiders erfolgt durch jeweils vier Laschen am Mantelrohr und Kopfteil.

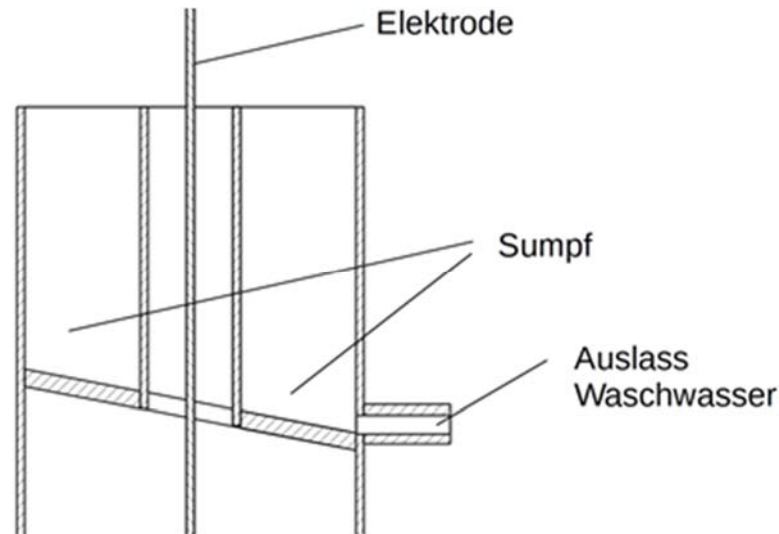


Abbildung 21: Auffangsumpf für Waschwasser im Fußteil.

Durchgeführte Arbeiten

Neben der ursprünglich geplanten Kopplung des Sprayflammenreaktor und des Elektro-Nassabscheider, wie sie in Abbildung 22 zu sehen ist, sah der Arbeitsplan (AP 5) vor, den Elektro-Nassabscheider für die optische Charakterisierung zugänglich zu machen. Dazu war anfänglich vorgesehen, das bestehende Abscheiderrohr aus Edelstahl mit Quarzglasfenstern zu erweitern. Erwähnenswert hierbei ist, dass es sich um ein doppelwandiges Rohr mit Wasserkühlung handelt. Wie sich im Projektverlauf herausstellte, führt diese Wasserkühlung allerdings zu Problemen bei der optischen Charakterisierung.

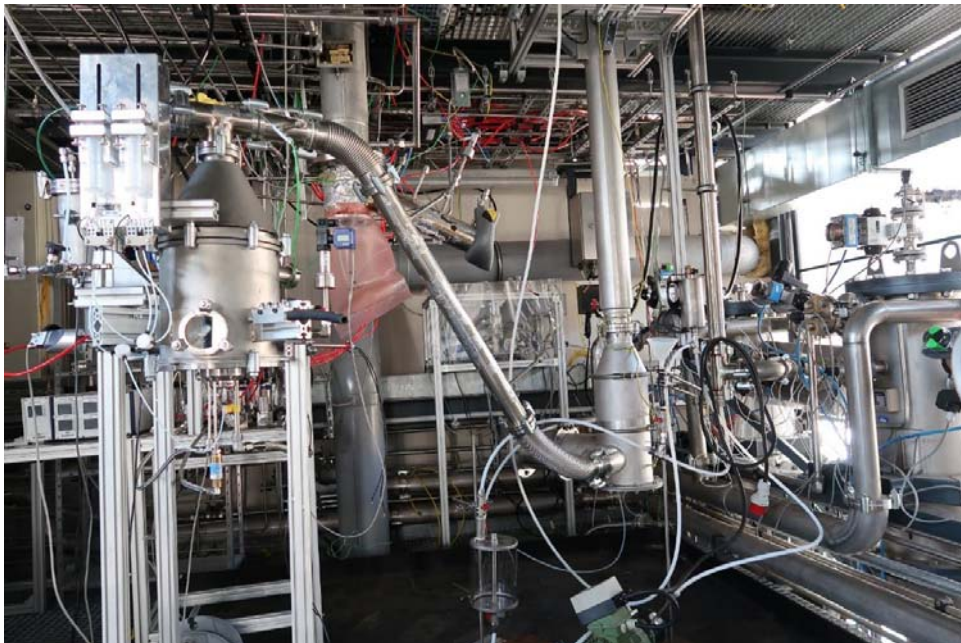


Abbildung 22: Ursprüngliche Kopplung zwischen Sprayflammenreaktor (links) und Elektro-Nassabscheider (rechts) am IUTA.

Der Verlauf des anregenden Laserschnittes und der detektierten Strahlung mittels LIF/PIV-Kamera ist in Abbildung 23 gezeigt. Einerseits ist es fertigungstechnisch sehr aufwendig diesen optischen Zugang herzustellen, ohne dabei die Wasserkühlung oder insbesondere den Flüssigkeitsfallfilm in Elektro-

Nassabscheider zu beeinträchtigen. Viel entscheidender ist allerdings andererseits, dass bei diesem Strahlengang die Grenzfläche Quarzglas-Wasser sechsmal durchquert wird. Das wiederholte Durchqueren dieser Grenzfläche führt allerdings zur Totalreflexion, wodurch eine optische Charakterisierung des Fallfilms mit diesem Setup nicht möglich ist.

Gelöst wurde dieses Problem, indem das Edelstahl-Fallrohr des Nassabscheiders durch ein optisch transparentes Quarzglasrohr ersetzt wurde. Diese offensichtliche prozesstechnische Änderung hatte jedoch weitreichende Auswirkungen auf den Betrieb des Elektroabscheiders. Im ursprünglichen Aufbau diente das Edelstahlgehäuse als Kathode. Nun wurde der Flüssigkeitsfallfilm selbst zur geerdeten Niederschlagselektrode. Außerdem war ein Betrieb der Wasserkühlung nicht mehr möglich, wodurch sich das heiße Abgas der Synthese auf den Abscheideprozess ausgewirkt hätte. Die bei Antragstellung geplante Beschaffung eines neuen Nasselektrofilters wurde somit nicht umgesetzt und die frei werdenden Mittel für den eigenständigen Versuchsaufbau und die Inbetriebnahme eingesetzt.

Aufgrund der Änderung der Konstruktion (Glasrohr statt neuer Nasselektroabscheider) musste zur Durchführung der Lasermessungen ein geeigneter Standort gefunden werden. Dieser stand aufgrund der baulichen Voraussetzungen am IUTA nicht zur Verfügung, da Laserschutz in Verbindung mit Messungen an nicht eingehausten Glasrohren, nicht umsetzbar war. FE2 betreibt Laserlabore, so dass es zur Durchführung der geplanten Lasermessungen notwendig war den selbst konstruierten Abscheider an FE2 zu betreiben. Die an der Universität Duisburg-Essen (FE2) vorhandene Laser-Messtechnik, der notwendige Umbau des Elektro-Nassabscheiders und die damit verbundene fehlende Kühlung des Abscheiders verhinderte die direkte Kopplung von Synthese und Abscheidung aus Temperaturgründen. . Damit einhergehend ist leider auch eine Entkopplung des Syntheseprozesses von der experimentellen on-line Untersuchung der Partikelabscheidung. Als Alternative zur Partikelsynthese kam daher ein Aerosolgenerator (siehe AP 6) zum Einsatz.

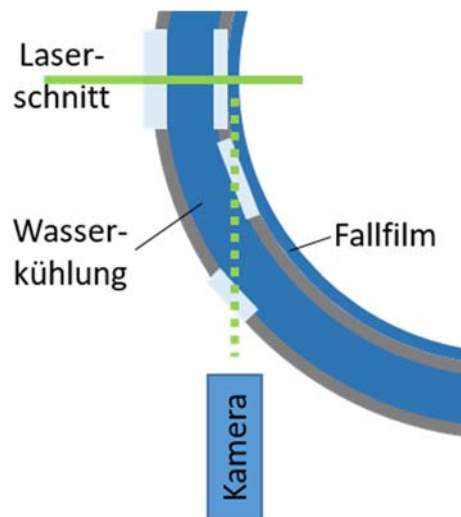


Abbildung 23: Strahlengang der optischen Messtechnik durch Wasserkühlung und Flüssigkeitsfallfilm.

Für den Übergang zwischen dem Einlauftrichter des Elektro-Nassabscheiders (Abbildung 19) und dem Quarzrohr wurde daher zunächst ein Adapter konstruiert (Abbildung 24 a)). Dieser Adapter musste eine wasserdichte, stabilisierende Verbindung zwischen der bestehenden DIN 11864-2 Flanschverbindung (Bund- und Nutflansch) und dem Quarzglasrohr bilden und gewährleisten, dass der Fallfilm nicht von der Innenwand abreißt. Der Einlauftrichter verjüngt sich am Auslass auf einen Innendurchmesser von 100 mm. Da der

Innendurchmesser des verwendeten Quarzglasrohrs aber nur 92 mm beträgt, musste bei der Konstruktion des Adapters ein möglichst fließender Übergang realisiert werden, denn eine Kante würde das Strömungsverhalten des Fallfilms stören und könnte auch zu einem Ablösen von der Quarzrohrwand bzw. gar nicht erst zu einer Strömung an der Wand führen.

Abbildung 24 b) zeigt einen Querschnitt durch den Adapter. Durch die in den Einlauftrichter hineinragenden Konus wurde ein sanfter Übergang auf den kleineren Quarzrohrinnendurchmesser geschaffen. Zudem führt die kombinierte Anordnung der O-Ringe als Stangen- und Flanschdichtung beim Verschrauben der DIN 11864-2-Flansche zur Abdichtung und Halterung des Quarzglasrohrs.

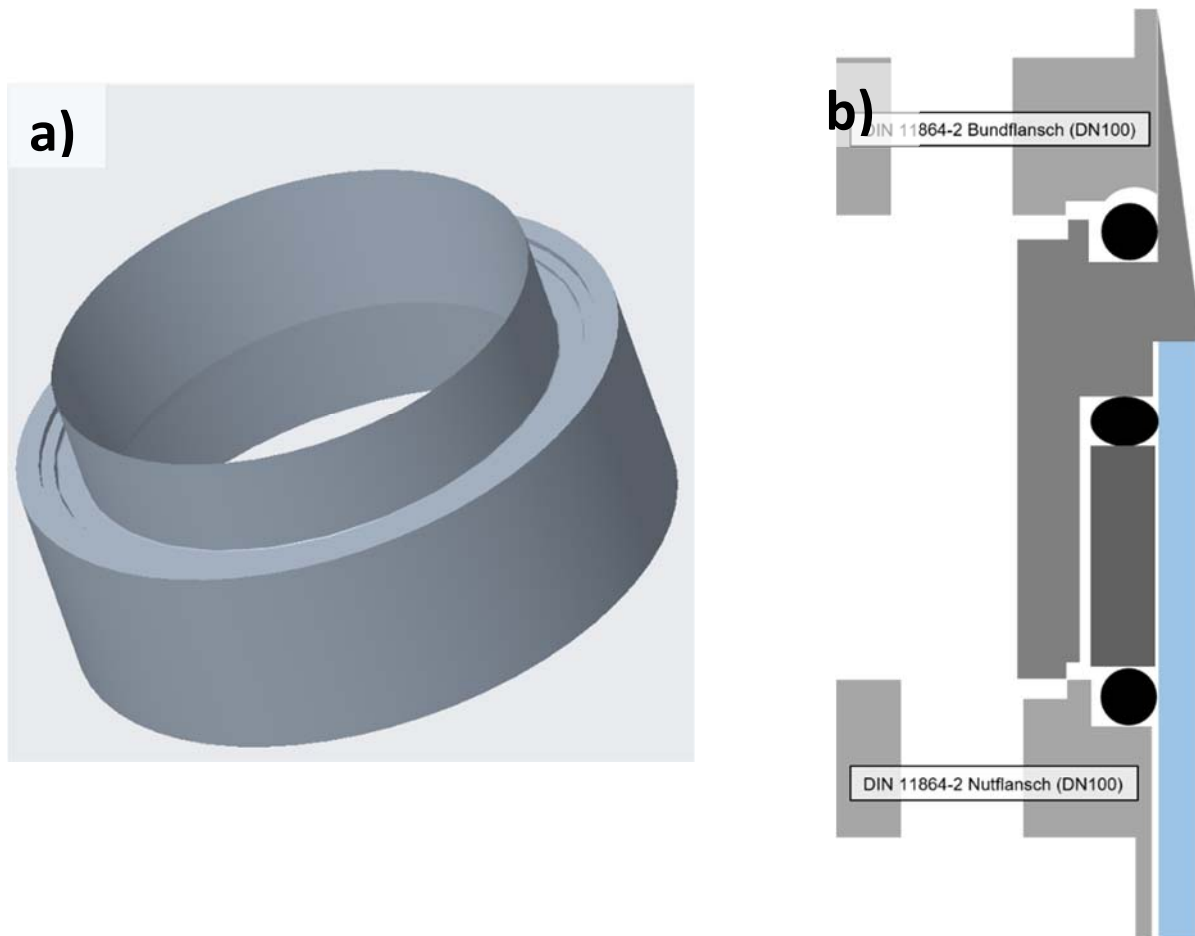


Abbildung 24: a) Konstruierter Adapter für den Übergang von Einlauftrichter auf das Quarzrohr, b) Querschnitt durch den Adapter.

Ein nahezu baugleicher Adapter wurde auch am unteren Ende des Quarzglasrohres verbaut, um hier erneut einen dichten Übergang auf den ursprünglichen Innendurchmesser zu schaffen. Zudem ist hier auch wieder ein kantenloser Übergang wichtig, denn Spritzwasser würde sich zwangsläufig in Richtung Zentrum bewegen. Im Zentrum befindet sich die Gegenelektrode zum Fallfilm, so dass Spritzwasser den Elektrodenabstand temporär verkürzen und dadurch elektrische Überschläge initiieren würde. Diese Überschläge führen zum zeitweiligen Zusammenbruch des elektrischen Feldes und damit zu Effizienzeinbußen. Durch die Verwendung des unteren Adapters konnte das Wasser des Fallfilm jedoch erfolgreich im Flüssigkeitssumpf des Elektro-Nassabscheiders aufgefangen werden, ohne dabei das elektrische Feld zu beeinflussen.

Abbildung 25 a) zeigt den Aufbau des Elektro-Nassabscheiders mit integriertem Quarzglasrohr, das hier noch eine Länge von 1 m hat und aus dem Laboraufbau aus AP 3 übernommen wurde. Für die Charakterisierung in AP 6 wurde die Länge auf 1,5 m erweitert, da mit der Länge die Abscheideeffizienz steigt, was insbesondere für größere Partikel wichtig ist. Die Länge von 1,5 m ist die maximal mögliche Länge, da der Gesamtaufbau durch die Labordecke begrenzt war.

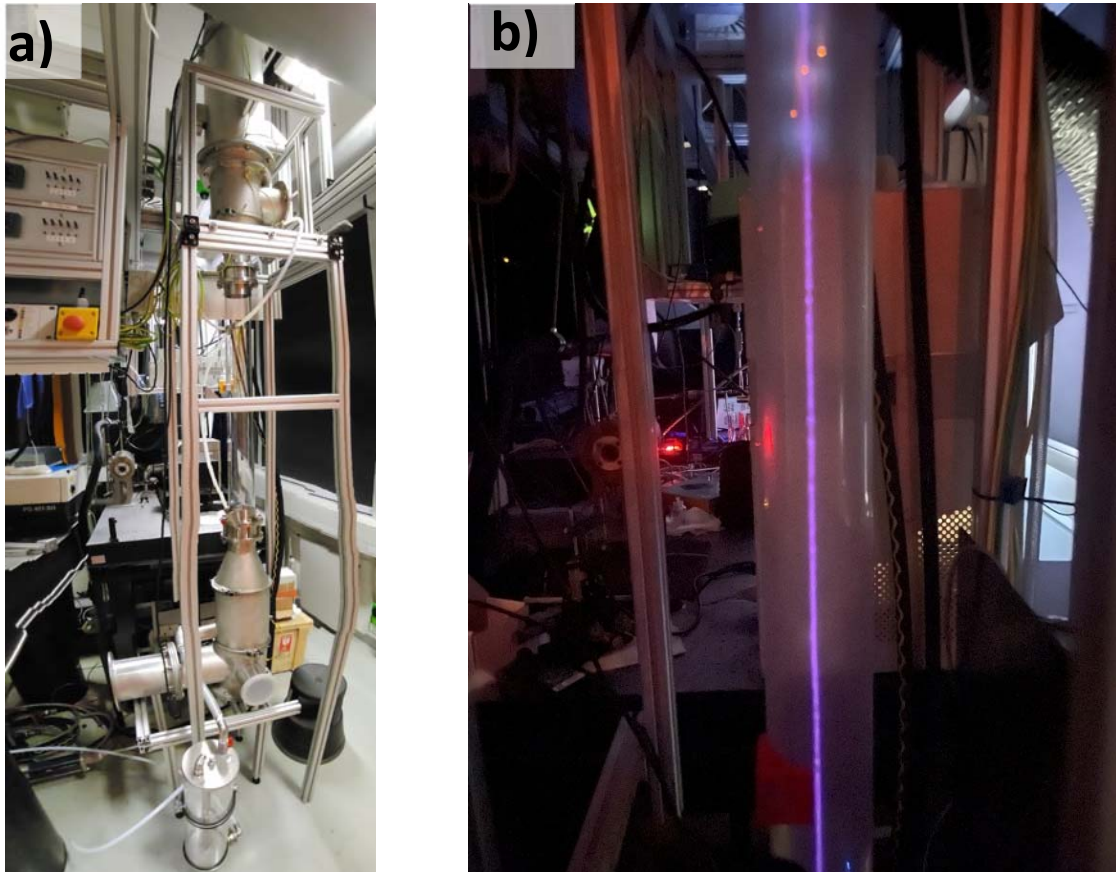


Abbildung 25: a) Aufbau des optisch zugänglichen Elektro-Nassabscheiders bei FE2. Hier noch mit einem Quarzglasrohr von 1 m Länge; b) Blick auf Drahtelektrode im Inneren des Elektro-Nassabscheiders (im Betrieb).

Der erfolgte Umbau mit dem transparenten Quarzglas machte es möglich, das Innere des Elektro-Nassabscheiders während des Betriebs zu beobachten. Abbildung 25 b) zeigt den Nassabscheider im laufenden Betrieb (bei eingeschalteter Spannung). Der Einblick in den Abscheider offenbart, dass sich durch Coronaaufladung auf der ganzen Länge um die Drahtelektrode ($\varnothing = 0,7 \text{ mm}$) eine lila-leuchtende Plasmazone ausbildet.

Nach der ersten Inbetriebnahme zeigte sich, dass das Konzept – Fallfilm als Niederschlagselektrode – tadellos funktioniert und die Betriebspunkte bei Verwendung des Edelstahlrohrs als Niederschlagselektrode bestätigt werden konnten. Somit ist das Kernziel des Arbeitspakets 5 trotz fehlender Kopplung von Reaktor und Nassabscheider erreicht worden. Durch die Verwendung des Quarzrohres ist es nun erstmalig ein optischer Zugang in einen Elektro-Nassabscheider dokumentiert. Es existieren zwar schon Studien zu Elektro-Nassabscheidern, bei denen an Ein- und Ausgängen Messungen durchgeführt wurden [32-35], jedoch konnte bisher keine Veröffentlichungen mit optischen Messungen im Inneren von Elektro-Nassabscheidern identifiziert werden. Daher ist hier ausdrücklich der Neuheitscharakter der im Projekt durchgeführten, optischen Messungen im Inneren eines Elektro-Nassabscheiders hervorzuheben.

1.6 Arbeitspaket 6: Experimentelle Charakterisierung der elektrophoretischen Partikelabscheidung im Technikumsmaßstab

Arbeitspaket 6 verfolgte das Ziel, die experimentelle Abscheidung von nanoskaligen TiO_2 -Partikeln im Elektro-Nassabscheider zu untersuchen. Die Abscheidung dieser Partikel sollten direkt nach ihrer Herstellung im Sprayflammenreaktor abgeschieden werden. Wie bereits in AP 5 erwähnt, war dieser Weg jedoch nicht möglich, Synthese und Abscheidung mussten entkoppelt werden. Für die Untersuchung der Abscheidung wurden die TiO_2 -Partikel daher über einen Aerosolgenerator in den Reaktor transportiert.

Voruntersuchungen

Vor den Experimenten zur elektrophoretischen Partikelabscheidung wurde die Trägerflüssigkeit und deren Bereitstellung untersucht. Entgegen der bisherigen Praxis, demineralisiertes Wasser für die Abscheidung zu nutzen, wurde in AP 6 Wasser aus dem Brauchwasseranschluss des Labors bei FE2 als Trägerflüssigkeit verwendet. Die Tatsache, dass der Fallfilm als Niederschlagselektrode dient, macht eine ausreichende Leitfähigkeit notwendig. Im Vorfeld der Versuche wurde daher aus diesem Anschluss eine Wasserprobe entnommen und analysiert:

- pH-Werts (bei 22 °C): 7,68
- Leitfähigkeitsmessung (bei 22,7 °C): 495 $\mu\text{S}/\text{cm}$
- Kationenkonzentration mittels optischer Emissionsspektrometrie mit induktiv-gekoppeltem Plasma (ICP-OES):
 - o Ca: 72 mg/l
 - o Fe: < 0,051 mg/l
 - o K: 4,9 mg/l
 - o Mg: 4,6 mg/l
 - o Na: 13 mg/l

Die Konzentrationswerte der Kationen und auch der Leitfähigkeit liegen insgesamt leicht unterhalb der Werte der letzten chemischen-physikalischen Wasseranalyse von den Stadtwerken Duisburg aus dem 3. Quartal 2024 [36]. Jedoch bewegen sich die Messwerte noch innerhalb des für Leitungswasser üblichen Bereichs. Damit ist die Leitfähigkeit des Fallfilms für den Betrieb des Elektro-Nassabscheiders ausreichend groß.

Tabelle 5: Stellwert-Förderraten-Kombinationen der Exzentrerschneckenpumpe.

Stellwert [%]	Förderrate [l/min]
0	2,5
13	3
27	6
100	9

Zur Stabilisierung der sich bildenden Dispersion aus Trägerflüssigkeit und TiO_2 -Partikeln und um Agglomeration der Partikel zu unterbinden wurde dem Wasser ein Dispergiermittel hinzugefügt. Aus dem vorangegangenen Vorhaben „ODIN“ ist bekannt, dass sich die Dispersion durch die Zugabe von 1 g/l Tetranatriumdiphosphat (TSPP) zum Wasser erfolgreich stabilisieren lässt. TSPP bewirkt eine elektrostatische Stabilisierung der Dispersion, indem es zu einer positiven Aufladung der Partikeloberflächen und damit zu einer Abstoßung der Partikel untereinander führt.

Für die Förderung der Trägerflüssigkeit/Dispersion wurde eine Exzenter-schneckenpumpe der Firma Seepex (Modell: BN 1-6L) verwendet. Diese Pumpenbauart ist für die geringe Pulsation bekannt. Durch seine Funktion als Niederschlagselektrode ist das konstant Vorhandensein des Fallfilm wichtig für den Betrieb des Abscheiders. Eine geringe (idealerweise nicht vorhandene) Pulsation gewährleistet einen kontinuierlichen Fluss und verhindert damit ein Abreißen des Fallfilms. Die Förderrate der Pumpe lässt sich durch einen integrierten Frequenzumrichter regulieren. Im Vorfeld der Versuche wurde ermittelt, welche Einstellungen des Frequenzumrichters für die geplanten Förderraten nötig sind. Die Ergebnisse sind in Tabelle 5 aufgeführt. Die Förderrate kann zwischen 2,5 und 9 L/min stufenlos eingestellt werden. Die Versuche haben aber gezeigt, dass für einen kontinuierlichen Fallfilm eine Mindestförderrate von 3 l/min notwendig sind. Daher wurden für die Experimente in AP 6 mit mindestens 3 l/min durchgeführt.

Experimenteller Aufbau

Abbildung 26 zeigt schematisch den Versuchsaufbau zur experimentellen Untersuchung der elektrophoretischen Partikelabscheidung, der reale Aufbau ist in Abbildung 27 zu sehen. Das zentrale Element ist natürlich der Nass-Elektroabscheider samt Peripherie (Pumpe, Auffangbehälter und Spannungsquelle).

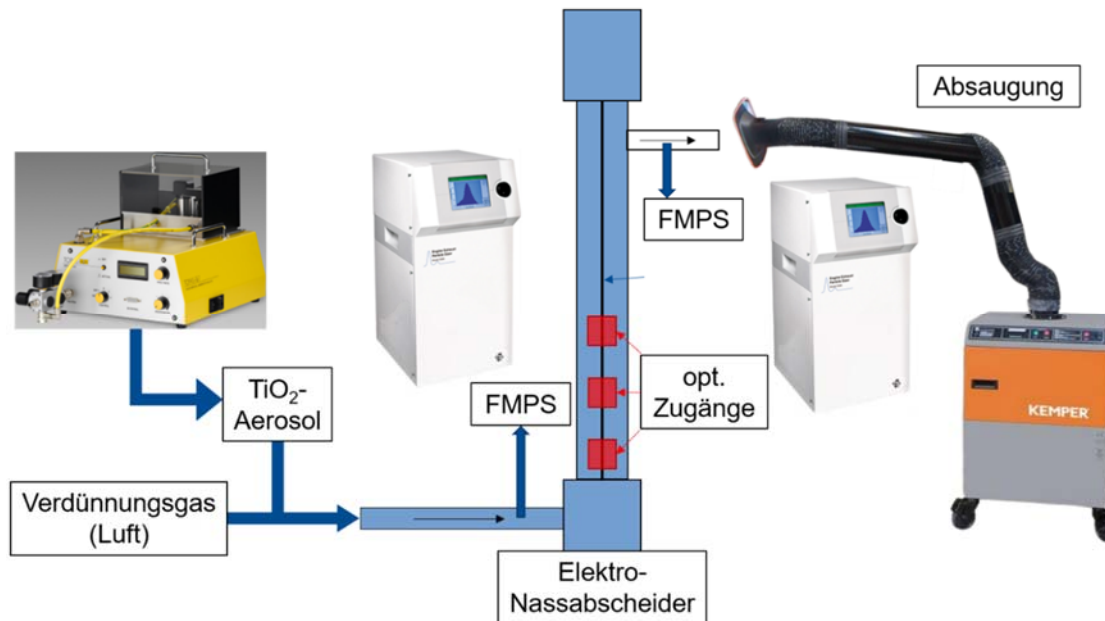


Abbildung 26: Experimenteller Aufbau (schematisch) zur Untersuchung der elektrophoretischen Partikelabscheidung.

Eingangsseitig (Abbildung 26, links) werden die TiO_2 -Partikel (aus AP 1) mit dem Aerosolgenerator SAG 410 von der Firma TOPAS in den Abscheider eingedüst. Dazu werden die Partikel über ein Dosierband zu einer Zweistoffdüse transportiert, dort absaugt und mit einem Trägergas (Stickstoff) dispergiert. Die Partikelbeladung des Aerosols ist über die Bandgeschwindigkeit einstellbar. Die aus dem Volumenstrom des Aerosolgenerators resultierende Gasgeschwindigkeit ist allerdings deutlich geringer als die Gasgeschwindigkeit des Syntheseprozesses. Um möglichst synthese-nahe Betriebsbedingungen zu schaffen, wurde das partikelbeladene Aerosol daher mit Luft verdünnt. Die Luft würde über einen Massenflussregler (max. 250 slm) dosiert. Da der Volumenstrom durch den Aerosolgenerator sich nur begrenzt über den Eingangsdruck regulieren lässt, wurde drei verschiedene Gasgeschwindigkeiten durch die Variation der Verdünnungs-Gasströmung realisiert. In Tabelle 6 sind die verwendeten Volumenflüsse und die daraus resultierenden Gasgeschwindigkeiten zusammengefasst.

Da in diesem Arbeitspaket auch nicht ideale Prozessbedingungen untersucht wurden, bei denen Partikel den Auslass des Abscheiders erreichen, wurde ausgangsseitig (Abbildung 26, recht) ein Filtersystem (Profimaster von der Firma Kemper) installiert. Der Profimaster kann bis zu 1100 m³ Gas pro Stunde über einen Vorfilter und eine zertifizierte Filterkassette reinigen und gewährleistete damit die Arbeitssicherheit während der experimentellen Untersuchungen.



Abbildung 27: Experimenteller Aufbau zur Untersuchung der Partikelabscheidung bei FE 2.

Tabelle 6: Volumenströme und daraus resultierende Gasgeschwindigkeiten.

Aerosol [slm]	Verdünnung [slm]	Gasgeschwindigkeit [m/s]
30	365	0,5
30	530	0,7
30	684	0,9

Zur Validierung der numerischen Charakterisierung in AP 7 wurden in AP 6 verschiedene Kenngrößen experimentell identifiziert. Ein wesentlicher Parameter ist hier die Abscheideeffizienz, die bei unterschiedlichen Prozessbedingungen bestimmt wurde. Dazu wurde die Anzahlkonzentration des partikelbeladenen Aerosols zeitgleich an Einlass und Auslass des Nass-Elektroabscheiders mit zwei FMPS-Systemen (Firma: TSI, Model: 3091) gemessen. FMPS steht für „Fast Mobility Particle Sizer“. Diese Messsysteme klassifizieren die Partikel parallel anhand ihrer elektrischen Mobilität in 32 Größenklassen zwischen 6 nm und 523 nm ein. Daraus resultieren Partikelgrößenverteilungen und Anzahlkonzentrationen mit einer hohen Zeitauflösung (~ 1 Hz).

Zwei weitere experimentell bestimmte Größen für die Numerik sind die Temperatur und die relative Feuchtigkeit an Ein- und Auslass. Diese werden benötigt, um die Ionenmobilität im Modell korrekt einzustellen. Da hier eine geringe Auflösung ausreichend gewesen ist, kamen dazu zwei Thermo-/Hygrometer aus dem Haushaltsbedarf zum Einsatz.

Die Ionenbeweglichkeit ist ein wichtiger Eingangsparameter bei der numerischen Charakterisierung. Experimentell kann dieser Parameter durch die Aufnahme von Strom-Spannungs-Kennlinien hergeleitet werden. Vor jeder neuen Messreihe wurde diese Kennlinie daher ermittelt, indem die Spannung langsam durchgeföhren und der sich dabei ergebene Entladungsstrom gemessen wurde.

Aufnahme der Strom-Spannungs-Kennlinien

Die Ergebnisse dieser Messung sind in den Strom-Spannungs-Kennlinien in Abbildung 29 und Abbildung 29 gezeigt. Wie bereits oben erwähnt, wurde der Fallfilm mit unterschiedlichen Förderraten betrieben (vgl. Tabelle 5).

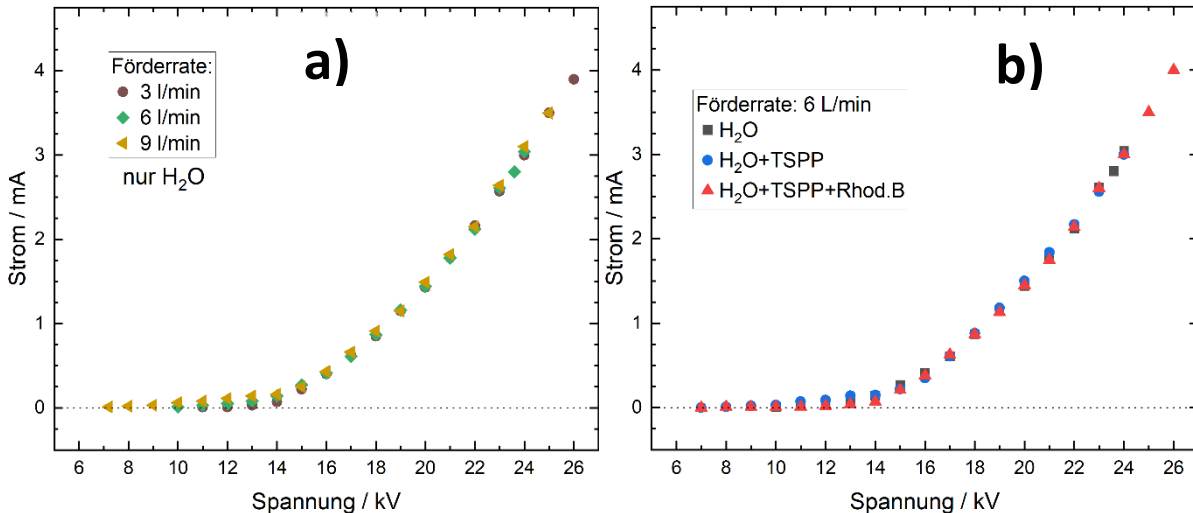


Abbildung 28: Einfluss des Fallfilms auf die Strom-Spannungs-Kennlinie:
a) Einfluss der Förderrate, b) Einfluss der Additive.

Abbildung 29 a) zeigt die Strom-Spannungs-Kennlinien für unterschiedliche Förderraten des Fallfilms, der hier nur mit dem oben beschriebenen Wasser betrieben wurde. Insgesamt ist nur ein sehr geringer Einfluss der Förderrate auf die Strom-Spannungs-Kennlinie zu beobachten. Im Bereich niedriger Spannungen (bis ca. 14 kV) führt eine höhere Förderrate zum früheren Einsetzen bzw. zur früheren Detektion eines Stromes. Die Ursache für diesen Effekt ist auf die vermeintlich größere Schichtdicke des Fallfilms und den damit abnehmenden Abstand zur zentralen Drahtelektrode zurückzuführen. Ab 15 kV verlaufen die Kennlinien allerdings wieder deckungsgleich und es ist kein Einfluss der Förderrate mehr ersichtlich. Des Weiteren wurde untersucht, wie sich die Additive TSPP und Rhodamin B auf das Strom-Spannungs-Verhalten auswirken. Die Ergebnisse dieser Untersuchung sind in Abbildung 29 b) zusehen. Bei allen drei Messungen betrug die Förderrate des Fallfilms 6 L/min. Durch die Zugabe von TSPP (1 g/L) ist ein frühes Einsetzen des Stroms zu beobachten, der Strom liegt im Spannungsbereich 11-14 kV über dem von reinem Wasser. Bei höheren Spannungen ist dieser Effekt wiederum nicht mehr erkennbar. Ebenso verlaufen die Kennlinien von reinem Wasser und Wasser mit TSPP (1 g/l) und Rhodamin B (0,4 g auf 6 l) identisch. Daher kann davon ausgegangen werden, dass die verwendeten Additive in den genutzten Konzentrationen keinen oder nur einen sehr geringen Effekt auf die Strom-Spannungs-Kennlinien und damit die Ionenbeweglichkeit haben.

Im Gegensatz dazu zeigt Abbildung 29 einen größeren Einfluss der Gasströmung auf die Strom-Spannungs-Kennlinien. Der Vergleich der Kennlinie mit und ohne Gasströmung (0,5 m/s, Druckluft) ist in Abbildung 29 a) zu sehen. Die Gasströmung bewirkt bei Spannungen oberhalb von ca. 18 kV eine deutliche Zunahme des gemessenen Stroms. So liegt bspw. bei 25 kV der gemessene Strom ohne Gasströmung bei 3,52 mA, wohingegen er mit Gasströmung auf 3,75 mA ansteigt. Dies deutet auf eine Reduzierung der Luftfeuchte durch die Zufuhr von trockener Druckluft hin.

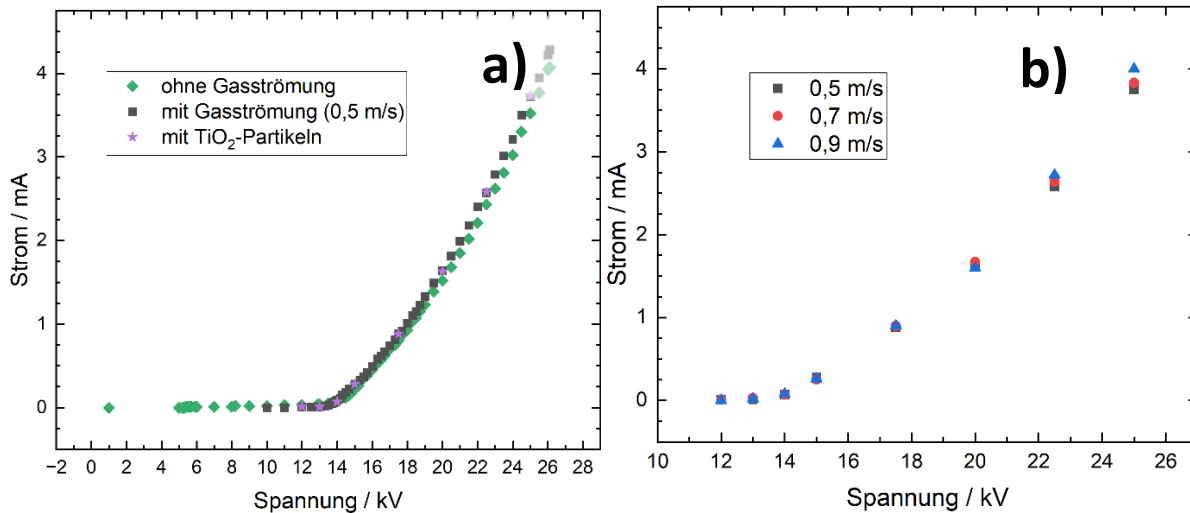


Abbildung 29: Einfluss der Gasströmung auf die Strom-Spannungs-Kennlinie: a) Vergleich der Kennlinien mit und ohne Gasströmung, sowie mit Zugabe von TiO₂-Partikeln, b) Einfluss der Strömungsgeschwindigkeit. Förderrate des Fallfilms beträgt bei allen Versuchen 6 L/min.

Die Zugabe des TiO₂-beladenen Aerosols (PIV-Partikel mit N₂ als Trärgas) hatte aufgrund der geringen Partikelkonzentrationen keinen Effekt auf die Strom-Spannungs-Kennlinie, da die Messpunkte deckungsgleich auf der Kurve mit Gasströmung liegen. Durch die Variation der Gasgeschwindigkeit konnte aber ihr Einfluss auf den gemessenen Strom gezeigt werden. Dazu wurden die drei Gasgeschwindigkeiten aus Tabelle 6 untersucht. Während sich bis zu einer Spannung von 20 kV kein Einfluss der Gasgeschwindigkeit erkennen lässt, steigt der Strom oberhalb von 20 kV für die beiden größeren Gasgeschwindigkeiten stärker an. Der größte Strom wird bei 25 kV mit der größten Gasgeschwindigkeit von 0,9 m/s gemessen, mit 4 mA liegt er 0,25 mA oberhalb des Stromes bei 0,5 m/s Gasgeschwindigkeit. Dies deutet eine weitere Reduzierung der Luftfeuchte durch die Erhöhung der Strömungsgeschwindigkeit hin.

Die ermittelten Strom-Spannungs-Kennlinien wurden an AP 7 übergeben, um in der numerischen Charakterisierung die Berechnung der Ionenbeweglichkeit zu ermöglichen.

Bestimmung der Abscheideeffizienz

Die Abscheideeffizienz ist ein wichtiges Kriterium zur Bewertung der numerischen Charakterisierung in AP 7. Die erforderlichen Daten wurden ermittelt, indem mit den FMPS-Systemen bei unterschiedlichen Prozessparametern die Partikelkonzentration zeitgleich an Ein- und Auslass des Elektro-Nassabscheiders gemessen wurden. Die Abscheideeffizienz berechnet sich dann nach Formel 29:

$$\text{Effizienz [\%]} = \left(1 - \frac{C_{\text{Auslass}}}{C_{\text{Einlass}}}\right) \cdot 100 \quad (29)$$

Für jeden Betriebspunkt wurden 200-300 Messwerte (3-5 Minuten) aufgenommen und daraus ein Mittelwert gebildet. Um nutzbare Daten zur Bewertung zu erhalten, ist es sinnvoll Prozessparameter zu wählen, die auch Rückschlüsse zulassen – sprich es dürfen nicht alle Partikel im Elektro-Nassabscheider abgeschieden werden. Erreicht wurde dies, indem nicht-ideale Betriebspunkte angefahren wurden. Zusätzlich wurden die Versuche mit den größten, zur Verfügung stehenden Partikeln durchgeführt – den PIV-Partikeln von LaVision (vgl. Tabelle 2). Hintergrund ist, dass größere Partikel schlechter abgeschieden werden als kleinere.

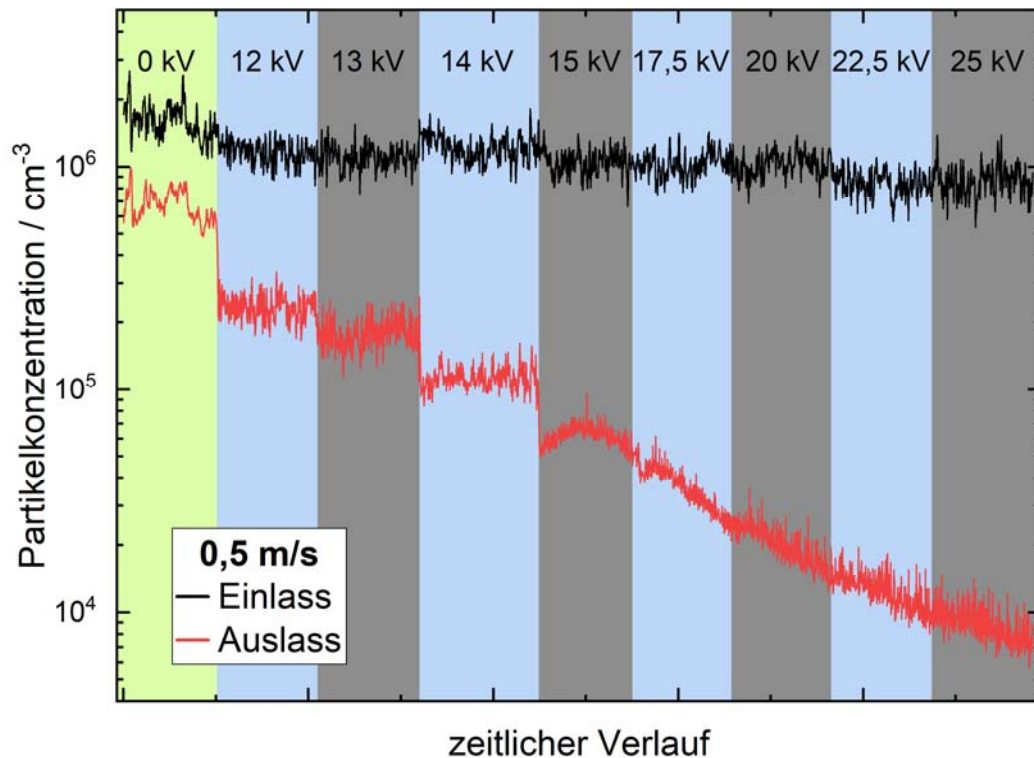


Abbildung 30: Mit FMPS gemessene Partikelkonzentrationsverläufe an Ein- und Auslass des Elektro-Nassabscheiders bei einer Gasgeschwindigkeit von 0,5 m/s.

Abbildung 30 zeigt den zeitlichen Verlauf der Partikelkonzentrationen bei einer Gasgeschwindigkeit von 0,5 m/s und einer Fallfilm-Förderrate von 6 l/min. Der schwarze Graph gibt die Konzentration am Einlass des Nassabscheiders wieder, die sich mit leicht abnehmender Tendenz während des gesamten Versuchs im Bereich von $1 \times 10^6 \text{ cm}^{-3}$ bewegt. Der rote Graph gibt die Partikelkonzentration am Auslass des Elektro-Nassabscheiders wieder und liegt konstant unterhalb der Eingangskonzentration. Die anliegende Spannung des Abscheiders ist aus dem farblichen Hintergrund ersichtlich. Es ist deutlich zu erkennen, dass die Partikelkonzentration am Auslass sich mit jeder Spannungserhöhung stufenweise verringert, bis sie bei 17,5 kV kontinuierlich abnimmt. Hier hat die Abscheideeffizienz bereits nahezu 100 % erreicht, so dass sich die weitere Abnahme nur durch das Absinken der Eingangskonzentration erklären lässt. Die einzelnen Abscheideeffizienzen werden in diesem Bericht später beurteilt und diskutiert. Auffällig ist, dass bereits ohne anliegende Spannung (grüner Hintergrund) eine spürbare Abnahme der Partikelkonzentration innerhalb des Nassabscheiders auftritt. Einerseits gehen hier bereits Partikel durch Diffusion in den Fallfilm oder an Wände verloren. Der wesentlich größere Anteil ist aber auf die Agglomeration der Partikel beim Durchqueren des Abscheiders zurückzuführen. Abbildung 31 verdeutlicht diesen Effekt.

Die FMPS-Systeme ermöglichen neben der Messung der Gesamtkonzentration nämlich auch die Aufnahme von Partikelgrößenverteilungen. Der Vergleich dieser Verteilungen an Einlass (schwarz) und Auslass (rot) unterstreicht die Reduktion der Partikelkonzentration, denn über nahezu den gesamten Größenbereich nimmt die Partikelanzahl ab, kleine Partikel (<20 nm) verschwinden nahezu vollständig. Lediglich im Bereich oberhalb 200 nm kommt es zu einer Zunahme der Partikelanzahl. Der Log-Normal-Fit (farblich unterlegte Fläche) zeigt diesen Drift zu größeren Partikel. Der Fit gibt eine Zunahme des anzahlbasierten Mediandurchmessers von 138 nm am Einlass zu 181 nm am Auslass aus. Dieser Anstieg der Partikelgröße kann nur über Agglomeration innerhalb des Elektro-Nassabscheiders erklärt werden.

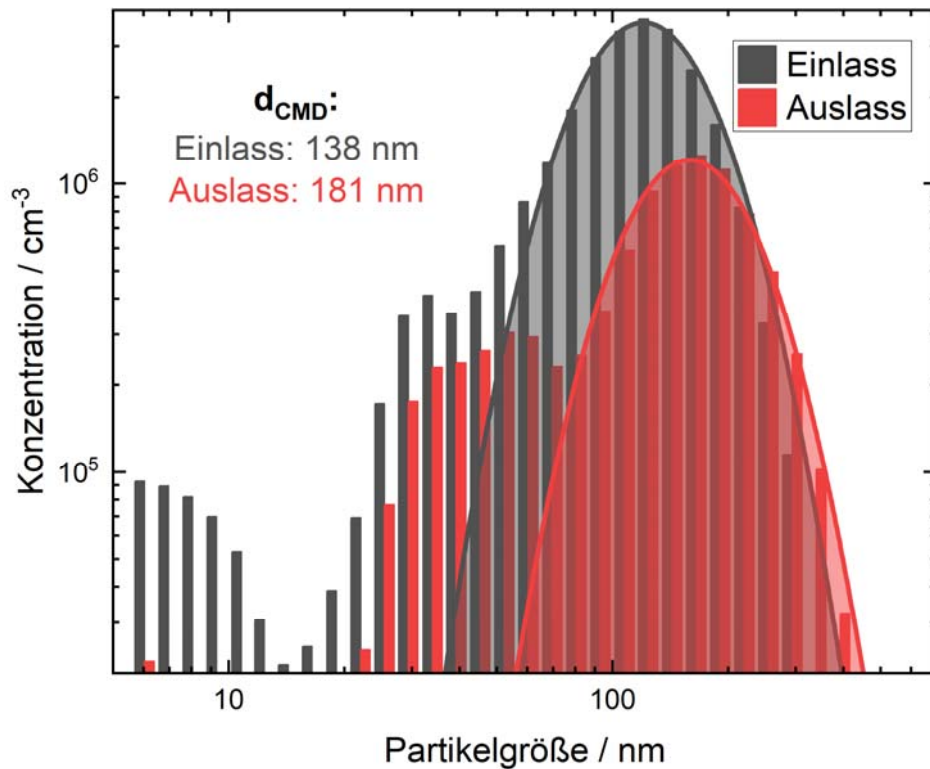


Abbildung 31: Vergleich der Partikelgrößenverteilungen am Ein- und Auslass des Elektro-Nassabscheiders ohne anliegende Spannung bei einer Gasgeschwindigkeit von 0,5 m/s und einer Fallfilm-Förderrate von 6 L/min.

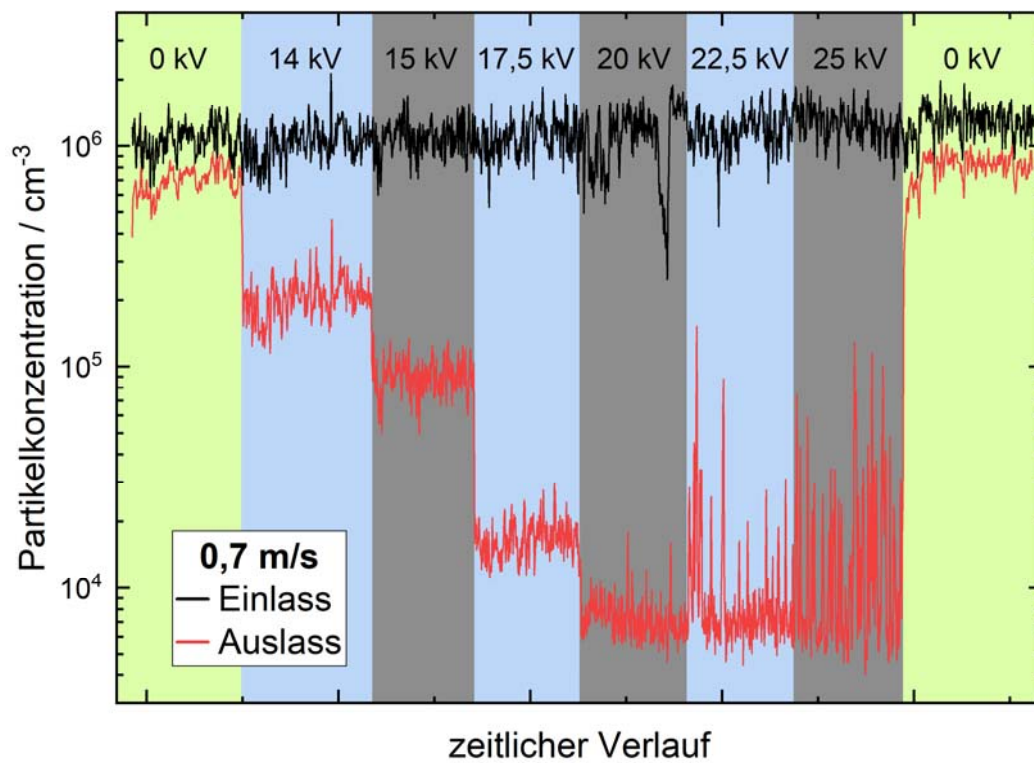


Abbildung 32: Mit FMPS gemessene Partikelkonzentrationsverläufe an Ein- und Auslass des Elektro-Nassabscheiders bei einer Gasgeschwindigkeit von 0,7 m/s.

Bei den beiden anderen Gasgeschwindigkeiten wurde ebenfalls eine Verschiebung in Richtung größerer Partikel beobachtet. Aufgrund der kürzeren Durchquerungszeit durch den Abscheider fiel die Größenzunahme jedoch geringer aus. So stieg die Partikelgrößen bei 0,7 m/s Gasgeschwindigkeit von 160 nm auf 189 nm und bei 0,9 m/s von 150 nm auf 182 nm an (vgl. Abbildung 35).

Ein weiterer Effekt war bei den höheren Gasgeschwindigkeiten oberhalb von 20 kV Ablenkspannung zu beobachten. Hier waren mit der Spannung zunehmende Überschlüsse wahrnehmbar, die starken Signalschwankungen durch das zusammenbrechende, elektrische Feld nach sich zogen (siehe Abbildung 32: roter Graph oberhalb von 20 kV). Ursächlich hierfür sind mechanische Schwingungen der Drahtelektrode im Inneren des Abscheiderohrs. Schwingungen der Drahtelektrode hat bereits Christian Lübbert in seiner Dissertation [37] beschrieben und führt sie auf inhomogene Entladungen entlang der Drahtelektrode und die damit verbundenen elektrischen Ströme zurück. Die Erfahrungen des aktuellen Vorhabens zeigen, dass die Intensität der mechanischen Schwingungen mit der Größe der Gasströmung korrelieren.



Abbildung 33: Drahtelektrode mit angebrachten Gewichten zur Schwingungsdämpfung.

Abbildung 33 verdeutlicht, wie diesem Schwingungsphänomen entgegengewirkt wurde. Durch das Anbringen von Gewichten am unteren Ende der Drahtelektrode – aber oberhalb der Führung/Befestigung – wurde die mechanische Spannung des Drahtes deutlich erhöht. Um die Drahtelektrode jetzt in Schwingungen zu versetzen, bedarf es einer wesentlich größeren Energie. Der erzielte Effekt durch die angebrachten Gewichte ist in Abbildung 34 ersichtlich. Die Gewichte bewirken eine Dämpfung der Schwingungen, so dass Überschlüsse und damit auch Schwankungen der Abscheideeffizienz erfolgreich verhindert wurden, denn im Verlauf der Partikelkonzentration (roter Graph in Abbildung 34) sind verglichen mit dem vorherigen Verlauf (in Abbildung 32) keine Ausschläge mehr erkennbar.

Die Gewichte ermöglichten es somit, auch für höhere Gasgeschwindigkeiten und Spannungen repräsentative Messwerte der Partikelkonzentration am Ausgang des Elektro-Nassabscheiders zu nehmen. Mit dieser Konfiguration wurden Konzentrationsmessungen in Abhängigkeit von der Ablenkspannung für die drei bekannten Gasgeschwindigkeiten aus Tabelle 6 durchgeführt und oben schon teilweise vorgestellt (siehe Abbildung 32 & Abbildung 34). Die mit Hilfe von Formel (29) berechneten Abscheideeffizienzen sind in Abbildung 35 zusammengefasst. Im linken Bereich der Grafik ist die Effizienz ohne Ablenkspannung sichtbar,

die sich Agglomeration und Diffusion in den Fallfilm ergibt. Bei einer Gasgeschwindigkeit von 0,5 m/s wird die Partikelanzahl so bereits um 63 % reduziert, während sich die Effizienz durch die Erhöhung der Gasgeschwindigkeit auf 35 % @ 0,7 m/s bzw. 30 % @ 0,9 m/s verringert.

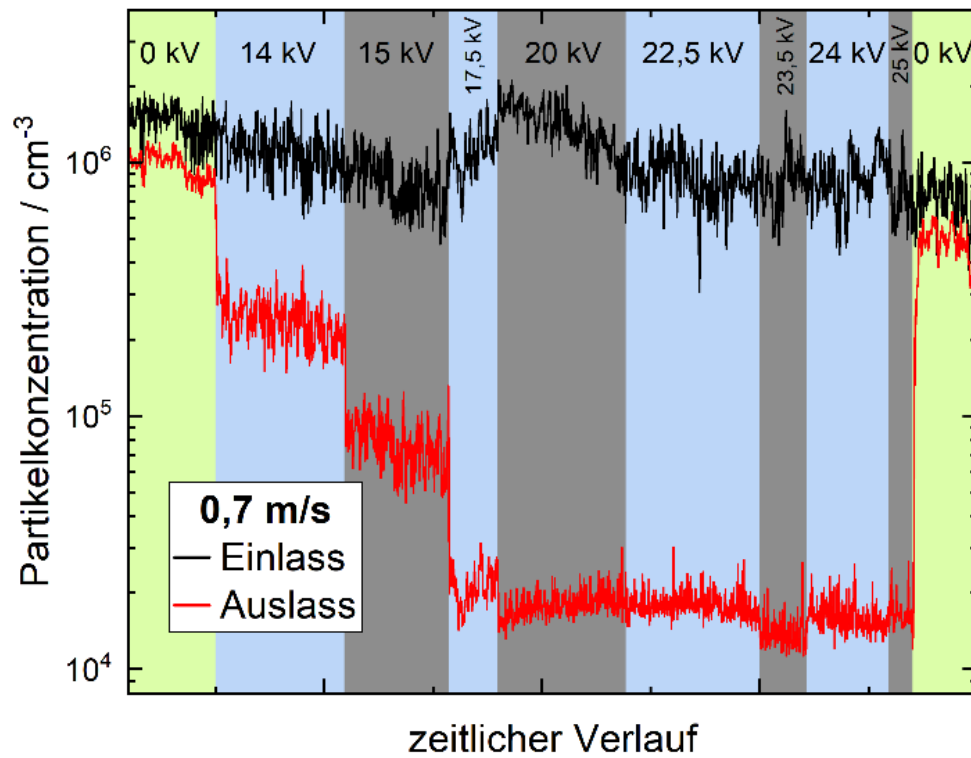


Abbildung 34: Nach Anbringung der Gewichte gemessene Partikelkonzentrationsverläufe an Ein- und Auslass des Elektro-Nassabscheiders bei einer Gasgeschwindigkeit von 0,7 m/s.

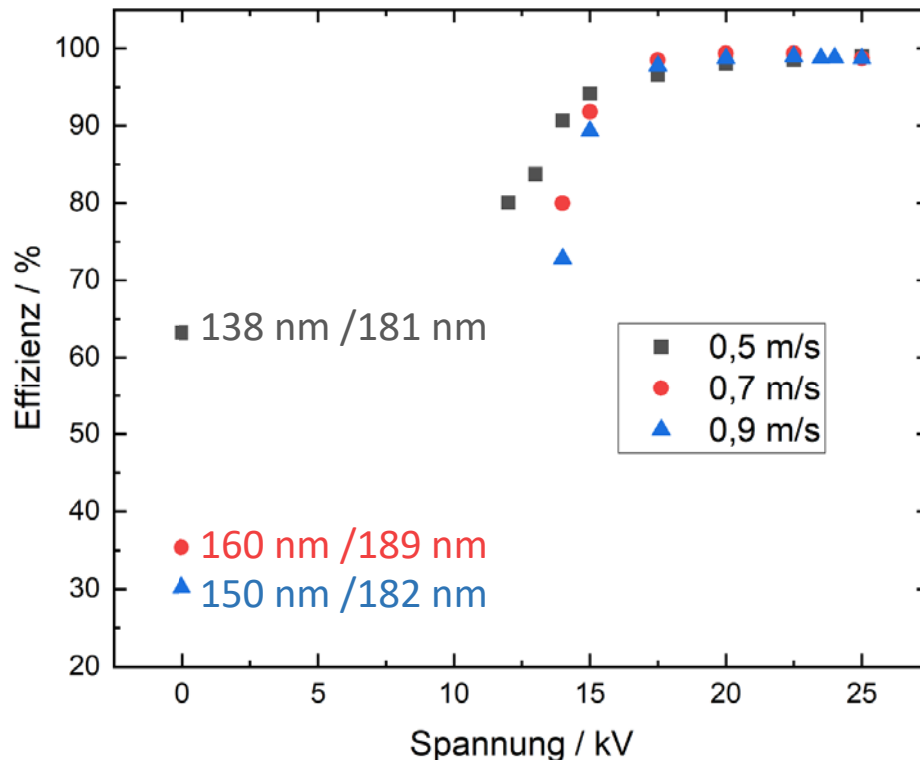


Abbildung 35: Abscheideeffizienz in Abhängigkeit von der Ablenkspannung für verschiedene Gasgeschwindigkeiten.

Insgesamt verhält sich die Effizienz für die drei Gasgeschwindigkeiten sehr ähnlich, sie nimmt mit ansteigender Spannung zu. Die Zunahme ist zunächst sehr groß und divergiert dann in Richtung 100 %. Die Steigung der Effizienzzunahme scheint dabei mit der Gasgeschwindigkeit zu korrelieren, je größer diese ist, desto steiler ist auch der Anstieg. Dadurch sind die Abstände der Effizienz anfangs/bei geringeren Spannungen (14/15 kV) noch in der logischen Reihenfolge sortiert, kleine Gasgeschwindigkeit gleich große Abscheideeffizienz und umgekehrt. Im Spannungsbereich 17,5-20 kV hat sich diese Reihenfolgen jedoch teilweise umgekehrt. Die Abscheideeffizienz bei 0,5 m/s Gasgeschwindigkeit ist hier am geringsten. Physikalisch macht für dieses Verhalten nur eine Erklärung Sinn und das ist die Agglomeration.

Bei niedrigeren Gasgeschwindigkeiten verbringen die Partikel zwar mehr Zeit im Abscheider und haben dadurch eine größere Abscheidewahrscheinlichkeit. Die Größenzunahme durch Agglomeration steht jedoch mit der Abscheidung in Konkurrenz, da sich durch sie die Effizienz reduziert.

Die ermittelten Abscheideeffizienzen und Partikelgrößen wurden an das AP 7 für die numerische Charakterisierung übergeben.

Untersuchung der Partikeldispersion

Die bisherigen Untersuchungen dienten vorrangig der Entfernung der Partikel aus der Gasphase. Um auch Informationen über den Verbleib der Partikel zu erlangen, wurde daher mit einer Versuchsreihe die sich bildende Partikeldispersion untersucht. Dazu wurden über einen definierten Zeitraum Partikel aus dem Aerosol in die im Kreis gepumpte Waschflüssigkeit abgeschieden. Zeitlich aufgelöst wurde aus dem Vorlaufgefäß der Waschflüssigkeit Proben entnommen, die an FE3 zur Analyse in AP 2 übergeben wurden.

Tabelle 7: Versuchsparameter bei den Dispersionsversuchen.

Fallfilm-Förderrate	6 l/min
Additiv	0,5 g TSPP/l
Gasgeschwindigkeit	0,7 m/s
Eingangskonzentration	$1,2 \times 10^6 \text{ cm}^{-3}$
Ablenkspannung	20 kV

Bei den drei durchgeführten Versuchen, waren alle Versuchsparameter zur Gasströmung und zur Abscheidung konstant (siehe Tabelle 7). Lediglich die Partikel im zugeführten Aerosol wurden variiert, hierbei kamen alle Partikel aus Tabelle 2 zum Einsatz. Die Parameterauswahl erfolgte auf Grundlage der Studie zur Abscheideeffizienz und gewährleistete dadurch eine nahezu 100 %-ige Abscheidung der Aerosolpartikel im Fallfilm und damit in der Waschflüssigkeit.

In Tabelle 8 sind alle entnommenen Dispersionsproben aufgeführt. Die maximale Versuchsdauer betrug dabei bis zu 90 Minuten für die TiO₂-Partikel vom IUTA. Proben #1, #8 und #15 wurden vor dem Zuschalten des Partikel-aerosols entnommen und dienten als Referenzproben. Die Proben #2, #9 und #16 wurden bereits nach 40 s Versuchsdauer genommen. Diese Zeit entspricht einem kompletten Durchlauf der Waschflüssigkeit durch den Elektro-Nassabscheider (4 l eingefüllt, Förderrate = 6 l/min). Abbildung 36 verdeutlicht optisch den zeitlichen Verlauf am Beispiel der PIV-Partikel. Von links nach rechts nimmt die Versuchsdauer und mit ihr die Trübung der Partikeldispersion zu, was für eine Zunahme der Partikelkonzentration spricht.

Tabelle 8: Übersicht der entnommenen Dispersionsproben nach Partikelsorte und Versuchsdauer.

Versuchsdauer [min]	Partikel		
	PIV	P25	TiO ₂ (IUTA)
0	#1	#8	#15
40 s	#2	#9	#16
5	#3	#10	#17
10	#4	-	-
15	#5	#11	#18
30	#6	#12	#19
45	#7	#13	#20
60	-	#14	#21
90	-	-	#22

Wie bereits erwähnt wurden die entnommenen Dispersionsproben an FE3 zur Bearbeitung des AP2 übergeben. Dabei wurden neben dem Sedimentationsverhalten und der Grenzflächenenergie der Hansen-Löslichkeitsparameter bestimmt (siehe AP2).

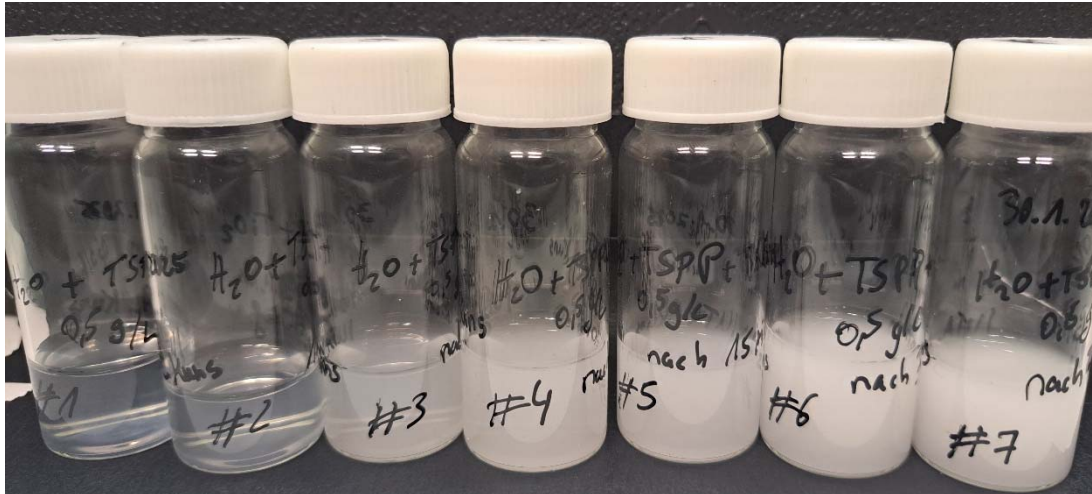


Abbildung 36: Entnommen Dispersionsproben für die Abscheidung (Partikelsorte). Der zeitliche Verlauf geht von links nach rechts.

Optische Charakterisierung durch LIF und PIV

Ein weiteres Ziel von Arbeitspaket 6 war die Anwendung der in Arbeitspaket 3 entwickelten optischen Messtechnik zur umfassenden Charakterisierung eines Flüssigkeits-Fallfilms im Technikumsmaßstab als Grundlage für die gezielte elektrophoretische Abscheidung gasgetragener Nanopartikel durch FE2. Dabei standen die experimentelle Bestimmung der lokalen Schichtdicke, der Strömungsgeschwindigkeit sowie der dynamischen Struktur des Films im Fokus – zentrale Parameter zur Bewertung und Optimierung des Phasentransfers in eine prozessierbare Flüssigkeitsdispersion. Diese Daten können dann zur Validierung der numerischen Simulationen und so zur Optimierung des Prozesses genutzt werden.

Zur technischen Umsetzung wurde ein Versuchsaufbau im Technikumsmaßstab realisiert, der sowohl die elektrische Abscheidung als auch eine kontinuierliche Flüssigkeitsführung mit optischem Zugang ermöglicht. Der Aufbau wurde aufgrund räumlicher Einschränkungen am IUTA an den Lehrstuhl Reaktive Fluide der Universität Duisburg-Essen verlagert. Dies erforderte zwar einen gewissen Mehraufwand, erleichterte dafür aber die Umsetzung des Laserschutzes da direkt in einem Laserlabor gearbeitet werden konnte. Der Fallfilm wurde in einem vertikalen Quarzglaszylinder realisiert, in dem eine mit Rhodamin B (20 mg/L) versetzte Flüssigkeit über einen geschlossenen Kreislauf als dünner Film an der Innenwand geführt wurde. Die Messung erfolgte durch Laserinduzierte Fluoreszenz (LIF) und Particle Image Velocimetry (PIV).

Die Auswertung der LIF-Daten zeigte einen überwiegend flachen Film mit Schichtdicken zwischen 0,2 mm und 0,4 mm sowie vereinzelt Wellenstrukturen bis 1,5 mm. Abbildung 37 zeigt zwei beispielhafte Aufnahmen bei einer Höhe von 119 cm unterhalb des Einlaufs bei einem Volumenfluss von 6 l/min.

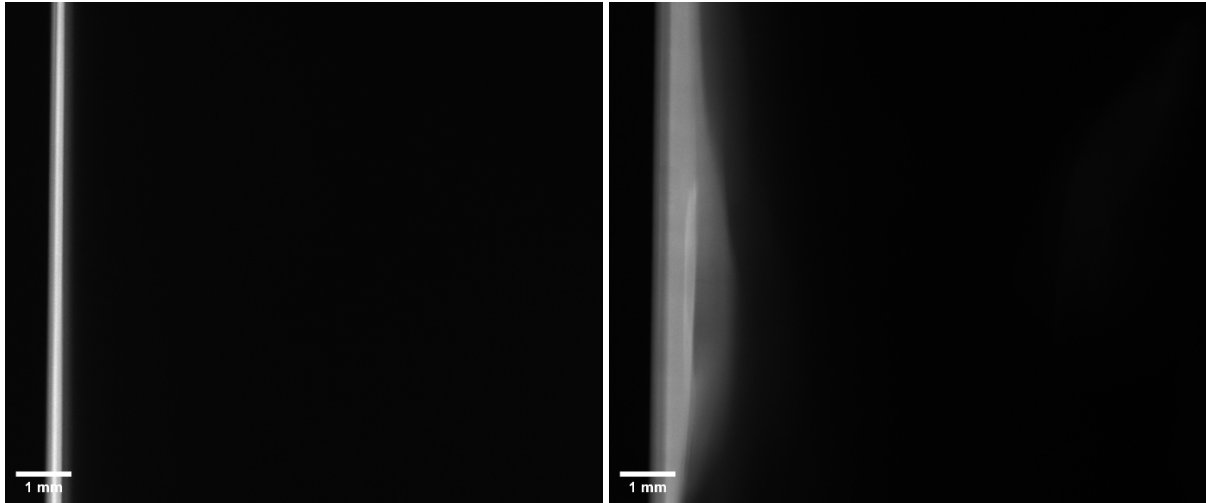


Abbildung 37: LIF Abbildung Schichtdicke, links flacher Film und rechts Momentaufnahme mit einer Welle

Zur Analyse der Filmdynamik wurden an drei definierten Messpositionen entlang der Fallstrecke jeweils 400 Einzelbilder mit einer Bildfrequenz von 10 Hz aufgenommen. In jedem Bild wurde in der Bildmitte die lokale Schichtdicke bestimmt; die so gewonnenen 400 Werte je Messpunkt gingen in ein Schichtdicken-Histogramm (Abbildung 38 und folgende) ein und erlaubten eine statistisch belastbare Beschreibung des zeitlichen Verlaufs. Bereits der Vergleich der Histogramme macht deutlich, dass sich die Verteilung des Filmes mit zunehmender Fallhöhe merklich zu dünneren Schichten verschiebt und schmaler wird: Während am oberen Messpunkt die Verteilung ein Maximum um 0,35 mm aufweist, verschiebt sich der Peak am unteren Messpunkt auf etwa 0,25 mm. Dieses Verhalten lässt sich plausibel mit einer allmählichen Umverteilung der Flüssigkeit erklären, die sich durch das Kräftegleichgewicht aus Gravitation, viskosem Widerstand im Film und der aufwärtsgerichteten Schubspannung an der Gas-Flüssigkeit-Grenzfläche ergibt.

Der Einfluss des Volumenstroms wurde in einer separaten Messreihe in zwei Stufen variiert und zeigte unerwartete Ergebnisse. Entgegen der intuitiven Erwartung, ein größerer Volumenstrom erzeuge einen dickeren Film, zeigte sich das Gegenteil: Bei erhöhter Förderrate nahm die mittlere Schichtdicke geringfügig ab, sodass das Histogramm in Richtung kleinerer Werte verschoben wurde. Die Erklärung liegt wahrscheinlich in der Hydrodynamik des dünnen Films. Steigt der Volumenstrom, erhöht sich die mittlere Strömungsgeschwindigkeit; damit verkürzt sich die Kontakt- bzw. Benetzungszeit an der Wand, sodass sich die Schwerkraft dominanter auswirkt und der Film – vereinfacht gesprochen – „auseinandergezogen“ wird. Die aufgezeichneten Histogramme belegen darüber hinaus eine ausgeprägte lokale Varianz. In allen Messreihen dominierten Dicken zwischen 0,20 mm und 0,40 mm; in den Spitzen der periodisch auftretenden Wellenstrukturen wurden jedoch Maximalwerte bis 1,50 mm registriert. Diese Wellen können die Partikelabscheidung beeinflussen, indem sie sporadisch die Kontaktfläche vergrößern.

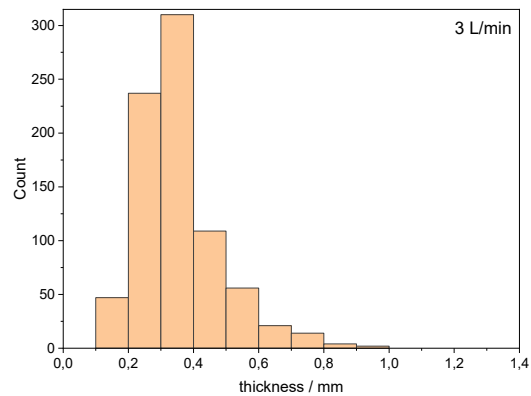
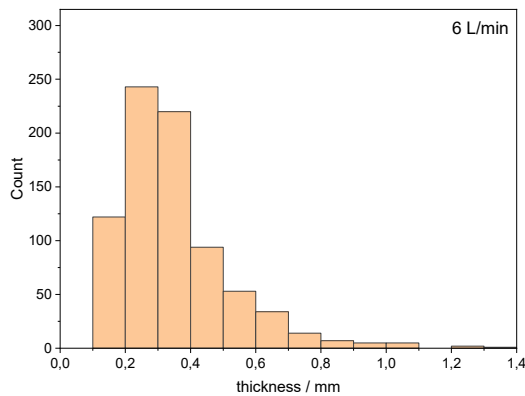


Abbildung 38: Schichtdicken 119 cm unter Einlauf (jeweils 800 Messwerte).

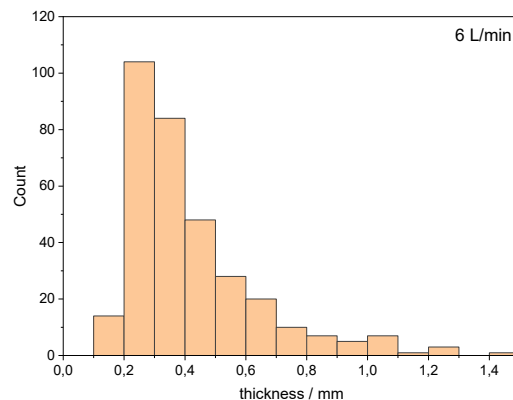
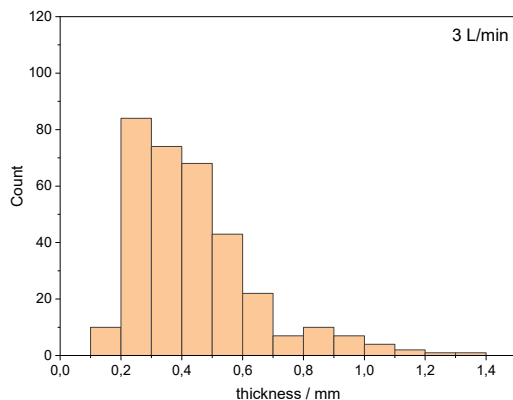


Abbildung 39: Schichtdicken 125 cm unter Einlauf (jeweils 400 Messwerte).

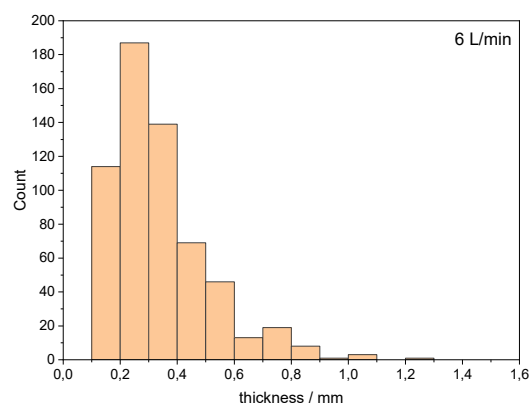
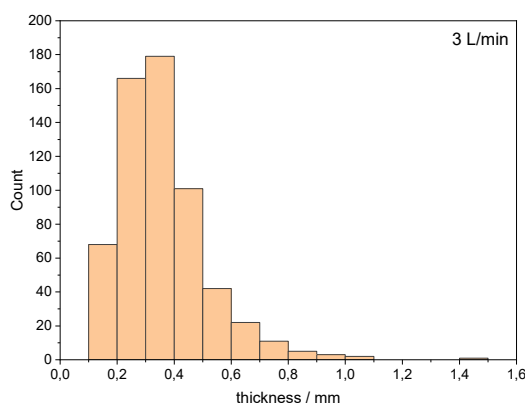


Abbildung 40: Schichtdicken 137 cm unter Einlauf (jeweils 600 Messwerte).

Zusammenfassend liefert die Kombination aus hochfrequenter LIF-Aufnahme und Histogrammauswertung ein detailliertes Bild der Filmhydrodynamik. Die beobachtete Abnahme der Schichtdicke entlang der Fallstrecke sowie die Verflachung bei hohen Volumenströmen unterstreichen die Notwendigkeit, nicht nur das elektrische Feld, sondern auch film-hydrodynamische Parameter – beispielsweise den Einlaufrichter und die Verteilungsdüse anzupassen. Zukünftige Untersuchungen sollten die hier indirekt identifizierten Einflussgrößen, etwa die Reynolds- und Kapillarzah oder potenzielle Verdunstungseffekte, durch ergänzende

Temperatur- und Massenbilanzmessungen quantifizieren, um so eine robuste Skalierungsgrundlage für den kontinuierlichen Partikeltransfer zu schaffen.

Für die PIV-Messungen wurden mit Rhodamin B dotierte Melamin-Partikel in den Film eingebracht. In separaten Versuchen konnte gezeigt werden, dass die fluoreszierenden Partikel im Gesamtfluoreszenzhintergrund sichtbar sind. Wie in Abbildung 41 gezeigt, konnten die Partikel jedoch im Technikumsaufbau auch nicht zufriedenstellend aufgelöst werden. Ein schärfer definiertes Lichtblatt sowie eine optimierte Systementlüftung sollen hier in Zukunft Abhilfe schaffen.

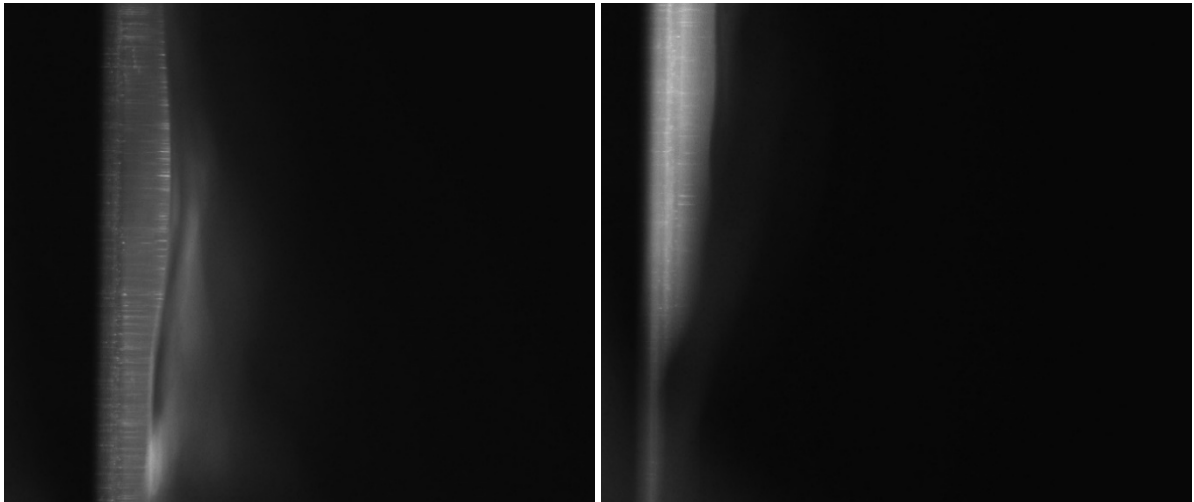


Abbildung 41: Fluoreszenz des Fallfilms mit hinzugefügten PIV-Partikel:

Somit konnte Arbeitspaket 6 nur teilweise erfolgreich abgeschlossen werden. Die Übertragung der LIF-Messtechnik in den Technikumsmaßstab erlaubte eine fundierte Charakterisierung des Fallfilms hinsichtlich Schichtdicke, Geschwindigkeit und Dynamik. Trotz technischer Herausforderungen bei der PIV-Auswertung wurde das Grundprinzip optischer Messungen bei der kontinuierlichen elektrophoretischen Partikelabscheidung demonstriert. Die gewonnenen Erkenntnisse liefern eine belastbare Grundlage für die technische Weiterentwicklung und zur Validierung der numerischen Verfahren.

1.7 Arbeitspaket 7: Numerische Charakterisierung der elektrophoretischen Partikelabscheidung im Technikumsmaßstab

Flüssigphase: Hochskalierung des numerischen Fallfilm-Modells auf den Technikumsmaßstab

Im nächsten Schritt wurde die Simulation auf die gesamte Reaktorlänge (1,5 m) erweitert. Es wurden drei unterschiedliche Flussraten für den Fallfilm untersucht und die Filmdicken an den Stellen ausgewertet, an denen die Lasermesstechnik bei den experimentellen Untersuchungen angeflanscht war. Abbildung 42 zeigt die Ergebnisse der Fallfilmsimulationen.

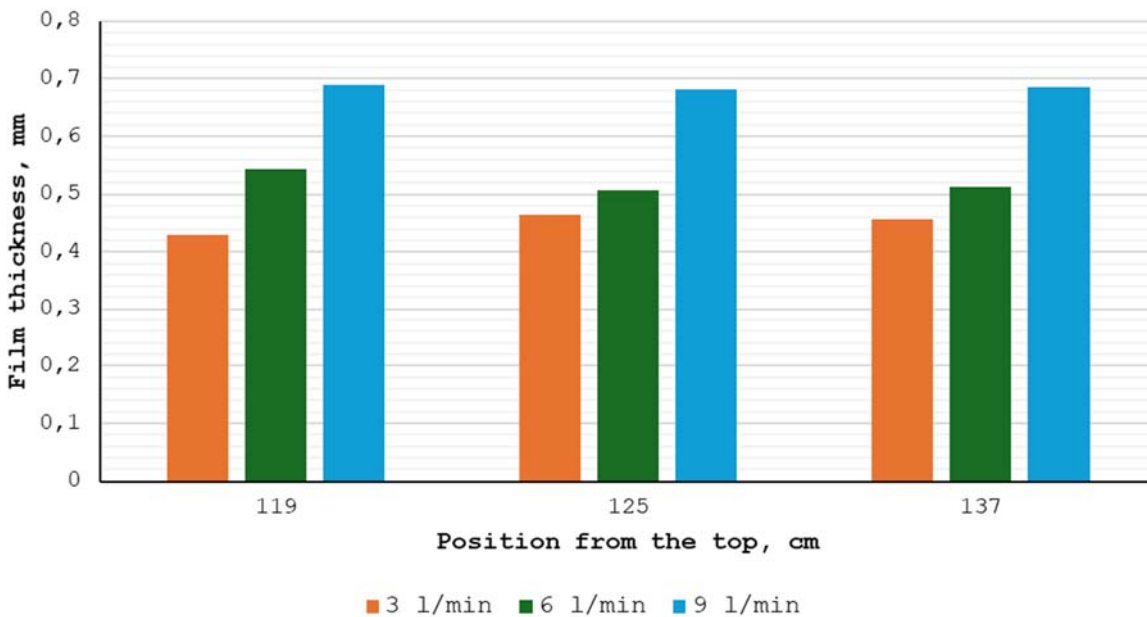


Abbildung 42: Filmdicken des Fallfilms bei unterschiedlichen Flussraten.

Es lässt sich deutlich erkennen, dass die Filmdicken an den verschiedenen Positionen im unteren Drittel des Abscheiders nur geringfügig variieren. Das heißt, der Fallfilm ist in diesem Bereich gleichmäßig ausgeprägt. Dies korrespondiert gut mit den experimentellen Messergebnissen.

Die ermittelten Filmdicken liegen bei der Simulation zwischen 0,4 und 0,7 mm. Die gemessenen Filmdicken zeigen bei einer Flussrate von 3 l/min ein Maximum in der Häufigkeitsverteilung von etwa 0,35 mm. Dies korrespondiert gut mit den Ergebnissen der Simulationsrechnung.

Bei Variation der Flussrate zeigt das Modell bei Erhöhung der Flussrate eine Vergrößerung der Schichtdicke. Dies scheint physikalisch plausibel, steht allerdings im Widerspruch mit den Messwerten, da diese einer Verringerung der Filmdicke bei Erhöhung der Flussrate zeigen (siehe AP6: Abbildung 38-Abbildung 40).

Gasphase: Numerische Betrachtung der Partikel im Gasstrom

Die Strom-Spannungskennlinie eines Elektrofilters hängt neben der Bauart vor allem von der Betriebstemperatur, dem Druck und der relativen Feuchte ab. Die Einsatzfeldstärke wird üblicherweise mit Hilfe der Peek-Gl. berechnet. Neben der Einsatzfeldstärke gilt vor allem der Ionenmobilität das Hauptaugenmerk.

Ionenmobilitäten werden in der Regel empirisch ermittelt. Es ist bislang nicht gelungen eine allgemein gültige Formel zur Berechnung zu entwickeln. Der gebräuchlichste in der Literatur angegebene Wert für Luft unter atmosphärischen Bedingungen und bei mittlerer Feuchte ist $2,04 \times 10^{-4} \text{ m}^2/\text{Vs}$ [13;27].

Ein erster Vergleich von Experiment und Simulation ergab eine gute Übereinstimmung der Werte für eine Ionenmobilität von $3,3 \times 10^{-4} \text{ m}^2/\text{Vs}$. Dies korrespondiert mit den Ergebnissen aus dem IGF-Vorhaben „ODIN“ (20305N). Auch hier wurde mit einer Ionenmobilität von $3,3 \times 10^{-4} \text{ m}^2/\text{Vs}$ eine gute Übereinstimmung mit experimentellen Werten bei Druckluftbetrieb und Raumtemperatur ermittelt. Die Einsatzspannung der Coronaentladung beträgt in der Simulation 14 kV. Im Experiment setzt die Entladung nicht bei einer exakten Spannung, sondern über einen Bereich der Betriebsspannung ein. Die Übereinstimmung von Experiment und Simulation ist hoch. Abbildung 43 zeigt die ermittelten Strom-Spannungskennlinien.

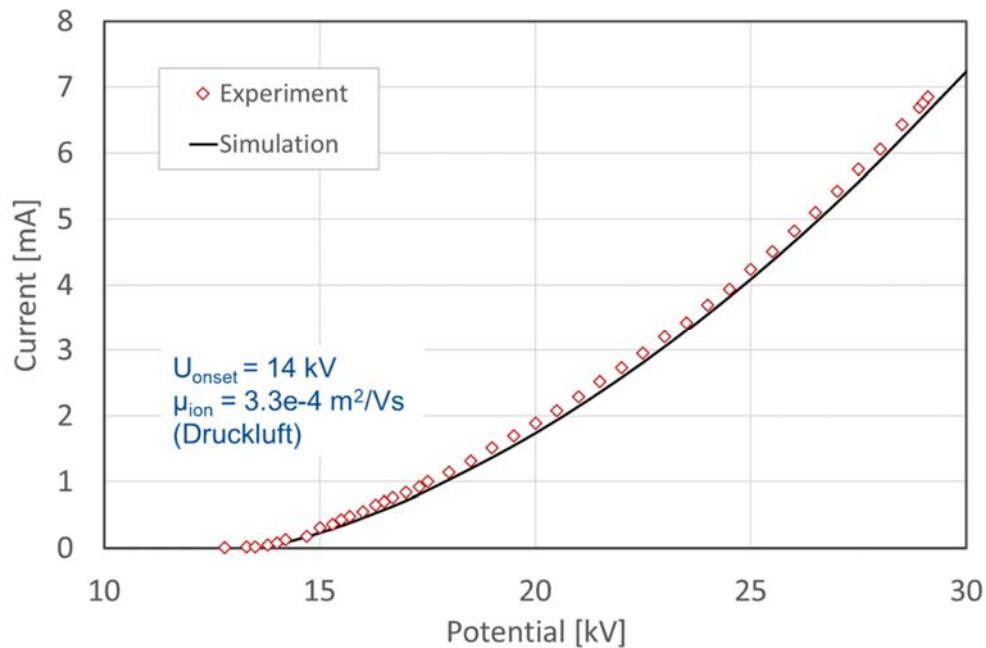


Abbildung 43: Vergleich experimentelle und numerische Strom-Spannungs-Kennlinie.

Um die ermittelten Ionenmobilitäten besser einordnen zu können, wurde in Abbildung 44 eine Abschätzung der Ionenmobilität anhand von Temperatur und relativer Feuchte durchgeführt.

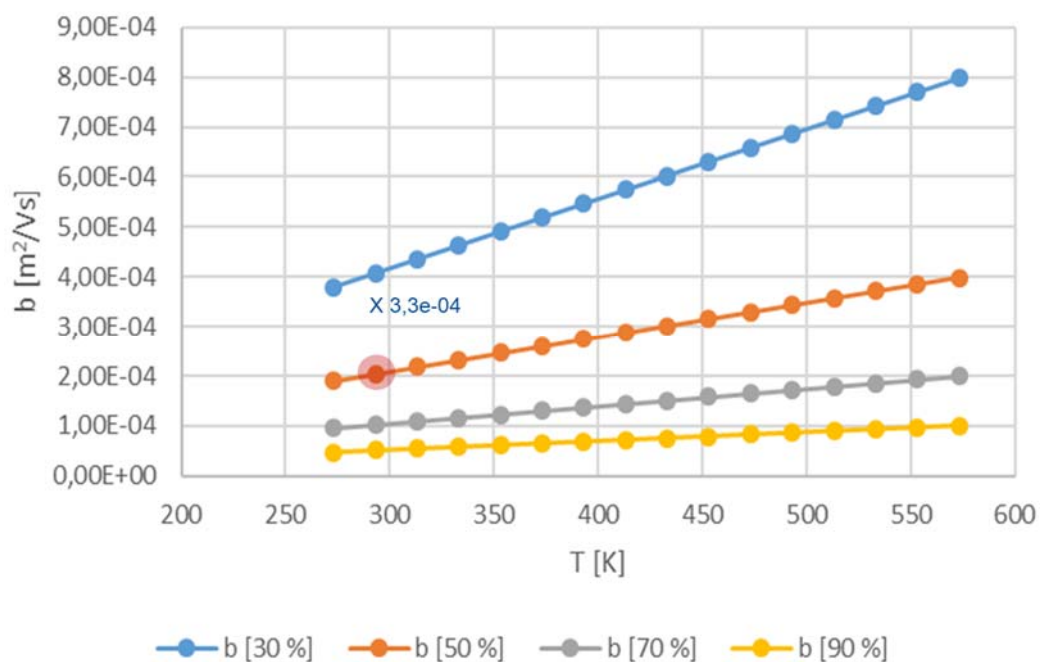


Abbildung 44: Abschätzung der Ionenmobilität.

Hierbei wurde als Basis der aus der Literatur bekannte Wert von $2,04 \times 10^{-4} \text{ m}^2/\text{Vs}$ gewählt (rot markiert). Dieser Wert gilt für eine Temperatur von 293 K und eine relative Feuchte von 50 %.

Wendet man für die Temperaturanpassung die ideale Gasgleichung an und für die Feuchteanpassung die Faustformel, „Verringerung der rel. Feuchte um 20 % führt zur Verdopplung der Ionenmobilität“, so erhält man das entsprechende Diagramm.

Die für die Anpassung verwendete Ionenmobilität von $3,3 \times 10^{-4} \text{ m}^2/\text{Vs}$ zeigt, dass das kalte Prozessgas bestehend aus Druckluft im Vergleich zu Raumluft eine relativ geringe Feuchte besitzen muss. Da Druckluft stets getrocknet wird, scheint diese Anpassung physikalisch plausibel und korrespondiert mit aus der Literatur verfügbaren Daten [13].

Abschätzung des Depositionsorts der Partikeln im ESP:

Für die im Folgenden dargestellten Simulationsrechnungen wurden folgende Randbedingungen verwendet:

- Partikelmaterial: TiO_2
- Partikeldurchmesser: 163 nm (monodispers)
- Partikelkonzentration: $1,1 \times 10^{12} \text{ m}^{-3}$
- Temperatur: 293,15 K
- Gasgeschwindigkeit: 0,5; 0,7 und 0,9 m/s
- Ionenmobilität: $3,3 \times 10^{-4} \text{ m}^2/\text{Vs}$

Um optimale Randbedingungen für die Laserdiagnostik zu schaffen, wurden vor der Platzierung der optischen Stutzen CFD-Berechnungen zur Partikeldeposition durchgeführt.

Diese ergaben folgende Schlussfolgerungen:

- Potentiale über 20 kV zeigen keinen Unterschied in der Abscheideleistung bei unterschiedlichen Partikelkonzentrationen.
- Die turbulente Durchmischung der Partikel während der Abscheidung führt zu einer Verringerung der Abscheideleistung.
- Die Hauptmasse der Partikel wird in der ersten Hälfte des Reaktors abgeschieden.
- ➔ Experimentelle Daten in diesem Bereich sind von großem Interesse.
- Für eine sichere Abscheidung der Partikel sollte das elektrische Potential über 20 kV liegen.

Daraufhin wurden die optischen Zugänge für die Laserdiagnostik im unteren Drittel des Reaktors angebracht und die Versuchsparameter festgelegt. Abbildung 45 verdeutlicht die zu erwartende Partikeldeposition.

Die Berechnung der Fluidströmung erfolgte durchweg turbulent. Bei der Berechnung der Partikeldynamik im ESP wurden zwei unterschiedliche Betrachtungsweisen angewandt.

Die Partikelbewegung wurde laminar durchgeführt und in einem zweiten Simulationsdurchlauf mit einem turbulenten Dispersionskoeffizienten überlagert, um die turbulente Durchmischung im ESP zu berücksichtigen.

Turbulent Dispersion of Particles



Laminar Tracking of Particles

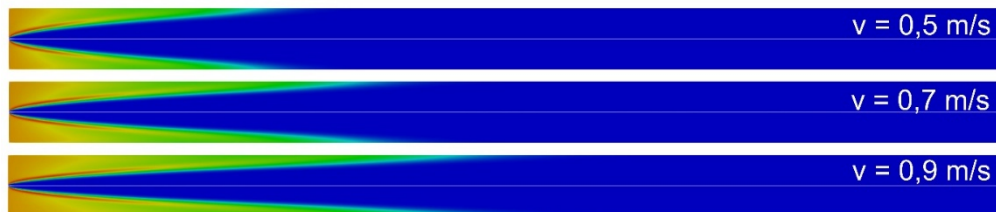


Abbildung 45: Partikelkonzentration im Querschnitt des ESPs für unterschiedliche Strömungsgeschwindigkeiten (Betriebsspannung: 20 kV).

Es zeigt sich, dass die Anwendung eines Dispersionskoeffizienten zu einer geringfügigen Verschlechterung der Partikelabscheidung führt, jedoch bei einer Betriebsspannung von 20 kV eine sichere Partikelabscheidung innerhalb der ersten Hälfte des ESP erfolgt.

Ionenkonzentrationen

Zur Verdeutlichung des Betriebszustands des ESPs sind in Abbildung 46 die Ionenkonzentrationen bei verschiedenen Betriebsspannungen und einer Strömungsgeschwindigkeit von 0,9 m/s grafisch dargestellt.

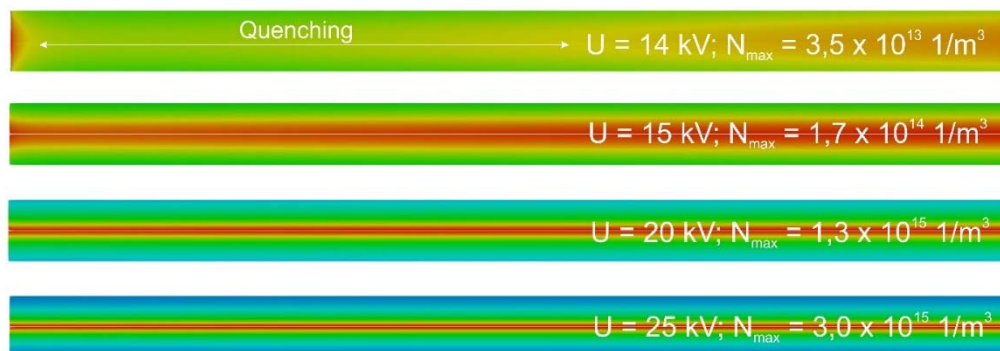


Abbildung 46: Ionenkonzentrationen bei unterschiedlichen Potenzialen und einer Strömungsgeschwindigkeit von 0,9 m/s.

Es ist deutlich zu erkennen, dass der Abscheider im Bereich der Einsatzspannung (14 kV) der Coronaentladung im „gequenchten“ Zustand betrieben wird. Bei Spannungen oberhalb von 15 kV ist jedoch kein Quenching mehr zu beobachten.

Vergleich Experiment und Simulation (Partikelabscheidung)

Im Folgenden sind die erzielten Partikelabscheidungen von Simulation und Experiment grafisch gegenübergestellt. Die Simulationsergebnisse sind auch hier für eine laminare und turbulente Betrachtungsweise der Partikeldynamik dargestellt.

Es zeigt sich, dass die laminare Berechnung der Partikeldynamik zu einer Überschätzung der Partikelabscheidung gegenüber den experimentellen Werten führt. Mit steigender Strömungsgeschwindigkeit wird diese Überschätzung stetig geringer, so dass der Dispersionskoeffizient verkleinert werden muss, um eine gute Übereinstimmung mit den Experimenten zu erzielen.

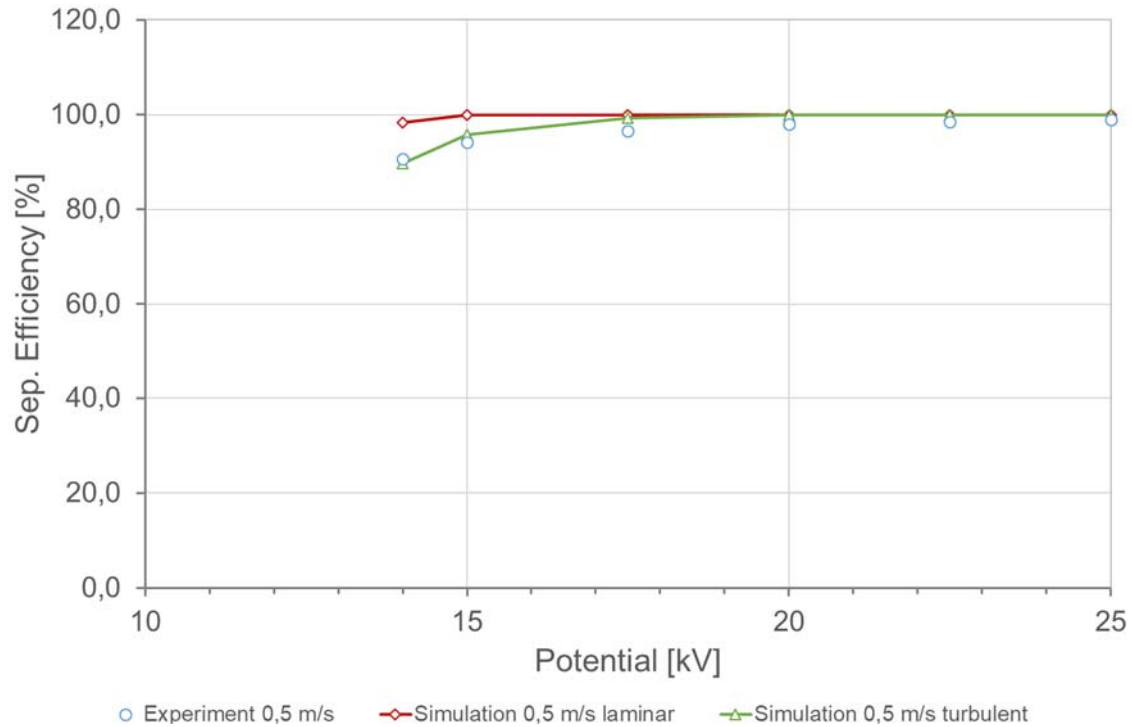


Abbildung 47: Vergleich Partikelabscheidung Simulation und Experiment ($v = 0,5 \text{ m/s}$; $D_{turb} = 0,0002 \text{ m}^2/\text{s}$).

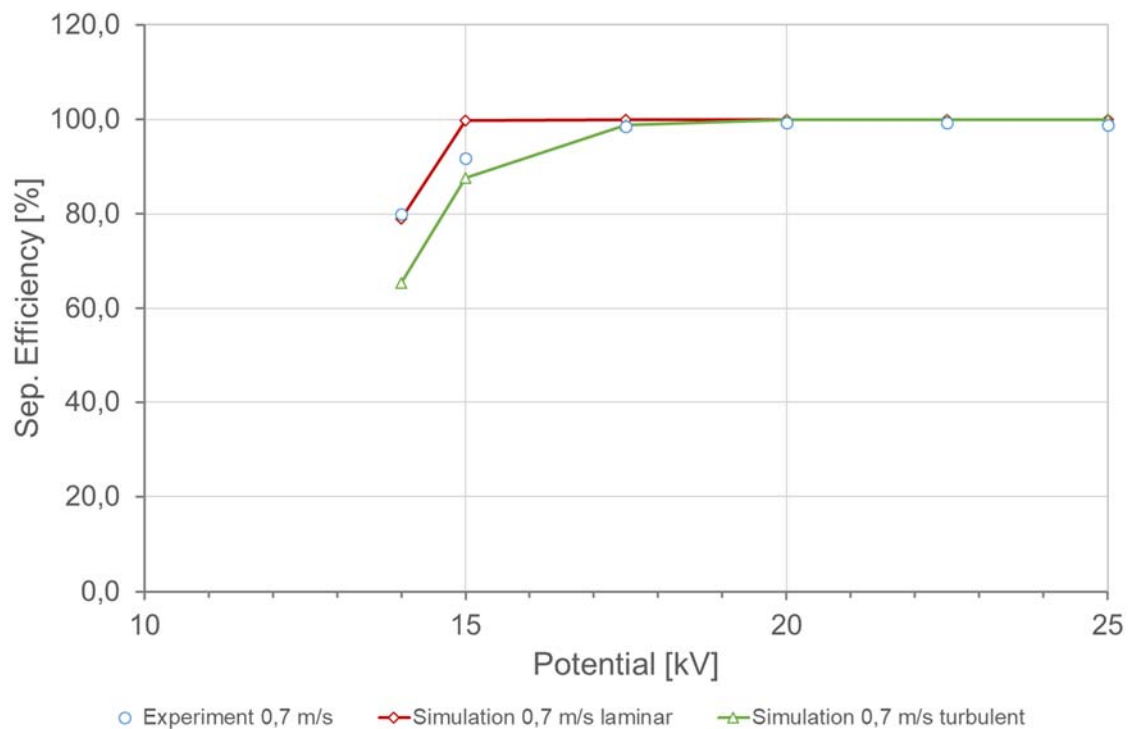


Abbildung 48: Vergleich Partikelabscheidung Simulation und Experiment ($v = 0,7 \text{ m/s}$; $D_{turb} = 0,0002 \text{ m}^2/\text{s}$).

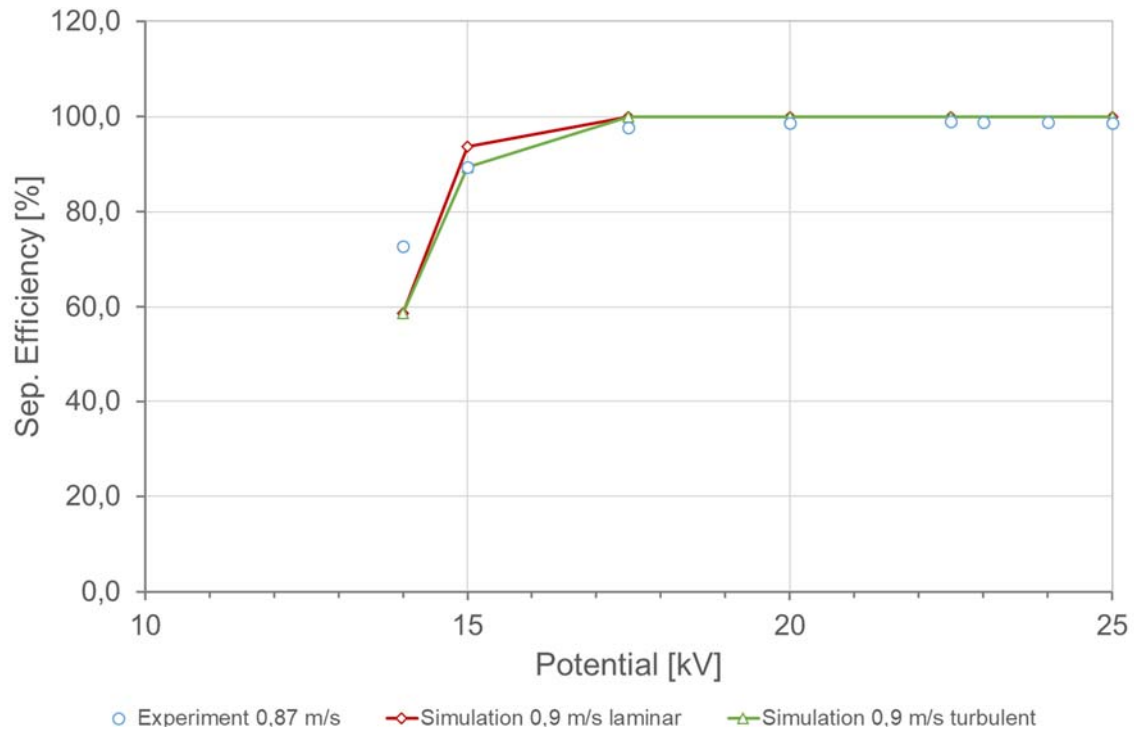


Abbildung 49: Vergleich Partikelabscheidung Simulation und Experiment ($v = 0,9 \text{ m/s}$; $D_{turb} = 0,0002 \text{ m}^2/\text{s}$).

Dies scheint insofern plausibel, da mit zunehmender Strömungsgeschwindigkeit in axialer Richtung die Effekte durch die elektro-hydrodynamische Strömung in den Hintergrund treten bzw. überlagert werden.

Insgesamt ist die Übereinstimmung zwischen Experiment und Simulation hoch. Die größten Abweichungen treten im Bereich der Coroneinsatzspannung auf. Hier besitzt das Modell eine exakte Einsatzspannung (14 kV), während die Coroneantladung im Experiment, vermutlich aufgrund von Oberflächenrauigkeiten der Sprühelektrode, weich über einen Spannungsbereich von ca. 12–14 kV einsetzt.

1.8 Arbeitspaket 8: Methoden-Ableitung für weitere Materialien

Eine Methoden-Ableitung wurde aufgrund der Entkopplung von Materialsynthese und Elektro-Nassabscheider nicht durchgeführt. Jedoch eröffnet die Methode die Möglichkeit, auch andere Materialsysteme kontinuierlich aus der Gasphase in die Flüssigphase zu überführen.

Mit dem numerischen Modell „M-EHDM“ kann die Partikelladung und ihr Depositionsverhalten durch Berücksichtigung der entsprechenden Dichte und Dielektrizitätskonstante des Partikelmaterials und der Viskosität, Dichte, Oberflächenspannung und Dielektrizitätskonstante der Waschflüssigkeit leicht auf andere Partikelmaterialien sowie auf andere Waschflüssigkeiten übertragen werden. Das M-EHDM erlaubt damit zukünftig eine gezielte Vorhersage des Abscheideverhaltens ohne dabei an ein spezifisches Materialsystem oder eine einzelne Waschflüssigkeit gebunden zu sein.

Ebenso lassen sich die in AP2 gewonnen Erkenntnisse zur Dispersionsanalytik und Oberflächencharakterisierung durch die im Projekt basierend auf TiO_2 entwickelte Standardarbeitsanweisung zur Charakterisierung von Oberflächeneigenschaften und Dispersionen auf andere Proben übertragen. So wird diese aktuell auf weitere TiO_2 -Materialien des projektbegleitenden Ausschuss-Mitglieds Kronos angewendet. Außerdem wurde die Prozedur auf weitere oxidische Materialien (u.a. Metalloxide für die Katalyse, Perovskite) übertragen.

2 Verwendung der Zuwendung

2.1 Forschungseinrichtung 1 (IUTA):

- wissenschaftlich-technisches Personal (Einzelansatz A.1 des Finanzierungsplans)
 - HPA A und HPA B Einsatz: 22,91 PM
- Ausgaben für Gerätebeschaffung (Einzelansatz B des Finanzierungsplans):
 - Workstation: 11.873,00 €
- Leistungen Dritter (Einzelansatz C des Finanzierungsplans):
 - keine beantragt

2.2 Forschungseinrichtung 2 (UDE/Schulz):

- wissenschaftlich-technisches Personal (Einzelansatz A.1 des Finanzierungsplans)
 - HPA A und HPA B Einsatz: 24 PM
- Ausgaben für Gerätebeschaffung (Einzelansatz B des Finanzierungsplans):
 - Illumination KIT LED based Illumination: 10.000 €
 - InfiniProbe TS-160: 3.760,40 €
- Leistungen Dritter (Einzelansatz C des Finanzierungsplans):
 - keine beantragt

2.3 Forschungseinrichtung 2 (UDE/Segets):

- wissenschaftlich-technisches Personal (Einzelansatz A.1 des Finanzierungsplans)
 - HPA A und HPA B Einsatz: 23,64 PM
- Ausgaben für Gerätebeschaffung (Einzelansatz B des Finanzierungsplans):
 - Krüss Tensiometer K100c: 32.463,52 €
- Leistungen Dritter (Einzelansatz C des Finanzierungsplans):
 - Charakterisierungen am ICAN: wurden nicht benötigt / beauftragt.

3 Notwendigkeit und Angemessenheit der geleisteten Arbeit

In den Forschungseinrichtungen waren das eingesetzte Personal und die geleisteten Arbeiten entsprechend dem Arbeitsplan angemessen und für den erzielten Projektfortschritt notwendig. Die durchgeführten Arbeiten erfolgten weitgehend planmäßig und entsprechend der im Projektantrag formulierten Zielstellungen.

Die Arbeiten befanden sich im Verzug, da die Beschaffung des Nasselektroabscheiders zwar zunächst initiiert wurde, jedoch aufgrund von Zeit- und Kostenplanung verworfen werden musste. Des Weiteren hat sich gezeigt, dass ein optischer Zugang in den Elektro-Nassabscheider nur durch den Austausch des metallischen Fallrohrs durch ein Quarzglasrohr realisierbar ist. Die dadurch notwendig gewordenen Umbaumaßnahmen und der geplante Umzug des Technikums-Nassabscheiders zur FE2 haben weitere Verzögerungen zur Folge.

So konnten die Dispersionsanalysen der abgeschiedenen TiO_2 -Dispersionen erst nach der erfolgreichen Synthese und dem Aufbau des Elektro-Nassabscheiders vollumfänglich durchgeführt werden. Die verbliebene Zeit wurde zur Charakterisierung der kommerziellen Materialien und Inbetriebnahme des Krüss Tensiometers genutzt.

Außerdem konnten die geplanten PIV-Messungen im Technikumsaufbau nicht erfolgreich abgeschlossen werden. Dies lag zum einen an den optischen Herausforderungen, die sich aus der komplexen Abbildungssituation durch den gekrümmten Flüssigkeitsfilm innerhalb des Quarzrohres ergaben. Die exakte Ausrichtung und Fokussierung des Lichtblatts sowie die klare Detektion einzelner fluoreszierender Partikel stellten sich als deutlich anspruchsvoller heraus als zunächst angenommen. Zum anderen führte der erforderliche Umzug des Versuchsaufbaus an die Universität Duisburg-Essen zwar zu Vorteilen hinsichtlich des Laserschutzes, brachte jedoch auch erheblichen organisatorischen Mehraufwand mit sich. Infolge der Neuinstallation und Adaption an die räumlichen Gegebenheiten mussten grundlegende Komponenten – wie die optische Justage, die Systementlüftung und die Partikelzufuhr – unter nicht optimalen Bedingungen erneut aufgebaut und getestet werden. Diese Kombination aus unterschätztem apparativem Aufwand und der hohen Komplexität der optischen Abbildung trug wesentlich dazu bei, dass die PIV-Datenqualität im Technikumsmaßstab bislang nicht den Erwartungen entsprach. In weiterführenden Arbeiten sollen ein optimiertes Lichtblatt, eine verbesserte Entlüftung sowie die Verwendung geeigneterer optischer Komponenten die erfolgreiche Anwendung der PIV-Methode sicherstellen.

4 Darstellung des wissenschaftlich-technischen und wirtschaftlichen Nutzens der erzielten Ergebnisse insbesondere für KMU sowie ihres innovativen Beitrags und ihrer industriellen Anwendungsmöglichkeiten

Ein wesentlicher wissenschaftlich-technischer Durchbruch wurde durch die Entwicklung des innovativen M-EHDM (Multiphasen Electro-Hydrodynamic Model) in OpenFOAM erzielt. Dieses Modell ermöglicht erstmalig eine präzise numerische Simulation der komplexen elektrohydrodynamischen Vorgänge im Fallfilm-Nasselektroabscheider und stellt der Fachwelt ein leistungsfähiges Werkzeug zur Verfügung, das auch für andere elektrohydrodynamische Anwendungen adaptiert werden kann.

Die innovative Konstruktion, bei der der Flüssigkeitsfallfilm gleichzeitig als Elektrode fungiert, eröffnet neue technische Möglichkeiten für die Elektroabscheidung. Diese Lösung ermöglicht den Einsatz von Quarzrohren für die optische Charakterisierung der Abscheideprozesse, wodurch erstmalig eine direkte, non-invasive Beobachtung und Analyse der Partikelabscheidung in Echtzeit möglich wird. Diese Kombination aus funktionaler Elektrode und optischer Zugänglichkeit stellt einen bedeutenden Fortschritt für die Prozessüberwachung und -optimierung dar und bietet KMU die Möglichkeit, ihre Abscheideprozesse präzise zu charakterisieren und zu steuern.

5 Durchgeführte Transfermaßnahmen

Durchgeführte Maßnahme	Ziel	Rahmen	Datum/ Zeitraum
Bericht	Veröffentlichung von Forschungs-ergebnissen	CENIDE Newsletter und IUTA-Tätigkeitsbericht (Auflage: 1500 bzw. 400)	Jährlich
1. projekt- begleitender Ausschuss	Vorstellung des Projekts & erster Ergebnisse	Online	16.04.2024
2. projekt- begleitender Ausschuss	Ergebnispräsentation	Online	20.02.2025
Vortrag/ Poster	Transfer der Ergebnisse bei int. Konferenzen	LUM conference on dispersion analysis (online) 16th Int. Conference on Nano-structured Materials (Sevilla) 9th World Congress on Particle Technology (Madrid) AAAFM (Los Angeles) MRS Fall Meeting (Boston) NRW-Nano Conference (Dortmund) GRC: Nanomaterials for App. in Energy Technology (Ventura Beach) CCE Catalysis (San Francisco)	24.–25.01.22 06.-10.06.22 18.-22.09.22 10.-12.08.23 26.11.-1.12.23 23.-24.05.23 23.-28.02.25 25.02.25
Internet- präsenz	Rasche & umfassende Verbreitung der Ergebnisse	Veröffentlichung auf den Seiten des IUTA	ab Frühjahr 2023
HSP Workshop	Wissenstransfer zur HSP-Bestimmung durch an der UDE entwickelte Methoden	UDE – NETZ-Gebäude (mit LUM GmbH & Kronos als Veranstaltungspartner)	05.-06.12.23

6 Geplante spezifische Transfermaßnahmen nach der Projektlaufzeit

Geplante Maßnahmen	Ziel	Rahmen	Datum/Zeitraum
Bericht	Veröffentlichung von Forschungs-ergebnissen	CENIDE Newsletter und IUTA-Tätigkeitsbericht (Auflage: 1500 bzw. 400)	Jährlich
Ausstellung	Transfer der Ergebnisse in die Wirtschaft	Nationale Messen (durch CENIDE)	ab Herbst 2025
Forschungs-transfer in die Lehre	Verzahnung von Forschung und Lehre	Einbindung der Ergebnisse in Vorlesungen an der UDE wie z.B. „Laseroptische Messverfahren in reaktiven Strömungen“, „Rheology and rheometry of liquids and suspensions“ oder „Formulation, printing and coating technologies for particulate products“.	ab Herbst 2025
Internet-präsenz	Rasche & umfassende Verbreitung der Ergebnisse	Veröffentlichung auf den Seiten des IUTA	ab Herbst 2025
Publikation	Veröffentlichung der Ergebnisse in intern. Fachzeitschriften	Vorstellung des M-EHDM in OpenFOAM	ab Herbst 2025

7 Literaturverzeichnis

- [1] R. Mueller, L. Mädler und S.E. Pratsinis, „Nanoparticle synthesis at high production rates by flame spray pyrolysis,“ *Chemical Engineering Science*, Vol. 58, pp. 1969–1976, 2003.
- [2] K. Wegner, B. Schimmöller, B. Thiebaut, C. Fernandez und T. N. Rao, „Pilot Plants for Industrial Nanoparticle Production by Flame Spray Pyrolysis,“ *KONA Powder and Particle Journal*, Vol. 29, pp. 251–265, 2011.
- [3] C.R. Bickmore, K.F. Waldner, D.R. Treadwell und R.M. Laine, „Ultrafine spinel powders by flame spray pyrolysis of a magnesium aluminum double alkoxide,“ *Journal of the American Ceramic Society*, Vol. 79, pp. 1419–1423, 1996.
- [4] N. Mandzy, E. Grulke und T. Druffel, „Breakage of TiO₂ agglomerates in electrostatically stabilized aqueous dispersions,“ *Powder Technology*, Vol. 160, pp. 121–126, 12 2005.
- [5] R. Marczak, D. Segets, M. Voigt und W. Peukert, „Optimum between purification and colloidal stability of ZnO nanoparticles,“ *Adv. Powder Technol.*, Vol. 21 (1), pp. 41–49, 2010.
- [6] R. Cao, H. Tan, Y. Xiong, H. Mikulčić, M. Vujanović, X. Wang und N. Duić, „Improving the removal of particles and trace elements from coal-fired power plants by combining a wet phase transition agglomerator with wet electrostatic precipitator,“ *J. Clean. Prod.*, Vol. 161, pp. 1459–1465, 2017.
- [7] S. Abbott, *Particle Formulation Science: Principles and Practice*. Ipswich, UK: Steven Abbott, 2020.
- [8] C.M. Hansen, *Hansen Solubility Parameters: A User's Handbook*, Second Edition, CRC Press, 2007.
- [9] F. MacHui, S. Langner, X. Zhu, S. Abbott und C.J. Brabec, „Determination of the P3HT:PCBM solubility parameters via a binary solvent gradient method: Impact of solubility on the photovoltaic performance,“ *Sol. Energy Mater. Sol. Cells*, Vol. 100, pp. 138–146, 2012.
- [10] S.V. Alekseenko, V.A. Antipin, A.V. Bobylev und D.M. Markovich, „Application of PIV to velocity measurements in a liquid film flowing down an inclined cylinder,“ *Exp. Fluids*, Vol. 43 (2–3), pp. 197–207, 2007.
- [11] IGF-Projekt 20305 N, „Mehrphasenströmungssimulation zur verfahrens-technischen Optimierung der Herstellung prozessierbarer Dispersionen aus hochspezifischen gasgetragenen Nanopartikeln mittels direkter Überführung in Trägerflüssigkeiten (ODIN)“.
- [12] K.C. Schifftner und H.E. Hesketh, *Wet Scrubbers*, 2nd Edition. CRC Press, 1996.
- [13] S. Kaiser, „Modellierung und Simulation von elektrostatischen Abscheidern nasser Bauart,“ TU Dortmund, 2012.
- [14] T. van der Zwaag, S. Haep und K.G. Schmidt, „Modellierung von elektrohydrodynamischen Wechselwirkungen im Abgas einer Druckkohlen-staubfeuerung,“ in *21. Deutscher Flammentag; Verbrennung und Feuerungen*, pp. 617–618, 2003.
- [15] B. Ohtani, O.O. Prieto-Mahaney, D. Li und R. Abe, „What is Degussa (Evonik) P25? Crystalline composition analysis, reconstruction from isolated pure particles and

- photocatalytic activity test," *J Photochem Photobiol A Chem*, Vol. 216 (2–3), pp. 179–182, 2010.
- [16] D. Lerche, "Comprehensive characterization of nano-and microparticles by in-situ visualization of particle movement using advanced sedimentation techniques," *KONA Powder and Particle Journal*, Vol. 36, pp. 156–186, 2019.
 - [17] S. Abbott und H. Yamamoto, *Hansen Solubility Parameters in Practice*, 2023.
 - [18] S. Abbott, "Solubility, similarity, and compatibility: A general-purpose theory for the formulator," *Curr Opin Colloid Interface Sci*, Vol. 48, pp. 65–76, 2020.
 - [19] O. Anwar, S. Bapat, J. Ahmed, X. Xie, J. Sun und D. Segets, "Hansen parameter evaluation for the characterization of titania photocatalysts using particle size distributions and combinatorics," *Nanoscale*, Vol. 14 (37), pp. 13593–13607, 2022.
 - [20] O. Anwar, A.S. Amin, A. Amin, M.A. Kräenbring, F. Özcan und D. Segets, "Determination of Hansen Parameters of Nanoparticles: A Comparison of Two Methods Using Titania, Carbon Black, and Silicon/Carbon Composite Materials. *Particle and Particle Systems Characterization*, Vol. 40 (11), pp. 2300050, 2023.
 - [21] T. Detloff, T. Sobisch und D. Lerche, "Particle size distribution by space or time dependent extinction profiles obtained by analytical centrifugation (concentrated systems)," *Powder Technol*, Vol. 174 (1–2), pp. 50–55, 2007.
 - [22] S. Bapat, S. Kilian, H. Wiggers und D. Segets, "Towards a framework for evaluating and reporting Hansen solubility parameters: applications to particle dispersions," *Nanoscale Adv*, Vol. 3 (15), pp. 4400–4410, 2021.
 - [23] A.S. Amin, D. Lerche, A.S. Odungat, S.U. Boehm, T. Koch, F. Özcan und D. Segets, "A Procedure for Rational Probe Liquids Selection to Determine Hansen Solubility Parameters," *ChemCatChem*, Vol. 16 (6), e202301393, 2024.
 - [24] T. van der Zwaag, S. Haep, K.G. Schmidt, "Simulation of Electrical Effects with Respect to Fine Particle Separation at Conditions of Pressurized Pulverized Coal Combustion", *6th International Symposium & Exhibition "Gas Cleaning at High Temperatures"*, Osaka, 2005.
 - [25] H.-J. Schmid, *Zum Partikeltransport in Elektrischen Abscheidern*, Karlsruher Institut für Technologie, 1999.
 - [26] A. Sorokin, X. Vancassel, P. Mirabel, "Emission of ions and charged soot particles by aircraft engines," *Atmospheric Chemistry and Physics*, Vol. 3, 2003.
 - [27] A. Maisels, F. Jordan, H. Fissan, "Dynamics of the aerosol particle photocharging process," *Journal of applied Physics*, Vol. 91 (5), pp. 3377–3383, 2002.
 - [28] P.A. Lawless, "Particle charging bounds, symmetry relations, and an analytic charging rate model for the continuum regime," *J. Aerosol Sci.*, Vol. 27 (2), pp. 191–215, 1996.
 - [29] F.W. Peek, *Dielectric phenomena in high-voltage engineering*, McGraw-Hill Book Company, Inc., 1929.
 - [30] C.W. Hirt, B.D. Nichols, "Volume of fluid (VoF) method for the dynamics of free boundaries," *Journal of Computational Physics*, Vol. 39 (1), pp. 201–225, 1981.

- [31] J. Brackbill, D. Kothe, C. Zemach, "A continuum method for modeling surface tension," *Journal of Computational Physics*, Vol. 100 (2), pp. 335-54, 1992.
- [32] J. Pettersson, S. Andersson, L. Bäfver, M. Strand, "Investigation of the Collection Efficiency of a Wet Electrostatic Precipitator at a Municipal Solid Waste-Fueled Combined Heat and Power Plant Using Various Measuring Methods," *Energy Fuels*, Vol. 33, pp. 5282-5292, 2019.
- [33] A. Sadeghpour, F. Oroumiyeh, Y. Zhu, D.D. Ko, H. Ji, A.L. Bertozzi, Y.S. Ju, "Experimental study of a spring-based counterflow wet electrostatic precipitator for collection of fine and ultrafine particles," *Journal of the Air & Waste Management Association*, Vol. 71(7), pp. 851-865, 2021.
- [34] C. Teng, J. Li, „Performance of reduction on particle emission by combining the charged water drop atomization and electrical field in wet electrostatic precipitator," *Process Safety and Environmental Protection*, Vol. 155, pp. 543-554, 2021.
- [35] M.M. Badami, R. Tohidi, M. Aldekheel, V.J. Farahani, V. Verma, C. Sioutas, "Design, optimization, and evaluation of a wet electrostatic (ESP) for aerosol collection," *Atmospheric Environment*, Vol. 308, pp. 119858, 2023.
- [36] Stadtwerke Duisburg, „Chemisch-physikalische Wasseranalyse, Jahres-mittelwerte 2023 und Quartal 2024/3," URL: https://www.stadtwerke-duisburg.de/fileadmin/user_upload/Veroeffentlichungen/Trinkwasser-analyse_Sued.pdf (aufgerufen am 24.06.2025).
- [37] C. Lübbert, "Zur Charakterisierung des gequenchten Zustandes im Elektroabscheider," Brandenburgische Technische Universität Cottbus-Senftenberg, Cottbus, 2012