



# **Charakterisierung eines Einschneckenextruders zur Herstellung von Pyrolysekoks-Pasten**

**Diplomarbeit**  
von

**Omid-Henrik Elhami**

Aufgabensteller:

Prof. Dr.-Ing. Jörg Sauer

Betreuer:

Dipl.-Ing. Thomas Nicoleit

M.Sc. Andreas Niebel

Oktober 2013

# Erklärung

Hiermit versichere ich, die vorliegende Arbeit selbstständig verfasst, keine anderen als die angegebenen Quellen und Hilfsmittel benutzt und die wörtlich oder inhaltlich übernommenen Stellen als solche kenntlich gemacht zu haben.

Ich erkläre mich damit einverstanden, dass diese Arbeit der Öffentlichkeit ganz oder in Auszügen, in gedruckter Form in der Bibliothek des Instituts für Katalysforschung und –technologie, sowie als elektronisch publiziertes Dokument auf dem Datenserver zugänglich gemacht wird. Dies beinhaltet die Möglichkeit, die Arbeit ganz oder in Auszügen zu kopieren.

Karlsruhe, 25. Oktober 2013

# Danksagung

An dieser Stelle möchte ich mich bei all denen bedanken, die mich bei der Erstellung meiner Diplomarbeit unterstützt haben.

An erster Stelle danke ich Herrn Professor Sauer für die Möglichkeit, diese Diplomarbeit in seiner Arbeitsgruppe durchzuführen, für das stete Interesse und die daraus resultierenden ergiebigen Diskussionen;

Besonderer Dank gilt auch meinen Betreuern Herren M.Sc. Andreas Niebel und Dipl.-Ing. Thomas Nicoleit für die aktive Betreuung und Unterstützung bei allen Frage und Problemstellungen und während der Durchführung der Arbeit.

Herrn Azad Emin vom Institut für Bio- und Lebensmittelverfahrenstechnik danke ich für die Beantwortung zahlreicher Fragen.

Weiterhin gilt mein Dank allen Mitarbeiterinnen und Mitarbeitern des Instituts für die angenehme Atmosphäre, ihre Unterstützung und ihre Hilfsbereitschaft.

# Inhaltsverzeichnis

Symbolverzeichnis .....	IV
<b>1 Einleitung .....</b>	<b>1</b>
<b>2 Grundlagen .....</b>	<b>3</b>
2.1 Das Karlsruher bioliq®-Verfahren .....	3
2.1.1 Schnellpyrolyse .....	4
2.1.2 Hochdruck-Flugstromvergasung .....	5
2.2 Extrusion .....	6
2.2.1 Bauformen.....	6
2.2.2 Aufbau des Einschneckenextruders.....	7
2.2.3 Fördern und Druckaufbau .....	10
2.2.4 Mischen und Homogenisieren.....	13
2.2.5 Wärmeaustausch und Temperaturverlauf .....	14
2.3 Pasten .....	16
2.3.1 Definition und Abgrenzung.....	16
2.3.2 Rheologische Grundlagen.....	17
2.3.3 Mechanisches Modell der Paste .....	20
2.3.4 Abhängigkeit der Pastenrheologie von Suspensionsparameter .....	21
2.4 Industrielles Extrudieren von Pasten .....	24
2.4.1 Anwendungsgebiete.....	24
2.4.2 Skalierbarkeit von Extrusionsprozessen.....	25
<b>3 Materialien und Methoden .....</b>	<b>27</b>
3.1 Einsatzstoffe.....	27
3.1.1 Feststoff .....	27
3.1.2 Fluid .....	27
3.2 Dosiersystem.....	28
3.2.1 Feststoffdosiersystem .....	28
3.2.2 Fluiddosiersystem .....	31
3.3 Einschneckenextruder.....	31
3.4 Messtechnik .....	33
<b>4 Ergebnisse und Diskussion .....</b>	<b>34</b>
4.1 Durchsatz .....	34
4.2 Feststoffkonzentration .....	36
4.3 Stabilität der Produkte .....	38
4.4 Sensitivitätsanalyse des Verfahrens.....	39
<b>5 Zusammenfassung und Ausblick .....</b>	<b>41</b>
<b>6 Literaturverzeichnis .....</b>	<b>42</b>
<b>7 Abbildungsverzeichnis .....</b>	<b>45</b>
<b>8 Anhang .....</b>	<b>47</b>

# Symbolverzeichnis

Symbol	Beschreibung	Einheit
b	Gangbreite, Rinnenbreite	[m]
d	Schneckenkerndurchmesser, Partikeldurchmesser	[m]
D	Schneckenaußendurchmesser	[m]
h	Gangtiefe	[m]
$\Delta h$	Enthalpiedifferenz	[J]
K	Konstante in der Fließfunktion nach der Potenzformel	[Pa·s <sup>n</sup> ]
L	Schneckenlänge, Rinnenlänge	[m]
$\dot{m}$	Massenstrom	[kg/s]
n	Exponent in der Fließfunktion nach der Potenzformel	-
N	Drehzahl	[1/min]
$p_g$	vom Porengas getragener Druck	[N/m <sup>2</sup> ]
$p_s$	Vom Feststoff getragener Druck	[N/m <sup>2</sup> ]
$p_\infty$	Umgebungsdruck	[N/m <sup>2</sup> ]
$\Delta p$	Druckgefälle entlang des Rohres	[N/m <sup>2</sup> ]
P	Antriebsleistung	[J/s]
$\dot{Q}$	Wärmestrom	[J/s]
$\dot{Q}_v$	Verlust-Wärmestrom	[J/s]
r	Rohrradius	[m]
s	Schneckenpiel	[m]
t	Gangsteigung	[m]
tr	treibende Flanke	-
$v_0$	Plattengeschwindigkeit im Rinnenmodell	[m/s]
$v_g$	Gleitgeschwindigkeit beim Gleitfließen	[m/s]
$v_k$	Geschwindigkeit in der Kernzone der Rohrströmung	[m/s]
$v_s$	Geschwindigkeit in der Scherzone der Rohrströmung	[m/s]
$v_{zs}$	Geschwindigkeit der Schleppströmung in z-Richtung im Rinnenmodell	[m/s]
$v_{zp}$	Geschwindigkeit der Druckströmung in z-Richtung im Rinnenmodell	[m/s]
V	Volumen	[m <sup>3</sup> ]
$\dot{V}$	Volumenstrom	[m <sup>3</sup> /s]
$\dot{V}_p$	vom Druckstrom verursachter Volumenstrom	[m <sup>3</sup> /s]
$\dot{V}_s$	vom Schleppstrom verursachter Volumenstrom	[m <sup>3</sup> /s]

<b>Symbol</b>	<b>Beschreibung</b>	<b>Einheit</b>
$\gamma$	Einstellparameter am Drehzähler der Dosierschnecke	-
$\beta$	Exponent der Gangsteigungswinkel beim Upscaling	-
$\dot{\gamma}$	Schergeschwindigkeit	[1/s]
$\eta$	dynamische Viskosität	[Pa·s]
$\mu_s$	Reibungskoeffizient	-
$\nu$	Exponent der Drehzahl beim Upscaling	-
$\rho$	Dichte	[kg/m <sup>3</sup> ]
$\sigma$	Normalspannung	[N/m <sup>2</sup> ]
$\tau$	Schubspannung	[N/m <sup>2</sup> ]
$\tau_0$	Fließgrenze	[N/m <sup>2</sup> ]
$\varphi$	Steigungswinkel der Schneckenflanken	[°]
$\Phi$	Feststoffvolumenkonzentration	-
$\psi$	Exponent der Gangtiefe beim Upscaling	-
$\omega$	Exponent der Schneckenlänge beim Upscaling	-

# 1 Einleitung

Im letzten Jahrhundert ist global ein extremer Anstieg des Energieverbrauchs zu verzeichnen. Hierbei bilden die fossilen Energieträger mit einem Anteil von 81% die Basis der Energieversorgung (International Energy Agency, 2011). Die weltweiten Ressourcenvorkommen dieser fossilen Energieträger sind regional ungleich verteilt. Deshalb müssen viele große Industrienationen, unter anderem auch Deutschland, einen Großteil ihrer benötigten Rohstoffe importieren. Über 95 Prozent des Ölbedarfs und über 80 Prozent des Gas- und Kohlebedarf in Deutschland werden derzeit importiert (BMWI, 2013). Der hohe Anteil an importierten fossilen Brennstoffen verursacht weltweit eine immense politische und ökonomische Abhängigkeit der Importländer von den Förderländern. Doch nicht nur aus politischer und ökonomischer Sicht, sondern auch vom ökologischen Standpunkt aus betrachtet ist eine Reduktion des Anteils an fossilen Brennstoffen am Energiemix langfristig zwingend erforderlich. Der übermäßige Verbrauch an fossilen Energieträgern und die damit verbundene CO<sub>2</sub>-Emission führen zu einem globalen Klimawandel, dessen Konsequenzen bislang unabsehbar sind. Mit der reduzierten Verwendung fossiler Energieträger muss parallel die konsequente Steigerung des Anteils erneuerbarer Energien am Energiemix einhergehen, um die Versorgungssicherheit zu gewährleisten und die Klimaziele einzuhalten. Daher ist die Energiewende eines der dominierenden Themen der letzten Jahre in der deutschen und internationalen Politik.

Als eine erneuerbare Energiequelle stellt die pflanzliche Biomasse eine Alternative zu fossilen Brennstoffen dar. Sie ist unter allen erneuerbaren Energien die einzige, die neben Strom und Wärme auch einen Kraftstoff- bzw. Brennstoff liefern kann. Ein zukunftsweisender Prozess zur stofflichen und energetischen Verwendung der Biomasse ist das Karlsruher bioliq<sup>®</sup>-Verfahren. Primäres Ziel dieses Verfahrens ist eine möglichst effiziente Nutzung trockener Restbiomasse bei der Erzeugung von Kraftstoffen oder anderer hochwertiger chemischer Grundstoffe mit Strom und Wärme als Nebenprodukten (Steiwand, 2011). Hierbei wird zunächst die getrocknete und zerkleinerte Biomasse mit einer Schnellpyrolyse thermisch zersetzt. Es entstehen ein Pyrolysekondensat und ein Kohlepulver, der sogenannte Pyrolysekoks. Diese werden anschließend zu einer Suspension, der BioSynCrude<sup>®</sup>, gemischt und in einem Hochdruckflugstromvergaser zur Reaktion gebracht. Das entstehende Produkt, ein Gemisch aus Kohlenmonoxid und Wasserstoff, wird Synthesegas genannt und ermöglicht mit dem Stand der Technik den Zugang zu einer Vielzahl wichtiger chemischer Grundprodukte die in Abbildung 1-1 aufgezeigt sind (Dahmen, et al., 2007a).

Ein besonderer Aspekt beim bioliq<sup>®</sup>-Verfahren ist die räumliche Trennung der verschiedenen Prozess-Stufen: Zunächst wird die Biomasse regional pyrolysiert, wobei durch die Vermischung des Pyrolysekondensats und des Pyrolysekoks der hochviskose energiereiche BioSynCrude<sup>®</sup> erzeugt wird. Dieser hat eine Energiedichte von ca. 20 GJ/m<sup>3</sup> und ist als energiereiches Zwischenprodukt wirtschaftlich über größere Strecken transportierbar. Zum Vergleich: die Energiedichte von kompakte Strohballen liegt bei etwa 2 GJ/m<sup>3</sup>; die von Dieselmotorkraftstoff beträgt 36 GJ/m<sup>3</sup> (Dahmen, et al., 2007a). Damit haben die zentral gelegenen Flugstromvergaser ein größeres Einzugsgebiet und können in wirtschaftlich sinnvollen Dimensionen gebaut werden.

Es stellt sich die Frage, in welcher Form die Produkte der Pyrolyse am besten gehandhabt, gemischt, gelagert und transportiert werden können. Eine Idee ist es, Extruder zum Mischen von Pyrolysekondensaten und Pyrolysekoks zu verwenden. Gewünscht ist ein hochkonzentrierte Slurry bzw. Paste mit möglichst hohem Verhältnis von Koks zu Kondensat. Dennoch muss der BioSynCrude<sup>®</sup> förderbar und bei hohem Druck (80 bar) im Reaktor zerstäubbar sein. Eine vielversprechende Variante zum Mischen, Fördern und Eintragen eines möglichst kokshaltigen hochviskosen Slurrys in die Hochdruckvergasung stellt das Extrudieren

dar. Ziel dieser Arbeit ist daher die Inbetriebnahme und Charakterisierung eines Einschnecken-Extruders zur Herstellung von Pyrolysekokspasten.

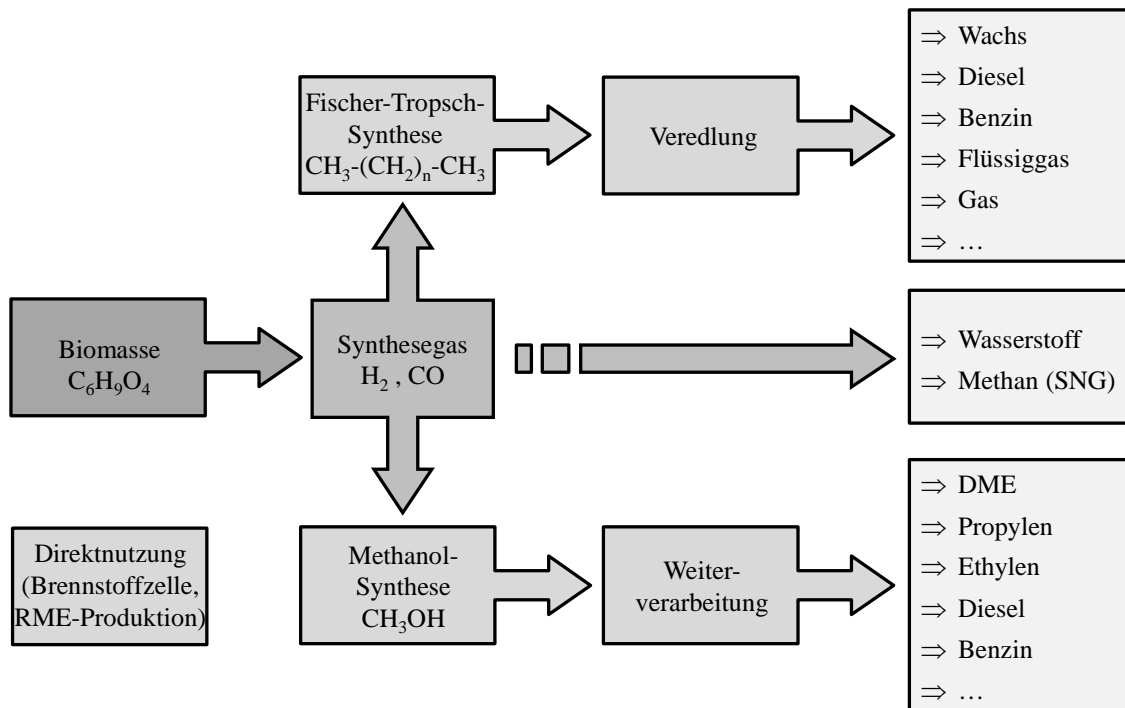


Abbildung 1-1: chemische Pfade zu synthetischen Produkten aus Biomasse (Dahmen, 2010)



## 2 Grundlagen

### 2.1 Das Karlsruher bioliq<sup>®</sup>-Verfahren

Im Forschungszentrum Karlsruhe wird ein zweistufiges Verfahren zur Herstellung von hochwertigen Synthesekraftstoffen und organischen Grundchemikalien aus trockener Biomasse entwickelt. Das sogenannte bioliq<sup>®</sup>-Verfahren setzt dabei im Wesentlichen auf die Verwertung von Reststoffen wie z. B. Überschussstroh aus der Getreideernte oder Schlagabraum bei der Stammholzverarbeitung. Dadurch soll bewusst die Konkurrenz zur Nahrungsmittelproduktion vermieden werden. Aschereiche Biomasse wie z.B. Stroh oder Heu haben aber eine geringe volumetrische Energiedichte ( $\approx 2 - 2.5 \text{ GJ/m}^3$ ) und können auch in Form kompakter Quaderballen ( $\rho \approx 150 \text{ kg/m}^3$ ) nicht wirtschaftlich über weite Strecken transportiert werden. Dabei ist dies zur Versorgung und Auslastung der angestrebten Großanlagen im Gigawattbereich notwendig (Kornmayer, 2009).

In der ersten Stufe des Verfahrens wird durch die Schnellpyrolyse eine Erhöhung der volumetrischen Energiedichte erreicht. Die Zwischenprodukte, eine Mischung aus festem Koks und flüssigen Teerkondensaten, besitzen eine 10-mal höhere Energiedichte ( $20\text{-}25 \text{ GJ/m}^3$ ) im Vergleich zur ursprünglichen Biomasse, wodurch auch ein wirtschaftlicher Transport über großer Strecken (+200 km) möglich ist (Abbildung 2-1) (Kornmayer, 2009).

Der Pyrolysekoks wird mit den Pyrolysekondensaten zur einem pumpfähigen Pyrolyse-Slurry oder Paste vermischt, welcher den Eingangsstrom der zweiten Stufe bildet. Ein Flugstrom-Druckvergaser bildet die zweite Stufe des Verfahrens. Hier wird der Slurry zu einem teerfreien und  $\text{CH}_4$ -armen Rohsynthesegas umgesetzt. Nach Reinigung und Konditionierung wird das Reinsynthesegas in kommerziell verfügbaren, katalysierten Prozessen wie z.B. der Methanol-, DME- oder Fischer-Tropsch-Synthese eingesetzt (Kornmayer, 2009).

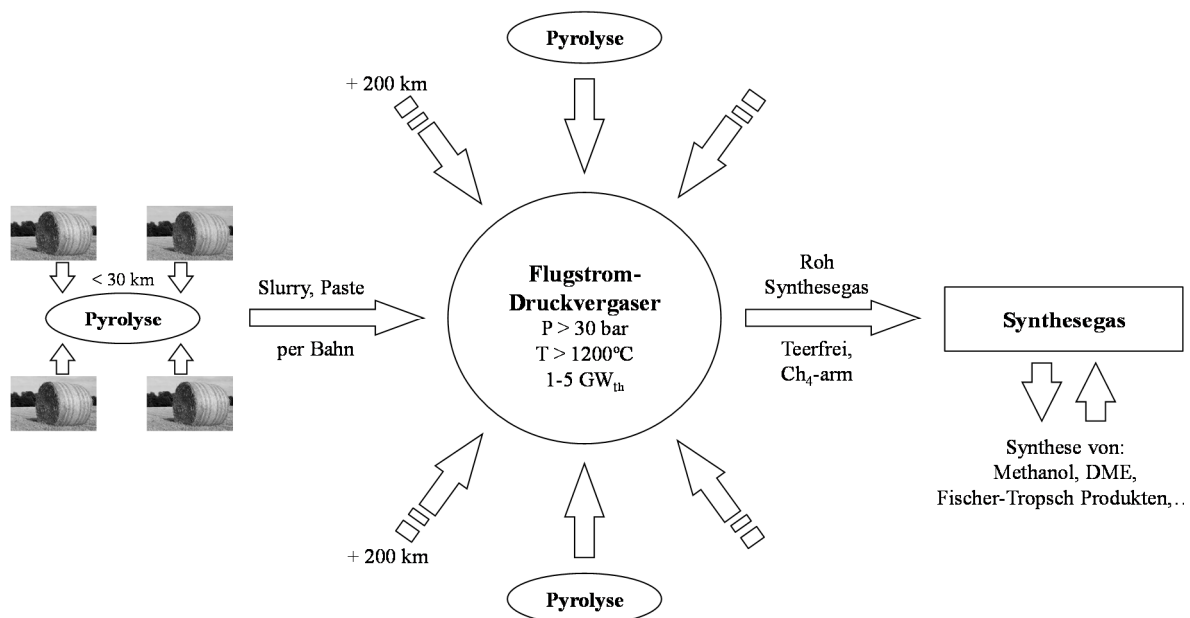


Abbildung 2-1: Das 2-stufige bioliq<sup>®</sup>-Verfahren mit regionaler Schnellpyrolyse und zentraler Synthesegaserzeugung (Kornmayer, 2009)

### 2.1.1 Schnellpyrolyse

Abbildung 2-2 zeigt ein vereinfachtes Verfahrensschema der Schnellpyrolyse des bioliq<sup>®</sup>-Verfahrens. Bei der Pilotanlage wird derzeit luftgetrocknetes und auf 10 mm gehäckseltes Stroh verwendet (Raffelt, et al., 2006). Die Biomasse wird anschließend bei Umgebungsdruck unter Luftausschluss in einem Doppelschnecken-Mischreaktor mit einem bis zu 10-fachen Überschuss an heißem Sand als Wärmeträger auf etwa 500°C aufgeheizt und thermisch zersetzt (Dahmen, et al., 2007b).

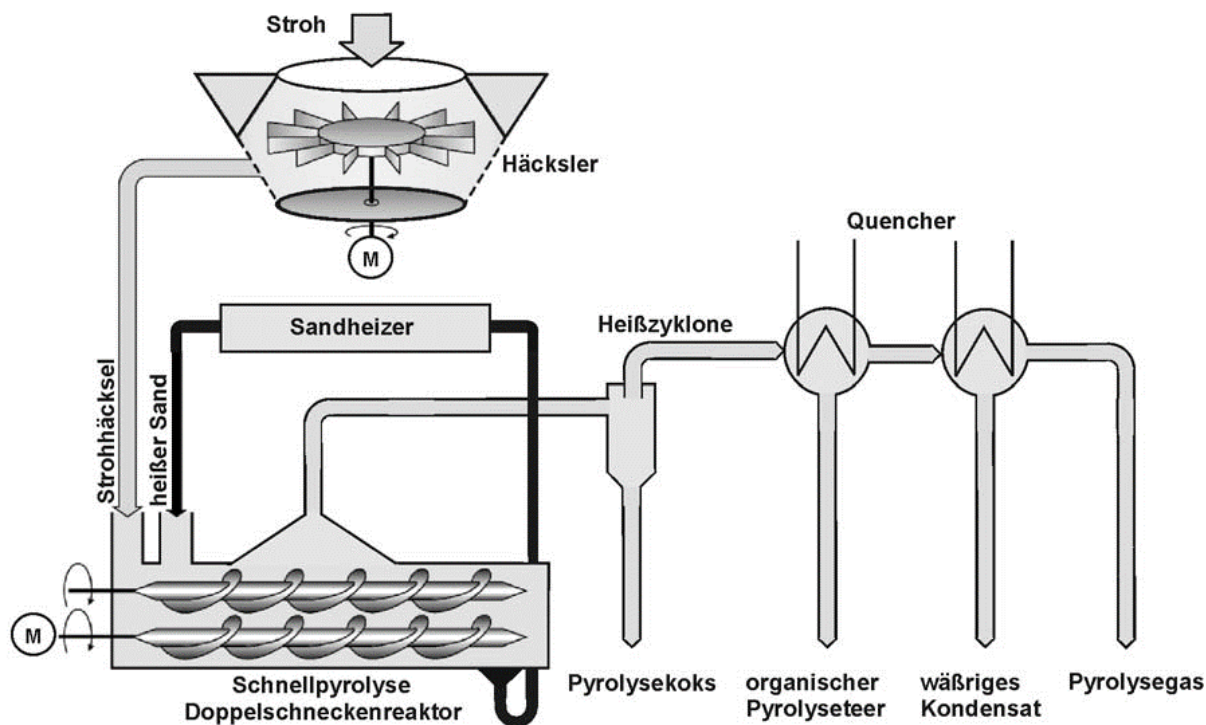
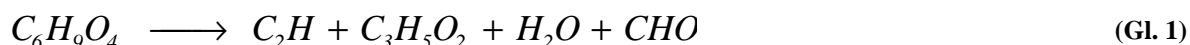


Abbildung 2-2: vereinfachtes Schema der Schnellpyrolyse (Panzer, 2011)

Empirisch lässt sich die Schnellpyrolyse von Lignocellulose als Hauptbestandteil der eingesetzten trockenen Biomasse durch die folgende Reaktionsgleichung beschreiben (Gl. 1).



Die Reaktionsprodukte sind Koks ( $C_2H$ ), Holzteer ( $C_3H_5O_2$ ), Wasser ( $H_2O$ ) und gasförmige Produkte ( $CHO$ ). Der entstandene Strohkoks wird durch die Reibung mit dem Wärmeträger und den Reaktorwänden zerkleinert und kann als Koksstaub zusammen mit den Pyrolysedämpfen abgesaugt und in einem Heißgaszyklon abgeschieden werden. Durch einstufiges Quenchen der Pyrolysedämpfe fällt ein homogenes Kondensat an, welches durch Reaktionswasser und Gutsfeuchte zu ca. 20% aus Wasser besteht. Diese Kondensate sind instabil und neigen zur spontanen Abscheidung einer wässrigen Phase. Um dies zu vermeiden, werden die Pyrolysegase in zwei Stufen kondensiert: im ersten Quenchkühler werden bei ca. 110°C die organischen Substanzen kondensiert. Dieses zähviskose, ölhaltige Kondensat hat einen Heizwert von etwa 20 MJ/kg und kann direkt in die Flugstromvergasung gegeben werden. Im zweiten Quenchkühler wird bei möglichst niedrigen Temperaturen von ca. 40°C das wässrige Kondensat abgeschieden, welches wegen seines geringen Heizwertes mit dem Pyrolysekoks (Heizwert von etwa 30 MJ/kg) zu einer Suspension, dem sogenannte BioSynCrude<sup>®</sup>, vermischt werden muss, um in die Flugstromvergasung eingespeist zu werden. Die nicht kondensierbaren Gase werden verbrannt und tragen über Trocknung und Vorheizung der Edukte zur Energiedeckung des Prozesses bei (Nicoleit, 2012).

Die Qualität aber auch die Quantität der Pyrolyseprodukte hängen dabei stark von der Beschaffenheit der Biomasse und den Prozessparametern ab. Es entstehen ca. 40-70% Pyrolysekondensat und 15-40% Pyrolysekoks (Henrich, et al., 2005).

### 2.1.2 Hochdruck-Flugstromvergasung

Der vom ehemaligen Deutschen Brennstoffinstitut (DBI) in Freiberg entwickelte Flugstrom-Druckvergaser mit Kühlschirm eignet sich um die Zwischenprodukte aus der Schnellpyrolyse des Karlsruher bioliq<sup>®</sup>-Verfahrens zu Synthesegas umzusetzen (Abbildung 2-3). Der BioSynCrude<sup>®</sup> wird nach dem Anmischen zur Vergasereinheit transportiert und im Vergaser durch eine hohe Relativgeschwindigkeit mit technischem Sauerstoff in einer Düse zerstäubt. Die Umsetzung zum Synthesegas erfolgt bei Temperaturen  $>1200^{\circ}\text{C}$  oberhalb des Ascheschmelzpunkts. Aufgrund des hohen Aschegehalts im Kokspulver bildet sich im Reaktor neben dem Rohsynthesegas eine Schlacke. Diese schlägt sich schmelzflüssig auf einen speziell entwickelten Kühlschirm nieder und läuft kontinuierlich nach unten ab. Die Schlackeschicht übernimmt hierbei die Funktion einer Ausmauerung und schützt den Kühlschirm. Außerdem wird so die zylindrische Außenhülle des Reaktors geschützt und nur moderaten Temperaturen ausgesetzt. Im unteren Teil des Reaktors wird die Schlacke nach einer Wasserquenche über eine Schlackenschleuse ausgetragen (Kornmayer, 2009).

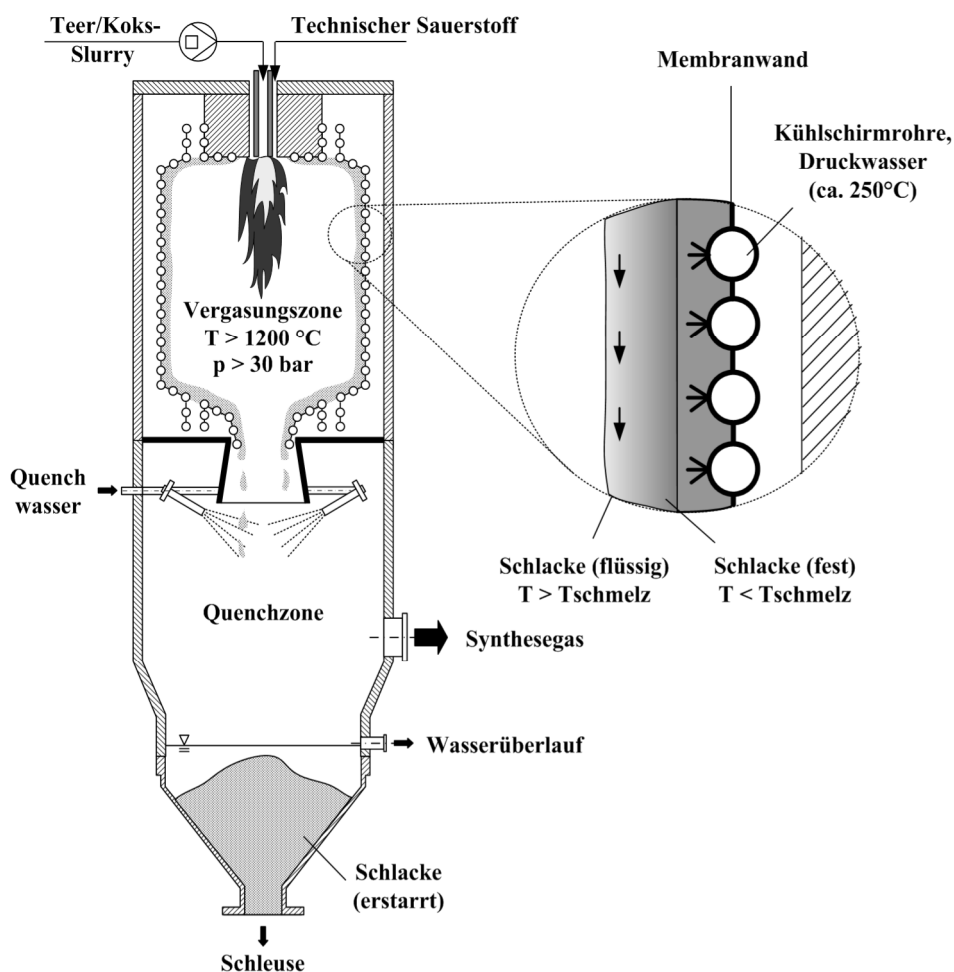


Abbildung 2-3: schematische Darstellung eines Flugstromdruckvergasers mit Kühlschirm (Kornmayer, 2009)


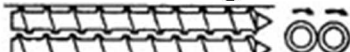
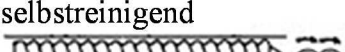

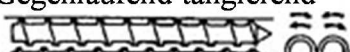
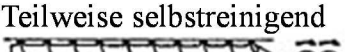

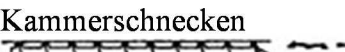
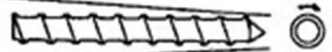
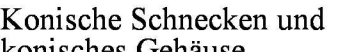
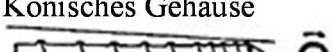
## 2.2 Extrusion

### 2.2.1 Bauformen

Extruder sind Schneckenpressen, die feste bis dickflüssige Massen aufnehmen und gleichmäßig aus einem formgebenden Werkzeug pressen. Dieses Verfahren wird als Extrusion bezeichnet (Wagner, 2011). Je nach Produkt kann dabei mit Drücken bis zu 800 bar gearbeitet werden (Martin, 2001).

Schnecken-Extruder können je nach Anwendungsfall unterschiedliche Bauformen besitzen. Es wird zwischen Ein- und Doppelschneckenextrudern unterschieden wobei jeweils verschiedene Schneckenformen und -anordnungen möglich sind (Tabelle 2-1).

Tabelle 2-1: Schneckenformen und -anordnungen (Benbow, et al., 1993)

Einwellenschnecken	Doppelschnecken (nicht ineinandergreifend)	Doppelschnecken (ineinandergreifend)
Gangprogressiv 	Gleichlaufend tangierend 	Gleichlaufend und selbstreinigend 
Kernprogressiv 	Gegenlaufend tangierend 	Teilweise selbstreinigend 
Wendeln im Zylinder 		Kammerschnecken 
Konisches Gehäuse 		Konische Schnecken und konisches Gehäuse 
Gangprogressiv und Konisches Gehäuse 		

Der relativ einfache Aufbau des Getriebes für einen Einschneckenextruder lässt hohe Antriebsmomente in der Verzahnung und hohe Kräfte in der Lagerung problemlos beherrschen (Kroll, 1977). Außerdem sind die Herstellungskosten dieser Bauform niedrig. Der Einschneckenextruder ist die am meisten verbreitete Bauform von Extrudern in der Kunststoffindustrie (Greif, et al., 2004).

Bei der Entwicklung von Doppelschnecken-Extrudern gab es in den vergangenen Jahrzehnten große Fortschritte hinsichtlich der Robustheit und Belastbarkeit. Auch der Energieverbrauch bei Doppelschnecken-Extruder ist wesentlich günstiger, was durch die neuesten Entwicklungen der Energiekosten zunehmend an Bedeutung gewinnt. Außerdem sind Doppelschneckenextruder in mehrerer Hinsicht verfahrenstechnisch vielseitiger einzusetzen als Einschneckenextruder, da sie sich nicht nur konstruktiv sondern auch in der zugrundeliegenden Arbeitsweise von den Einschneckenextrudern unterscheiden (Kroll, 1977). Ein Vergleich der unterschiedlichen Maschinensysteme anhand der verfahrenstechnischen Beurteilungskriterien ist in Tabelle 2-2 aufgeführt worden.

Viele Gründe, nicht zuletzt aber die oben geschilderten, führen dazu, dass in jüngster Zeit dem Doppelschneckenextruder häufig der Vorzug gegeben wird (Kroll, 1977).

Tabelle 2-2: Vergleich der Extrusionskonzepte. +++ sehr gut, ... – schlecht (Greif, et al., 2004)

	Einschnecken- Extruder	Doppelschnecken-Extruder	
		Gegenlaufend dichtkämmend	Gleichlaufend
Einzug von Feststoff	+	+++	+++
Verteilen	++	+	+++
Zerteilen	++	+++	+++
Selbstreinigung	-	+++	+++
Druckaufbau	++	+++	+
Schnecken Aufbau	Einteilig	Einteilig	Modular
Extrudergrößen (mm)	20 bis 600	25 bis 160	16 bis 380
Durchsatz (kg/h)	5 bis 30000	1 bis 2000	1 bis 50000

### 2.2.2 Aufbau des Einschneckenextruders

Abbildung 2-4 zeigt den prinzipiellen Aufbau eines Extruders. Der Einschneckenextruder besitzt einen feststehenden beheizten Zylinder, in dem sich eine Schnecke dreht. Die Schnecke zieht das durch eine radiale Zylinderöffnung zugegebene Material ein. Das Produkt wird am anderen Ende des Extruders aus einer Düse (formgebendes Extrusionswerkzeug) gepresst. Der Zylinder und die Düse können bei Bedarf gekühlt oder beheizt werden.

Die wichtigsten Komponenten eines konventionellen Einschneckenextruders sind:

#### Der Einfülltrichter

Der Einfülltrichter sitzt auf dem Zylinder des Extruders und hat die Aufgabe, den Extruder gleichmäßig mit Material zu beschicken. Trichter haben meist eine kegelartige Form und sind im unteren Bereich zur Füllstandskontrolle mit Schaugläsern ausgestattet. Die Materialzufuhr durch den Trichter kann mit einem Schieber reduziert oder vollständig unterbrochen werden.

#### Der Zylinder

Der Zylinder ist mit der einen Stirnseite an der Antriebseinheit befestigt und besitzt im Bereich der Materialeinzugszone eine Öffnung im Mantel, auf die der Trichter montiert ist. Der konventionelle Einschneckenextruder besitzt einen Zylinder, der auf der gesamten Innenfläche glatt ist. Ein Nutbuchsenextruder hat jedoch in der inneren Oberfläche der Zylindereinzugszone Längsnute. Die Nuten verhindern das „auf der Stelle Drehen“ des Materials. Das Material wird in den Nuten von der Schneckenflanke in Richtung Schneckenspitze geschoben. So kann mit dem genuteten Zylinder insgesamt ein besseres Einzugs- und Durchsatzverhalten erzielt werden.

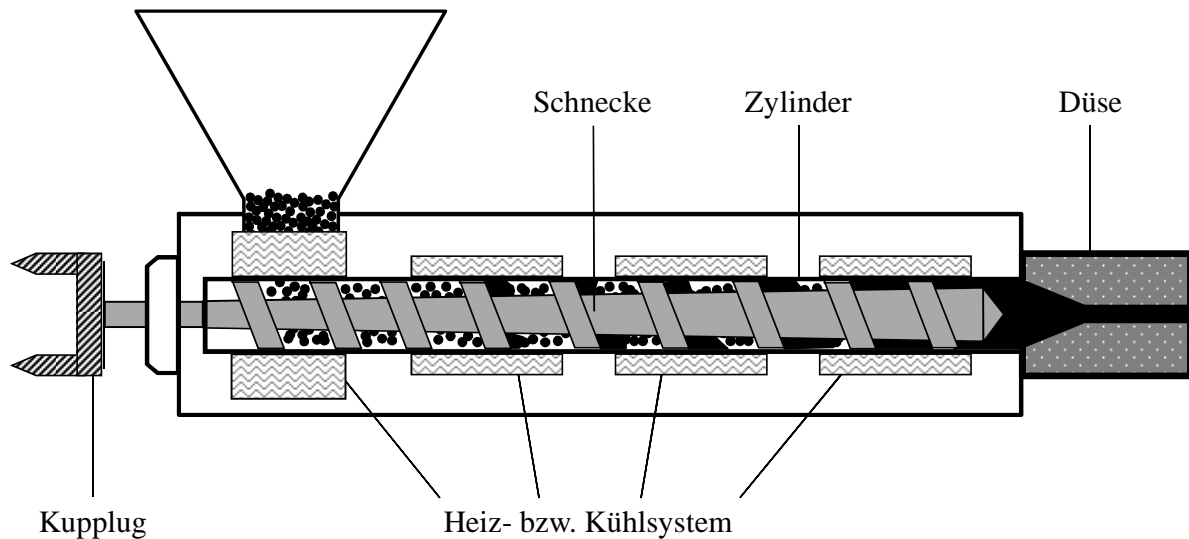


Abbildung 2-4: Schemazeichnung eines Einschneckenextruders (Thermo Fisher Scientific)

### Die Schnecke

Die Schnecke ist das wichtigste Maschinenelement des Extruders. Die Aufgaben einer Schnecke sind Materialeinzug, Fördern und Homogenisieren des Materials sowie Aufbau des notwendigen Drucks um die Düse zu durchströmen.

Bedingt durch die Vielzahl der Aufgaben ändert sich die Schneckengeometrie über der Schneckenlänge. Eine Liste üblicher Schneckenkonstruktionen für Einschneckenextruder befindet sich im Anhang. Eine der gebräuchlichsten Schneckenformen ist die Drei-Zonen-Schnecke (Abbildung 2-5). Dieser Schneckentyp besitzt, wie der Name bereits sagt, drei Zonen, die unterschiedliche Aufgaben erfüllen. Die Zonen werden entsprechend ihrer Funktion als „Einzugszone“, „Kompressionszone“ und „Austrag-, oder „Meteringzone“ bezeichnet.

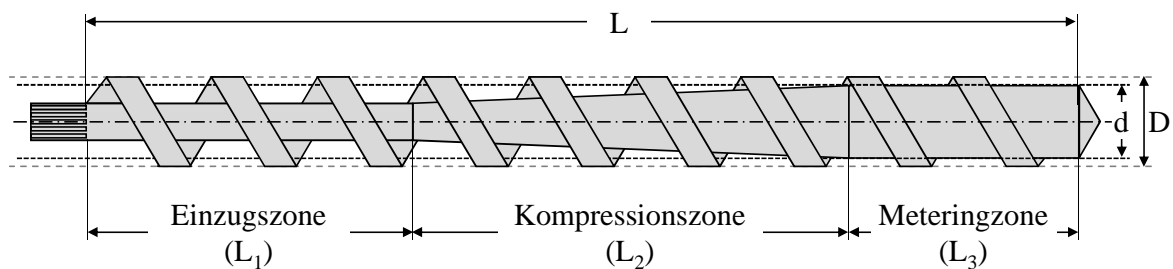


Abbildung 2-5: Einteilung der Funktionsbereiche einer Drei-Zonen-Schnecke (Hensen, et al., 1989)

Über den Trichter gelangt das Material in die Einzugszone der Schnecke. Durch die Schneckendrehung wird das Material eingezogen und durch die Flanken weitergefördert. Hierbei heißt die Flanke, die das Material zur Schneckenspitze drückt, aktive oder treibende Flanke. Die abnehmende Gangtiefe in der Kompressionszone verdichtet das Material. In der Meteringzone wird der notwendige Druck aufgebaut und der Stoff homogenisiert.

Wichtige Schneckenmerkmale sind Gangtiefe, Gangbreite, Gangsteigung und der Gangsteigungswinkel, welche in Abbildung 2-6 dargestellt sind. Ein direkter Kontakt zwischen Schnecke und Zylinder wird dadurch vermieden dass der Schneckendurchmesser immer etwas kleiner ist als der Zylinderinnendurchmesser. Dieser Spalt wird als Schneckenspiel bezeichnet. Ein Anhaltswert für das Schneckenspiel ist 0,1 bis 0,3 mm (Greif, et al., 2004).

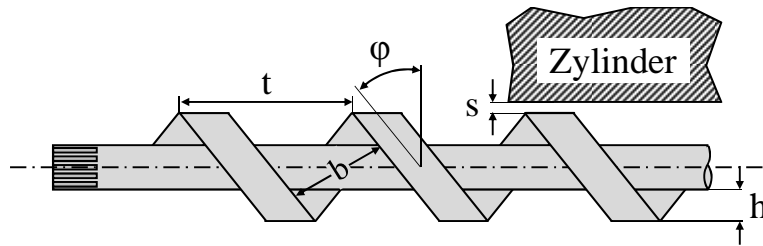


Abbildung 2-6: charakteristische Schneckenabmessungen (Hensen, et al., 1989)

h: Gangtiefe                      b: Gangbreite  
t: Gangsteigung                s: Schneckenspiel  
 $\varphi$ : Gangsteigungswinkel

Die wichtigsten Charakterisierungsparameter einer Schnecke sind das Längen-Durchmesser-Verhältnis ( $L/D$ ) und das Kompressionsverhältnis der Schnecke. Letzteres ist das Verhältnis der Gangtiefe in der Einzugszone zu der in der Austragszone ( $h_1/h_3$ ).

Im Nutbuchsenzylinder werden keine Drei-Zonen-Schnecken verwendet. Hier werden oft die Schnecken ohne Kompressionszone ausgeführt. Mehr dazu im Kapitel 2.2.3.

### Die Düse

Die Extrusionsdüse, auch Extrusionswerkzeug genannt, wird als Kopfstück an das austrittseitige Ende des Extruderzylinders angeflanscht. Das Extrudat bekommt durch das Durchströmen der Düse die gewünschte Querschnittsform. Die Düse verfügt über ein Temperiersystem und kann zur Messung von Produkttemperatur und -druck extra Bohrungen haben (Abbildung 2-7).

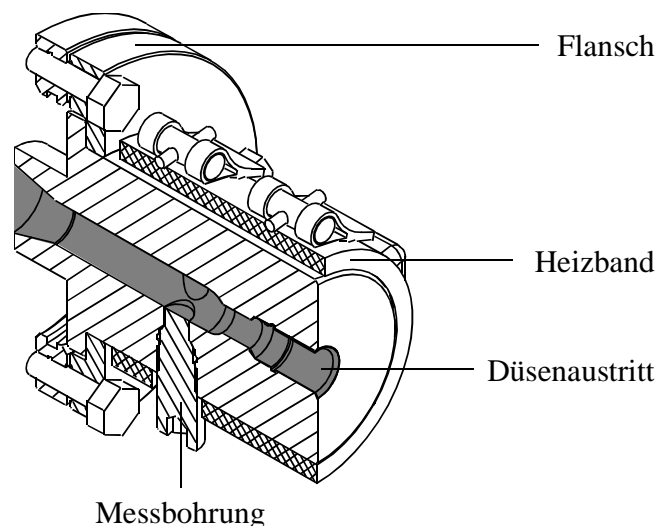


Abbildung 2-7: Querschnitt einer Düse mit zwei Messbohrungen (Thermo Fisher Scientific)

### Temperiersystem

Auf der äußeren Oberfläche des Zylinders befindet sich ein Temperiersystem, welches in mehrere voneinander unabhängige Zonen aufgeteilt ist. Zur Beheizung werden meist elektrische Widerstands-Heizbänder verwendet, die der äußeren Form des Zylinders angepasst sind. In speziellen Fällen kann zusätzlich die Schnecke von innen temperiert werden. Die Kühlung des Zylinders erfolgt über Gebläse, die Kühlluft durch radial am Zylinder verlaufende Rillen blasen.

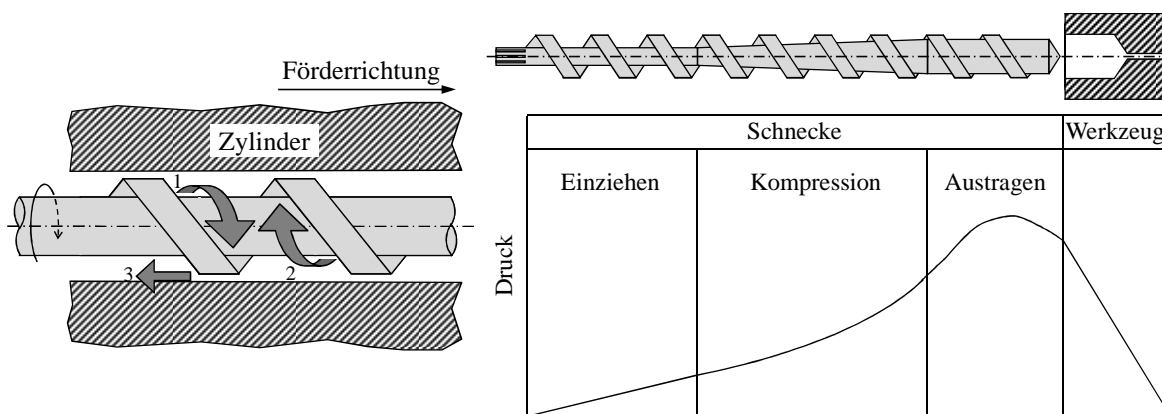
### 2.2.3 Fördern und Druckaufbau

Die Förderung des Materials im konventionellen Glattrohretruder wird durch Reibungskräfte zwischen den Materialteilchen und der Zylinderwand bzw. Schneckenoberfläche und zwischen den Materialteilchen selbst bewirkt. Wenn die Reibung zwischen Material und der Zylinderwand nicht vorhanden wäre, würde das Material an der Zylinderwand abgleiten und sich mit der Schnecke drehen. Es würde keine Vorwärtsbewegung entstehen. Umgekehrt wenn das Material zu stark an der Zylinderwand haften würde, würde es die axiale Förderung des Materials behindern (Benbow, et al., 1993).

Durch die Produktförderung entsteht eine Schleppestromung vom Produkteinlauf zur Düse. Diese verhält sich proportional zur Drehzahl (N) und der Gangtiefe (h). Sie ist unabhängig von den Fließeigenschaften des Mediums. Bei vollständig gefüllten Schneckengängen ist die Schleppestromung der Einzugszone wegen der größeren Gangtiefe um ein Mehrfaches größer als die der Austragszone (Martin, 2001). Durch ungleiche Fördermengen verschiedener Schneckenabschnitte, aber auch durch Rückstau der Masse vor der Düse, wird im Extruder Druck aufgebaut und es entsteht ein Staustrom (Druckstrom) (Greif, et al., 2004). Dieser ist je nach Druckverlauf entlang des Extruders dem Schleppestrom gleich oder entgegen gerichtet (Abbildung 2-8 und Abbildung 2-9).

Eine weitere Strömungskomponente ist die Leckströmung. Das ist der Teil, der durch den Spalt zwischen Extruderschnecke und Zylinderwand fließt. Da dieser Spalt sehr eng ist, erfährt das Material dort eine hohe Scherung. Die Folge dieser komplexen Strömungsverhältnisse ist eine gute Durchmischung des Materials im Extruder.

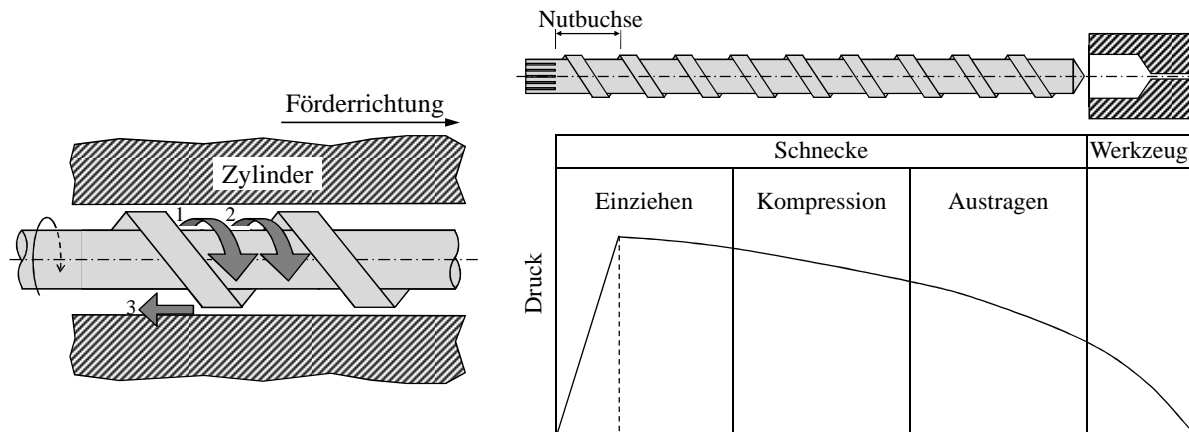
In der Meteringzone überlagern sich die oben genannten Ströme und führen zu einem Druckmaximum. Die Stelle dieses Druckmaximums resultiert aus der Schneckengeometrie, der Verfahrensparameter (z.B. Drehzahl, Temperatur, ...) und des Materialverhaltens (Abbildung 2-8) (Greif, et al., 2004).



**Abbildung 2-8: links: Schematische Darstellung der Strömungen im Glattrohretruder  
1: Schleppestrom, 2: Druckstrom, 3: Leckstrom  
rechts: Schematischer Druckverlauf im Glattrohretruder mit Werkzeug  
(Greif, et al., 2004)**

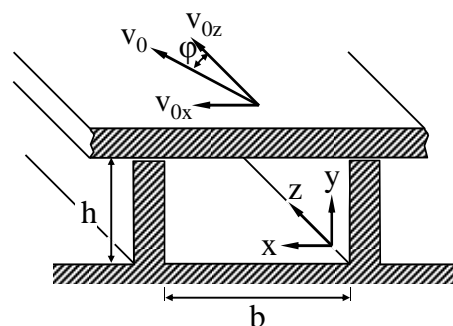
Bei dem Nutbuchsenextruder wird bereits in der Einzugszone der notwendige Druck zum Durchströmen der folgenden Zonen aufgebaut. Dieser Druck bewirkt eine Druckströmung in Richtung Schneckenspitze. Die Folge der gleichgerichteten Druck- und Schleppestromung ist eine wesentlich schlechtere Durchmischung des Materials und ein unterschiedlicher Druckverlauf im Vergleich zum Glattrohretruder (Abbildung 2-9).





**Abbildung 2-9:** links: Schematische Darstellung der Strömungen im Nutbuchsenextruder.  
**1: Schleppestrom, 2: Druckstrom, 3: Leckstrom**  
 rechts: Schematischer Druckverlauf im Nutbuchsenextruder mit Werkzeug  
 (Greif, et al., 2004)

Wegen des hohen Druckanstiegs in der Einzugszone des Nutbuchsenextruders werden hierfür keine Drei-Zonen-Schnecken verwendet. Hier wird oft auf die Kompressionszone verzichtet. Die mathematisch einfache Analyse der Strömung einer isothermen newtonschen Flüssigkeit in der Austragszone eines Extruders liefert wichtige Erkenntnisse für die Extrusionstechnik. Ausgangspunkt der Modellvorstellung zur Beschreibung des Fördervorganges ist das sogenannte „Rinnenmodell“ welches in Abbildung 2-10 dargestellt ist.



**Abbildung 2-10:** abgewickelter Schneckenkanal (Rinnenmodell) (Hensen, et al., 1989)

Die Schneckenkanäle werden hierbei vereinfachend als eine rechteckige, in der Ebene abgewickelte Rinne betrachtet. Dazu wird noch die Schnecke als feststehend und der Zylinder als rotierend angenommen, so gleitet der in die Ebene abgewickelte Zylinder als ebene Platte mit der Umfangsgeschwindigkeit der Schnecke über die Schneckenstege. In diesem Modell wird der Spalt zwischen Schneckensteg und der Platte (Schneckenpiel) vernachlässigt. Die Geschwindigkeit der Platte ( $v_0$ ) wird nach Gl. 2 berechnet (Hensen, et al., 1989).

$$v_0 = N \cdot \pi \cdot D \quad (\text{Gl. 2})$$

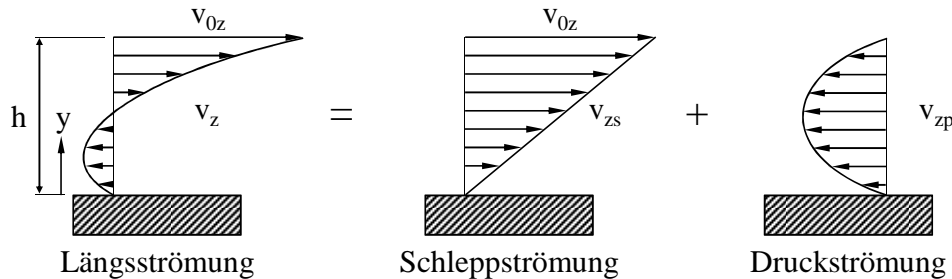
Hierbei ist  $N$  die Drehzahl der Schnecke und  $D$  der Schnecken-Außendurchmesser, welcher im Modell gleich des Zylinder-Innendurchmessers ist.

Da der Schneckenkanal nur in  $z$ -Richtung offen ist, findet nur in dieser Richtung eine Förderung statt. Die Geschwindigkeit der Platte in dieser Richtung wird nach Gl. 3 berechnet.

$$v_{0z} = N \cdot \pi \cdot D \cdot \cos\varphi \quad (\text{Gl. 3})$$

Wobei  $\varphi$  der Gangsteigungswinkel ist.

Während diese Gleichungen sich auf die Platte im Rinnenmodell beziehen (durch Index 0 bezeichnet) wird die Geschwindigkeit der Längsströmung des Materials in der Rinne mit  $v_z$  bezeichnet. Die Längsströmung kann hierbei als Überlagerung von Schlepp- und Druckströmung dargestellt werden (Abbildung 2-11) (Hensen, et al., 1989).



**Abbildung 2-11: Längsströmung in der Austragzone dargestellt als Überlagerung von Schlepp- ( $v_{zs}$ ) und Druckströmung ( $v_{zp}$ ) nach Abbildung 2-8 (Hensen, et al., 1989)**

Mit dem Rinnenmodell kann auch eine erste Abschätzung des Durchsatzes gemacht werden.

Die Schleppströmung erzeugt einen Volumenstrom ( $\dot{V}_s$ ) nach Gl. 4.

$$\dot{V}_s = b \int_0^h v_z(y) dy \quad (\text{Gl. 4})$$

Wobei  $b$  die Breite des Kanals darstellt.

Das Geschwindigkeitsprofil der reinen Schleppströmung eines newtonschen Fluids zwischen zwei Platten im Abstand  $h$  beschreibt Gl. 5.

$$v_z(y) = v_{0z} \frac{y}{h} \quad (\text{Gl. 5})$$

Bei Vernachlässigung der Einflüsse der Schneckenflanken im Rinnenmodell kann durch Integration von Gl. 5 nach Gl. 4 der Volumendurchsatz des Extruders bei reiner Schleppströmung berechnet werden (Gl. 6).

$$\dot{V}_s = \frac{\pi}{2} b \cdot h \cdot D \cdot N \cdot \cos \varphi \quad (\text{Gl. 6})$$

Den vom Druckstrom verursachten Volumenstrom beschreibt Gl. 7.

$$\dot{V}_p = -\frac{b \cdot h^3}{12\eta} \cdot \frac{\Delta p}{L} \quad (\text{Gl. 7})$$

Wobei  $L$  die Länge der gesamten Rinne bezeichnet.

Die erste Abschätzung des Netto-Volumenstroms ergibt sich durch die Addition dieser zwei Ströme (Gl. 8).

$$\dot{V} = \dot{V}_s + \dot{V}_p \quad (\text{Gl. 8})$$

In x-Richtung löst die x-Komponente von  $v_0$  eine Umwälzung der Flüssigkeit ohne Förderung aus, da die Strömung an den Flanken der von den Schneckenstegen gebildeten Rinnen umgelenkt wird (Abbildung 2-12) (Hensen, et al., 1989).

Die Geschwindigkeit der Platte in x-Richtung wird nach Gl. 9 berechnet.

$$v_{0x} = N \cdot \pi \cdot D \cdot \sin \varphi \quad (\text{Gl. 9})$$

Natürlich beruht diese vereinfachte mathematische Behandlung auf gewisse Annahmen. Unter anderem wurde von einer voll entwickelten stationären laminaren Strömung ausgegangen. Mehr dazu in (Hensen, et al., 1989).

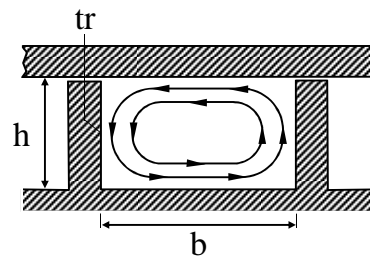


Abbildung 2-12: schematischer Verlauf der Querströmung im Schneckengang und im Rinnenmodell (Hensen, et al., 1989), tr: treibende Stegflanke

## 2.2.4 Mischen und Homogenisieren

Die Zugabe von mehreren Komponenten erfordert, je nach den Eigenschaften, unterschiedliche Verfahrensschritte im Extruder. Bei der Einschneckenextrusion ist es die wesentliche Aufgabe des Extruders zu gewährleisten, dass neben dem Fördern des Materials sowie dem Druckaufbau ein homogenes Produkt bereitgestellt wird. Hierbei müssen die Zuschlagstoffe bzw. Teilströme in der Matrix verteilt, bei Feststoffen in ihrer Partikelgröße aufgeschlossen oder bei Flüssigkeiten in der Tropfengröße reduziert werden.

Der Verfahrensschritt des Mischens ist grundsätzlich in zwei Prozesse zu unterscheiden: verteilendes Mischen (distributiv) und zerteilendes Mischen (dispersiv).

Unter Verteilen versteht man die ausreichende homogene Verteilung aller Komponenten im Extrudat. Gekennzeichnet ist dieser Prozess durch Oberflächenvergrößerung, Scherdeformation und Umlagerungsvorgänge bei üblichen, im Schneckenextruder vorliegenden Schergeschwindigkeiten (Johannaber, 2004).

Beim Zerteilen werden durch Scherkräfte Agglomerate von Feststoffen in ihrer Größe vermindert. Zerteil-Vorgänge erfordern eine Mindestschubspannung im Schubspannungsfeld, da das Agglomerat durch Haftkräfte verschiedener Art (van der Waals Kräfte, Flüssigkeitsbrücken, Feststoffbindung) zusammengehalten wird (Martin, 2001). Die Zerkleinerung setzt erst beim Erreichen einer kritischen Schubspannung ein, die für jeden Agglomerat-Typ unterschiedlich ist. Die Übertragung der Scherkräfte erfolgt durch die umgebende Flüssigkeit. Weiterhin ist eine Mindestverweilzeit im Spannungsfeld einzuhalten, da sonst selbst eine hohe Schubspannung nicht zu Bruch führt. Soll ein Extruder beurteilt werden, ob er für die Einarbeitung und Zerteilung von Agglomeraten geeignet ist, müssen also die Verweilzeiten und die kritischen Schubspannungen der Agglomerate bestimmt werden (Hensen, et al., 1989).

Insbesondere der Einsatz von Nutbuchsenextruder, wie bereits erwähnt, führt zu einer starken Veränderung der Strömungscharakteristik in der Schnecke und zunächst zu einer deutlich schlechteren Mischwirkung. Daher werden verstärkt Misch- und Scherteile in Extruderschnecken integriert. Aufgabe eines Mischteils ist es, das Fluid einer erheblichen Scherdeformation zu unterwerfen, sowie die Stromfäden zu unterbrechen und neu anzuordnen (Abbildung 2-13). Hierdurch wird die thermische und mechanische Homogenität des Extrudats verbessert.

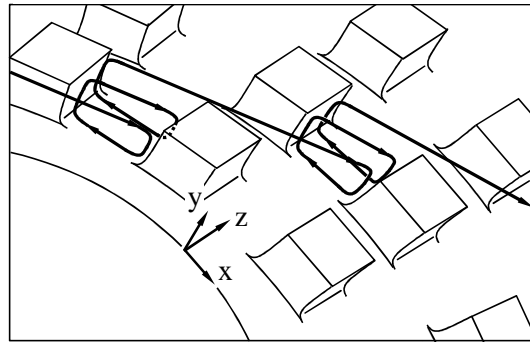


Abbildung 2-13: Prinzipskizze der Strömung in einem Zahnscheibenmischteil (Hensen, et al., 1989)

Scherteile sollen ein Schubspannungsfeld mit möglichst gleichmäßiger Schubspannung und Verweilzeit aufbauen (Martin, 2001). Scher- und Mischteile haben in der Regel einen negativen Druckgradienten. Sie reduzieren bei konventionellen Extrudern den Durchsatz. Abbildung 2-14 zeigt verschiedene übliche Scher- und Mischteile.

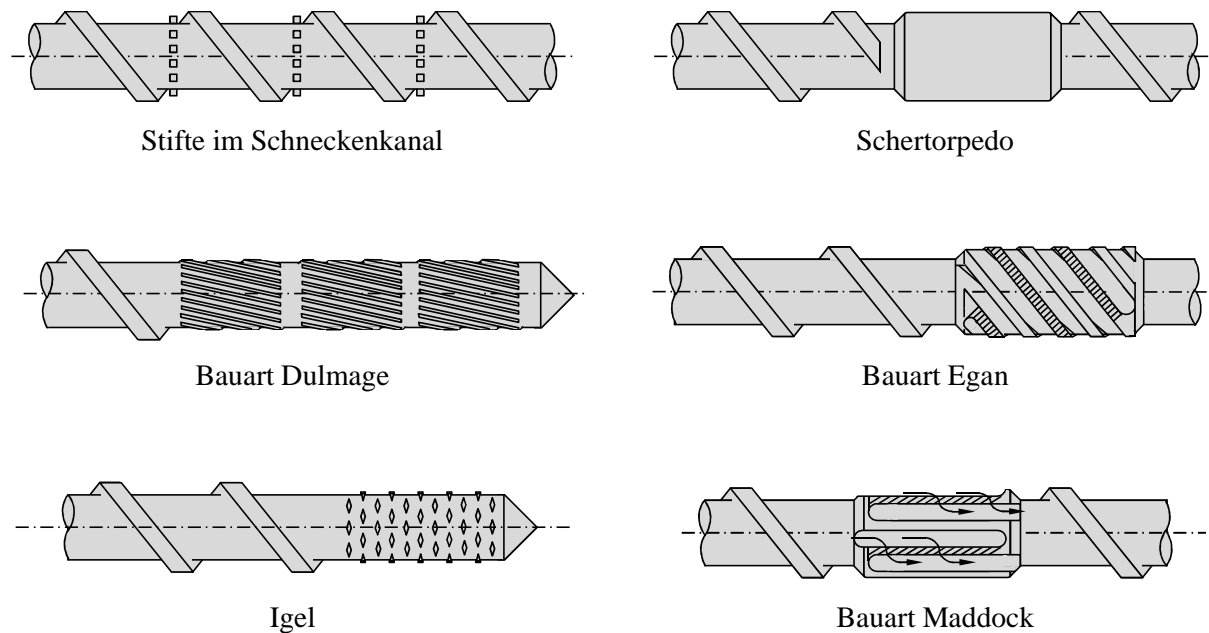


Abbildung 2-14: Auswahl an Misch- (links) und Scherelementen (rechts) (Hensen, et al., 1989)

## 2.2.5 Wärmeaustausch und Temperaturverlauf

Nach der Art der Wärmezu- oder -abführung können Extruder in drei Gruppen eingeteilt werden: autogen, isotherm und polytrop (Risse, 2012).

In autogenen Systemen resultiert die Wärmeenergie ausschließlich aus Reibungswärme (coulombscher Reibung bei Feststoffpartikeln und viskoser Dissipationsenergie bei Fluiden). In diesen Systemen ist, unter Annahme eines inkompressiblen Extrudats, die Reibungswärme durch eine Bilanz um den Extruder mit der Antriebsenergie der Schnecke verknüpft Gl. 10 (Carlowitz, et al., 1990).

$$P \pm \dot{Q} \approx \dot{m} \cdot \Delta h_{T_{in}}^{T_{out}} + \dot{V} \Delta p + \dot{Q}_v \quad (\text{Gl. 10})$$

$\pm\dot{Q}$  ist der über den Zylinder zu oder abgeführte Wärmestrom,  $P$  die Antriebsleistung der Schnecke. Die für die Erwärmung der Extrusionsmasse von der Eintrittstemperatur  $T_{in}$  auf die Temperatur am Schneckenende  $T_{out}$  benötigte Leistung folgt aus dem Produkt von Massedurchsatz  $\dot{m}$  und der Enthalpiedifferenz  $\Delta h$ . Der zweite Term auf der rechten Seite beschreibt die Pumpleistung, wobei  $\Delta p$  die Druckdifferenz im Extruder und dem Düsenende beschreibt.  $\dot{Q}_v$  umfasst alle Wärmeverluste der Maschine. In autogenen Systemen dient meistens die zugeführte Wärmeleistung  $\dot{Q}$  zur Abdeckung der Verluste  $\dot{Q}_v$  ( $\dot{Q} \approx \dot{Q}_v$ ) (Carlowitz, et al., 1990).

Will man die kinematischen und thermischen Vorgänge zum Beispiel in der Feststoffzone des Extruders modellmäßig beschreiben, so müssen tribologische Kenndaten und Funktionen des jeweiligen tribologischen Systems bekannt sein. Diese werden unter anderem in Goldackers Dissertation untersucht (Goldacker, 1971).

Die isotherm arbeitenden Extruder fahren mit einer niedrigen Rotationsgeschwindigkeit und werden ausschließlich extern temperiert um eine konstante Temperatur über die gesamte Verfahrenslänge zu erreichen.

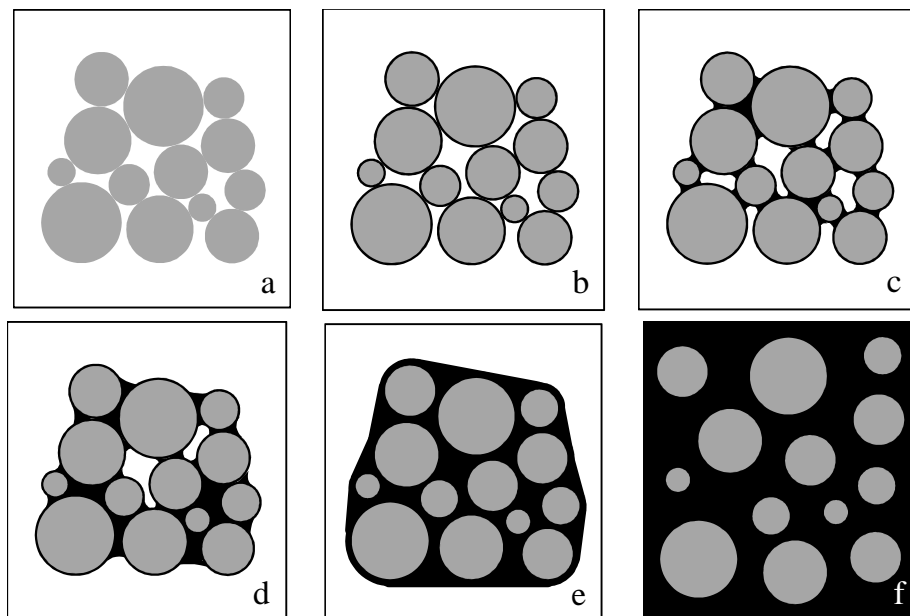
In den meisten Anwendungsfällen arbeitet ein Extruder außerhalb der beiden zuvor genannten Zustände als polytroper Extruder. Dabei erfolgt die Wärmezufuhr sowohl durch externe thermische Energieeinleitung als auch durch die Friktionswärmebildung im Extruder. Unter Berücksichtigung der im Extruder erzeugten Wärme wird durch Einsetzen eines mehrzonigen Temperiersystems (beschrieben in Kapitel 2.2.2) ein Temperaturprofil im Extruder eingestellt. In der Kunststofftechnik, aber auch bei der Kochextrusion, kommen diese Systeme zum Einsatz.

Da meist die Viskosität der fluiden Phase des Extrudats temperaturabhängig ist, können die Strömungsverhältnisse durch Steuerung des Temperaturprofils entlang des Extruders gezielt eingestellt werden. Auch andere temperaturabhängige Eigenschaften können hierdurch beeinflusst werden. In der Kunststofftechnik wird zum Beispiel oft ein steigendes Temperaturprofil vom Einzug bis zu der Düse eingesetzt. Die Temperatur der Einzugszone bewirkt die Erweichung des Polymers. Das führt zu höheren Reibkoeffizienten und einem besseren Feststoffeinzug in der Einzugszone. In der Kompressionszone führt eine höhere Temperatur zum Aufschmelzen des Extrudats. In der Meteringzone stellt eine weitere Temperaturerhöhung das Aufschmelzen der Restpartikel sicher. In der Düse wird die Polymerschmelze durch Absenkung der Temperatur zähflüssiger und der Düsendruck steigt hierdurch (Giles, et al., 2005).

## 2.3 Pasten

### 2.3.1 Definition und Abgrenzung

Gibt man zu einem trockenen Schüttgut (Abbildung 2-15-a) eine die Partikel benetzende Flüssigkeit hinzu, breitet sich diese zunächst auf der Oberfläche der Partikel als dünne Schicht aus (Abbildung 2-15-b). Bei weiterer Zugabe von Flüssigkeit bilden sich zunächst Flüssigkeitsbrücken an den Kontaktstellen der Partikel (Abbildung 2-15-c). Die Flüssigkeitsbrücken führen aufgrund ihrer Oberflächenspannung sowie eines möglichen kapillaren Unterdrucks zu zusätzlichen Haftkräften. Dies bedeutet eine Vergrößerung der Druckfestigkeit und damit zunächst eine starke Abnahme der Fließfähigkeit. Gibt man weiter Flüssigkeit hinzu, bilden sich örtlich gesättigte Bereiche und die Fließfähigkeit nimmt weiter ab (Abbildung 2-15-d). Schließlich erreicht man die Sättigung des Schüttgutes mit Flüssigkeit. Die Hohlräume um die Partikel sind dann vollständig mit Flüssigkeit gefüllt und es existieren keine Flüssigkeitsbrücken mehr (Abbildung 2-15-e). Die Fließfähigkeit wird bei Erreichen der Sättigung schlagartig besser. Die weitere Flüssigkeitszugabe führt zu einer steigenden Trennung der Partikel voneinander. Bei leichtem Flüssigkeitsüberschuss wird das Material unter Schubspannung noch durch das Partikelnetzwerk in Form gehalten. Ein höherer Flüssigkeitsüberschuss führt zu einer konzentrierten Suspension, welche unter Schubspannung zu fließen beginnt (Abbildung 2-15-f). Die weitere Verdünnung dieser Suspension senkt die Viskosität bis schließlich die Viskosität der reinen Flüssigkeit erreicht wird (Benbow, et al., 1993).



**Abbildung 2-15: Übergang vom Schüttgut zur Suspension bei langsamer Flüssigkeitszugabe**  
 a: trockenes Schüttgut  
 b: benetzte Partikeln  
 c: Kapillarbrücken  
 d: Kapillarbrücken und lokale Sättigung  
 e: gesättigtes Schüttgut  
 f: Suspension

Der Begriff „Paste“ ist zwar aus der Umgangssprache wohlbekannt, eine exakte Definition der Paste bereitet jedoch Schwierigkeiten, da diese gerade den Übergangsbereich zwischen dem Schüttgut und der verdünnten Suspension darstellt. Dennoch kann dieser Begriff als eine Mischung aus Feststoffpartikeln (typische Abmessung 0,1 bis 100  $\mu\text{m}$ ) und 35 bis 50 Vol% Flüssigkeit eingegrenzt werden. Dabei hängen die maximalen und minimalen Werte von vielen Faktoren wie z.B. Partikelform, Partikelabmessung und Partikelgrößenverteilung sowie der Wechselwirkung der festen und flüssigen Phase ab. Die Porosität der Partikel beeinflusst

ebenfalls den Bereich des Flüssigkeitsgehalts einer Paste (Benbow, et al., 1993). Daher soll der Begriff „Paste“ nicht die Zusammensetzung eines Materials beschreiben, sondern einen Zustand, den feuchte Haufwerke bei bestimmten Beanspruchungen und Umständen erreichen können (Felder, 1990). Diese Umstände werden in Kapitel 2.3.2 näher erläutert und in Kapitel 2.3.3 durch ein mechanisches Modell veranschaulicht.

### 2.3.2 Rheologische Grundlagen

Die Rheologie feuchter Schüttgüter und Pasten stellt das Bindeglied dar zwischen der klassischen Schüttgutmechanik und der Suspensionsrheologie. In diesem Grenzbereich vermischen sich die Begriffe und Betrachtungsweisen beider Disziplinen. Im Folgenden wird, ausgehend von der Rheologie der reinen Flüssigkeit und des trockenen Schüttguts, das Strömungsprofil und die Druckabhängigkeit der Pasten beschrieben.

In der Rheologie wird die Verknüpfung der Schubspannung ( $\tau$ ) mit der Schergeschwindigkeit ( $\dot{\gamma}$ ) in einer Funktion  $\tau(\dot{\gamma})$  als „Fließfunktion“ bezeichnet und beschreibt die Deformation und das Fließverhalten des Fluids. Zum Beispiel wird eine newtonische Flüssigkeit nach dem newtonischen Schubspannungsansatz mit Gl. 11 beschrieben, wobei die dynamische Viskosität ( $\eta$ ) der Proportionalitätsfaktor ist (Windhab, 1986).

$$\tau = \eta \cdot \dot{\gamma} \quad (\text{Gl. 11})$$

Suspensionen besitzen eine „innere Struktur“, welche aus den Feststoffpartikeln zusammen mit dem Suspensionsfluid gebildet wird. Soll eine innere Deformation der Suspension erfolgen, d.h. sollen Feststoffpartikel relativ zueinander bewegt werden, so muss eine Mindestschubspannung aufgebracht werden um die Bindungskräfte der inneren Suspensionsstruktur zu überwinden. Hier spricht man vom plastischen Verhalten der Suspension. Die Mindestschubspannung für den Beginn der inneren Deformation wird als Fließgrenze bezeichnet und wird mit  $\tau_0$  in der Fließfunktion berücksichtigt (Gl. 12) (Windhab, 1986).

$$\tau = \tau_0 + \tau(\dot{\gamma}) \quad (\text{Gl. 12})$$

Die Fließgrenze  $\tau_0$  besitzt zwei Anteile: Die durch die interpartikulären Haftkräfte verursachte Schubspannung und die durch die Normalspannung in der Fließebene bedingte coulombsche Schubspannung (Felder, 1990).

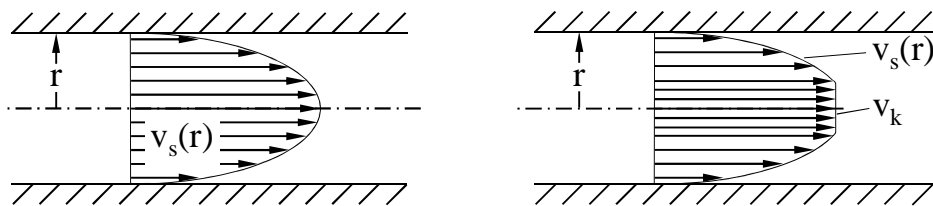
#### Der Wandgleiteneffekt

Eine laminare Rohrströmung wird durch das Druckgefälle in Strömungsrichtung getrieben. Beim reinen „Scherfließen“ haftet die Suspension an der begrenzenden Wand. Das Geschwindigkeitsprofil im kreiszylindrischen Rohr ist parabolisch (Abbildung 2-16 links). Das Schubspannungsprofil in dieser Strömung über den Rohrquerschnitt berechnet sich nach dem Impulserhaltungssatz aus Gl. 13 (Windhab, 1986).

$$\tau(r) = \frac{dp}{dx} \cdot \frac{r}{2} \quad (\text{Gl. 13})$$

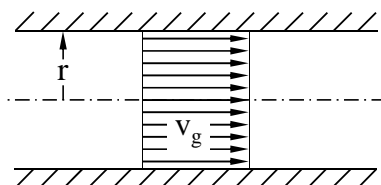
Wobei  $dp/dx$  der Druckabfall über der differentiellen Strecke  $dx$  ist und  $r$  der Abstand von der Rohrmitte.

Bei Schubspannungen größer als  $\tau_0$  wird die Suspension geschert. Hier resultiert der Volumenstrom aus der inneren Deformation der Suspension. Da die Schubspannung dem Rohrradius proportional ist, kann die Schubspannung in der Kernzone die Fließgrenze unterschreiten ( $\tau < \tau_0$ ). Hier bildet die Suspension einen „festen Block“ und weist eine Pfropfenströmung auf (Abbildung 2-16 rechts) (Windhab, 1986).



**Abbildung 2-16: Geschwindigkeitsprofil einer Rohrströmung bei (Windhab, 1986)**  
 links: reinem Scherfließen  
 rechts: bei Scherfließen mit Fließgrenze

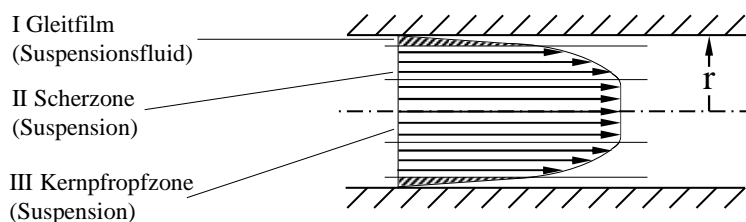
Das reine „Gleitfließen“ ist dadurch gekennzeichnet, dass ein Geschwindigkeitssprung an der begrenzenden Wand auftritt. Die Haftkräfte zwischen Suspension und Wand werden überwunden und die Suspension erfährt keine innere Deformation. Das Geschwindigkeitsprofil für den Fall einer Rohrströmung bei reinem Gleiten zeigt Abbildung 2-17 (Windhab, 1986).



**Abbildung 2-17: Geschwindigkeitsprofil einer Rohrströmung bei reinem Gleitfließen (Windhab, 1986)**

Im allgemeinsten Fall sind in Suspensionen das Gleiten und Fließen mit Fließgrenze überlagert. In konzentrierte Suspensionen und Pasten ist jedoch das „wahre“ Geschwindigkeitsprofil komplizierter. Hier bildet sich an der Wand eine dünne Schicht aus, deren Mikrostruktur von der Mikrostruktur des homogenen Mediums abweicht. Entsprechend der Größe des Anteils der flüssigen Phase bildet sich an der Wand ein mehr oder weniger durchgehender Flüssigkeitsfilm aus. Dieser verhindert die unmittelbare Berührung der Feststoffteilchen mit der Wand teilweise oder ganz. Die Dicke der wandnahen Schicht dürfte dieselbe Größenordnung haben wie der durchschnittliche Durchmesser der Suspensionspartikeln. Bei Wandgleiten werden Kräfte nur durch gleitende Reibung der Feststoffteilchen auf der glatten Wand und durch Scherströmung im Flüssigkeitsfilm, der die Wand bedeckt, übertragen. Im Inneren der Suspension spielen Spannungen, die bei Strömungsvorgängen in der flüssigen Phase entstehen, eine untergeordnete Rolle. Hier sind gleitende Reibung der Feststoffteilchen aufeinander, aber auch Formschluss in den Strukturen, maßgebend (Schlegel, 1982).

Ein von Windhab entwickeltes Modell beschreibt das konzentrationsabhängige Gleitverhalten der Suspensionen (Windhab, 1986). Hier wird das reine Suspensionsfluid im Gleitfilm als wandhaftend betrachtet. Der Gleitvorgang besteht demnach aus einer Scherströmung des Fluids im Wandgleitfilm. Die Suspension bewegt sich in Abhängigkeit von der übertragenen Schubspannung in Form einer Scherströmung mit Kernpfropf (Abbildung 2-18).



**Abbildung 2-18: Geschwindigkeitsprofil für das Gleitfilmmodell (Windhab, 1986)**



Demnach ist der Ausgangspunkt für die rheologischen Untersuchungen von konzentrierten Suspensionen und Pasten die Interpretation der Strömung als Superposition einer Gleitströmung an der begrenzenden Wand und einer Scherströmung entsprechend den rheologischen Eigenschaften der Suspension. Für die rheologische Beurteilung des reinen Scherfließverhaltens (Fließkurve) sind die bekannten rheologischen Berechnungsgrundlagen, wie bei wandhaftenden Flüssigkeiten, anwendbar. Das Gleitverhalten muss als zusätzliche Materialgröße betrachtet werden, die sowohl von den Eigenschaften der Suspension, als auch von den Wandparametern abhängt (Windhab, 1986).

### Kompressibilität der Pasten

Die Fließfunktion von Suspensionen ist im Allgemeinen von der Normalspannung (Druck) unabhängig. Hier ist vielmehr die Schergeschwindigkeit ( $\dot{\gamma}$ ) eine wichtige Einflussgröße. Ein trockenes Schüttgut hingegen zeigt coulombsches Verhalten, also einen linearen Zusammenhang zwischen der zum Fließen notwendigen Schubspannung ( $\tau$ ) und der Normalspannung ( $\sigma$ ) in der entsprechenden Ebene. Hier ist der Einfluss der Deformationsgeschwindigkeit auf die Schubspannung vernachlässigbar klein (Abbildung 2-19) (Felder, 1990).

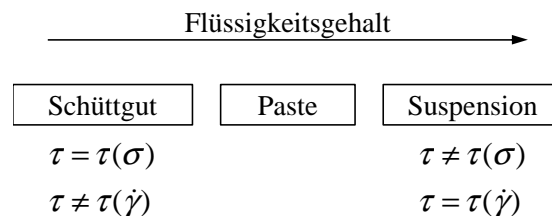


Abbildung 2-19: Zuordnung der Paste als Übergang vom Schüttgut zur Suspension (Felder, 1990)

Ein sehr feuchtes, aber noch nicht mit Flüssigkeit gesättigtes Schüttgut kann allein durch Verdichten ohne Flüssigkeitszufuhr in den gesättigten Zustand überführt werden. Demnach kann ein Produkt bei niederem Druck noch Schüttgutcharakter besitzen, während es bei hoher Normalspannung pastöses Verhalten aufweist. Dieser Zusammenhang soll in Abbildung 2-20 schematisch veranschaulicht werden (Raschka, 1990).

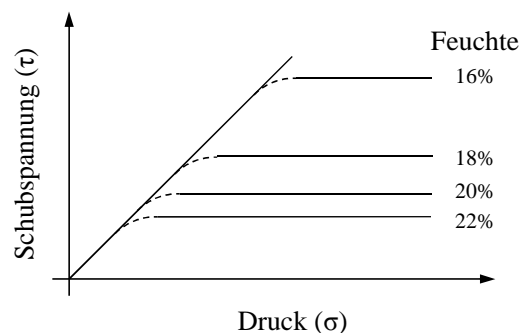


Abbildung 2-20: schematischer Zusammenhang zwischen Fließschubspannung, Normalspannung und Feuchte (Raschka, 1990)

Das Diagramm zeigt, dass bei einem feuchten Schüttgut bzw. einer konzentrierten Suspension die Schubspannung linear mit dem äußeren Druck zunimmt bis schließlich nach einem Übergangsbereich (gestrichelt) die Schubspannung druckunabhängig wird. Der Übergang kann entweder bei konstanter Normalspannung durch eine Erhöhung der Materialfeuchte oder bei konstanter Materialzusammensetzung durch eine Erhöhung der Normalspannung erfolgen. Material, welches sich im beschriebenen Fall im druckunabhängigen Zustand befindet, wird als pastös bezeichnet. Hiernach zeichnet sich der pastöse Zustand durch eine relativ hohe Fließgrenze aus, die unter gegebener Belastung nur eine geringe Abhängigkeit von der

Normalspannung zeigt. Eine weitere Eigenschaft pastösen Verhaltens ist, dass das Material auch bei großen Deformationen seinen inneren Zusammenhalt nicht verliert. Außerdem wird beim Fließen von Pasten immer vom laminaren Fließen ausgegangen (Felder, 1990).

Ein von (Raschka, 1990) entwickeltes mechanisches Federmodell gibt eine Vorstellungshilfe und beschreibt die Druckabhängigkeit der Pasten. Dieses Modell soll im Weiteren vorgestellt werden.

### 2.3.3 Mechanisches Modell der Paste

Abbildung 2-21 zeigt das Modell eines trockenen Schüttguts. Hier besitzt das Gas in den Hohlräumen Umgebungsdruck. Die gesamte von außen aufgeprägte Normalspannung muss in diesem Fall vom Partikelgerüst getragen werden. Das reine inkompressible Feststoffvolumen wird durch den massiven Solid-Block dargestellt. Die Feder F1 charakterisiert das Kompressionsverhalten der Feststoffmatrix. Mit dem Reibklotz R wird die Coulombreibung in der Feststoffmatrix berücksichtigt. In dieser Anordnung ist die Schubspannung immer proportional zur vorgegebenen Normalspannung,  $\tau = \tau(\sigma)$ , wobei der Proportionalitätsfaktor der Reibungskoeffizient  $\mu_s$  ist.

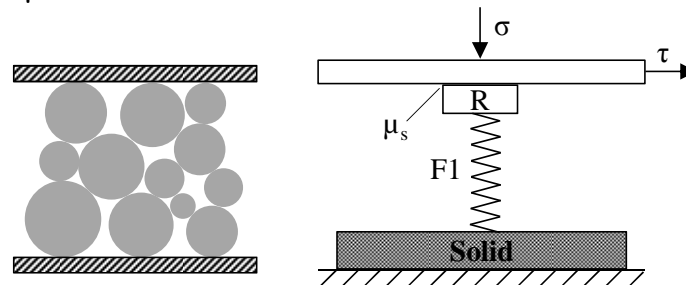


Abbildung 2-21: mechanisches Ersatzmodell für trockenes Schüttgut (Raschka, 1990)

Die Zugabe von Flüssigkeit führt nun dazu, dass ein Teil des Hohlraumvolumens mit der inkompressiblen Flüssigkeit aufgefüllt wird. Mit Zugabe von Flüssigkeit werden aber auch Gasblasen und abgeschlossene Gasvolumen gebildet, die bei einer Kompression nicht entweichen können. Dieser immobile Gasanteil wird im Modell durch die Feder F2 dargestellt (Abbildung 2-22). Das verbliebene Porengasvolumen wird als mobiles Gasvolumen bezeichnet, da es bei der Kompression frei entweichen kann. Haftkräfte infolge von Kapillarkräften können hier durch eine zusätzliche Anziehungskraft zwischen der Platte und dem Reibklotz berücksichtigt werden. Bei einer Erhöhung der Belastung wird nun die Fluidseite auch einen Teil des äußeren Druckes tragen. Während aber auf der Feststoffseite aufgrund der Coulombreibung eine entsprechend große Schubspannung erzeugt wird, trägt das Fluid die Normalspannung ohne zur Schubspannung beizutragen, da viskose Effekte hier vernachlässigt werden. Es kommt zu einem unterproportionalen Anstieg der Schubspannung bei höheren Normalspannungen (vgl. Abbildung 2-20, gestrichelter Bereich).

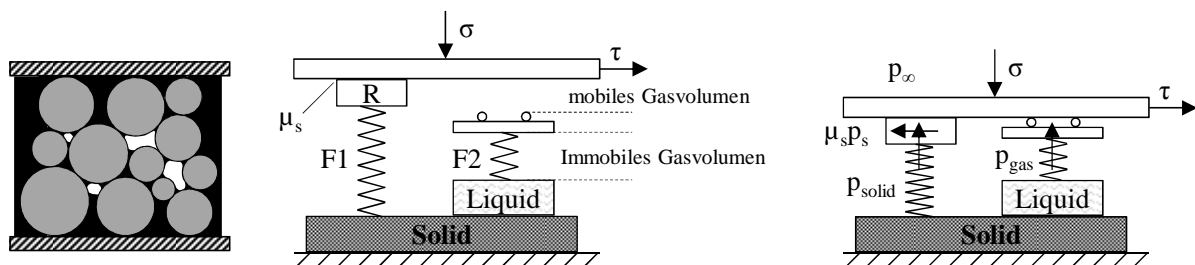
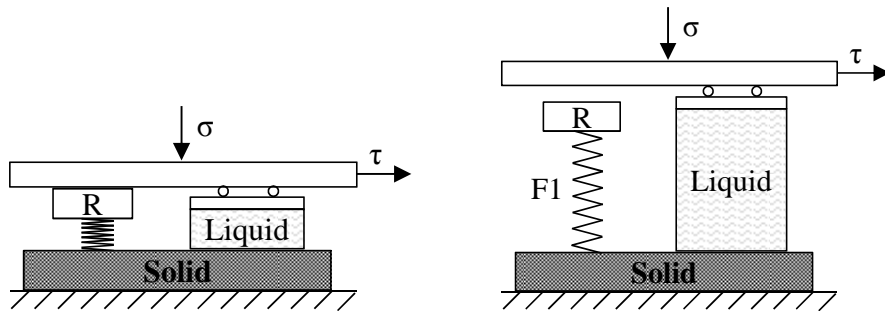


Abbildung 2-22: mechanisches Ersatzmodell für feuchtes Schüttgut bei  
mitte: geringer Normalspannung, rechts: hoher Normalspannung  
(Raschka, 1990)

Zur Veranschaulichung sollen noch zwei Extremfälle aufgeführt werden. Abbildung 2-23 links zeigt den Fall der vollständigen Sättigung. Eine Erhöhung der Normalspannung führt zu keiner weiteren Steigerung der Schubspannungen mehr, da sie nur eine Erhöhung des Flüssigkeitsdruckes bewirkt. Abbildung 2-23 rechts zeigt den Fall der Suspension. Die Flüssigkeitsmenge ist so hoch, dass kein Kontakt zwischen dem Reibklotz R und der Platte existiert. Die gesamte Normalspannung wird von der Flüssigkeit getragen.



**Abbildung 2-23: mechanisches Ersatzmodell für**  
**links: gesättigter Zustand eines feuchten Schüttguts (erreicht durch hohe**  
**Normalspannung), rechts: Suspension (Raschka, 1990)**

### 2.3.4 Abhängigkeit der Pastenrheologie von Suspensionsparameter

Es wurde festgestellt, dass ein Zwei-Phasen-Ansatz der Schlüssel zum Verständnis der Pastenrheologie darstellt. Demnach wird die Paste nicht als einphasige schwerfließende Flüssigkeiten wie zum Beispiel geschmolzene Polymere behandelt. In diesem Ansatz werden die Einflüsse jeder Phase auf die Eigenschaften der Paste getrennt untersucht (Benbow, et al., 1993). Die Suspensionsparameter werden in drei Gruppen unterteilt: Feststoffparameter (unter anderem Feststoffkonzentration, mittlere Partikelgröße, Partikelgrößenverteilung, Partikelform), Fluidparameter (hauptsächlich Viskosität) und physikalische Parameter (Temperatur und Druck).

#### Feststoffkonzentration

Die Feststoffkonzentration ist ein entscheidender Parameter für die Festigkeit des inneren Suspensionsgerüsts. Mit wachsender Feststoffkonzentration sind die Feststoffpartikeln dichter gepackt. Die Wechselwirkungskräfte zwischen den Partikeln sind eine Funktion des Partikelabstandes und nehmen mit abnehmender Partikelentfernung zu. Erhöhte Feststoffkonzentration bedeutet folglich höhere Festigkeit der inneren Suspensionsstruktur, welche Voraussetzung für das Wandgleiten ist. Zur Berechnung der Wechselwirkungskräfte zwischen idealisierten Feststoffpartikeln in einer Suspension als Funktion der Partikelabstände wurde die DLVO-Theorie (benannt nach Derjaguin, Landau, Verwey und Overbeek) entwickelt. Mehr zu Wechselwirkungen der kolloidalen Partikel in (Dörfler, 2002).

Die Feststoffvolumenkonzentration ( $\Phi$ ) der Suspension wird nach Gl. 14 berechnet.

$$\phi = \frac{V_{fest}}{V_{fest} + V_{fluid}} \quad (\text{Gl. 14})$$

Wobei V das Volumen der festen bzw. fluiden Phase ist.

Für Suspensionen ist eine maximale Feststoffvolumenkonzentration ( $\Phi_{max}$ ) möglich. Die relative Viskosität der Suspension geht für  $\Phi_{max}$  gegen sehr hohe Werte. Versuche zeigen, dass bei regelloser Schüttung einheitlicher Glaskugeln in einem Fluid eine maximale Feststoffvolumenkonzentration von ca. 0,64 erreicht werden kann. In einer monodispersen Modell-Suspension mit Glaskugeln ist die hexagonale Kugelpackung die dichteste

Kugelpackung und erreicht eine Feststoffvolumenkonzentration von ca. 0,74 (Weitz, 2004). Die maximale Feststoffkonzentration für reale Suspensionen liegt, abhängig von den Dispersitätgrößen des Feststoffes, zwischen 0,45 und 0,70 (Windhab, 1986). Es wurden bereits empirische Gleichungen entwickelt, mit denen die maximale Feststoffvolumenkonzentration einer realen Suspension berechnet werden kann (Dames, et al., 2001).

### **Mittlere Partikelgröße**

Mit kleiner werdendem Partikeldurchmesser steigt die Anzahl der Partikeln bei gleicher Feststoffkonzentration mit der dritten Potenz des Durchmesserverhältnisses. Die mit der Erhöhung der Partikelanzahl verbundene Zunahme der Kontaktstellen der Feststoffpartikeln bewirkt eine Erhöhung der Festigkeit des inneren Suspensionsgerüsts.

Die Ausbildung eines Wandgleitfilms, welcher aus der reinen Suspensionsflüssigkeit besteht, ist umso einfacher realisierbar, je leichter eine Umlagerung der Suspensionsstruktur möglich ist. Eine derartige Umlagerung ist aufgrund größerer Festigkeit der Suspensionsstruktur bei kleinerer Partikelgröße erschwert. Die Folge ist die Notwendigkeit einer höheren Schubspannung zur Ausbildung eines Gleitfilms.

Für kleinere mittlere Partikeldurchmesser erhöht sich außerdem die Zahl der Kontaktstellen von Partikeln und Wand. Damit werden auch die Wechselwirkungskräfte mit der Wand erhöht.

### **Partikelgrößenverteilung**

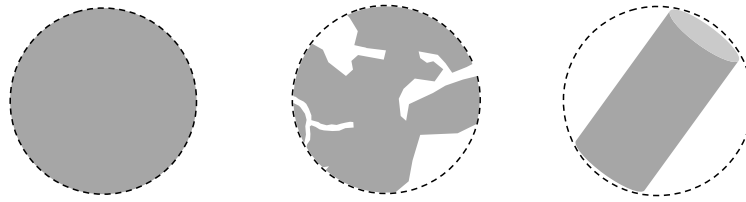
Die Partikelgrößenverteilung beeinflusst die maximal erreichbare Feststoffvolumenkonzentration in einer Suspension. Während bei einer monodispersen Modell-Suspension aus Glaskugeln maximal 0,74 Vol% Feststoff erreicht werden kann steigt dieser Wert bei einer Mischung aus zwei Glaskugelfractionen mit einem Durchmesser Verhältnis von  $d_{\text{groß}}/d_{\text{klein}} > 10$  auf 0,87 Vol% (Dames, et al., 2001).

Um den Einfluss der Partikelgrößenverteilung auf die Eigenschaften einer definierten Suspension zu untersuchen wird bei konstantem Feststoffvolumenanteil die Partikelgrößenverteilung variiert. Hierdurch ändern sich zwar die Anzahl der Partikel und das interpartikuläre Hohlraumvolumen, jedoch nicht das Gesamtvolumen der festen oder fluiden Phase. Bei konzentrierten Suspensionen und Pasten hängt die Verformbarkeit von dem Flüssigkeitsüberschuss ab, welcher nach dem Füllen der interpartikulären Hohlräume von sich berührenden Partikeln übrig bleibt. Zwischen den Partikeln einer konzentrierten Suspension oder Paste mit einer engen Partikelgrößenverteilung existieren relativ zu den Partikelabmessungen große Hohlraumvolumen. Demnach werden auch relativ große Flüssigkeitsmengen benötigt um diese zu füllen bevor die überschüssige Flüssigkeit zu einer Partikelseparation führt. Bei einer breiteren Partikelgrößenverteilung füllen die kleinen Partikel die Hohlräume zwischen den großen Partikeln und führen zu einer dichter gepackten Paste. Hier dient dann die Flüssigkeit mehr dazu die Partikelabstände zu vergrößern als die Hohlräume zu füllen. Somit ist bei einem konstanten Feststoffvolumenanteil die Paste mit einer breiten Partikelgrößenverteilung leichter extrudierbar als die mit enger Partikelgrößenverteilung (Benbow, et al., 1993).

### **Partikelform**

In der vereinfachten Darstellung wird beim Fließen von Suspensionen der Spalt zwischen den Partikeln vom Suspensionsfluid durchströmt. Die im Suspensionsfluid frei beweglichen Partikeln rotieren dabei in der Scherströmung. Unregelmäßige Partikeln besitzen bei der Rotation ein „virtuelles“ Volumen, welches größer ist als ihr reines Feststoffvolumen (Abbildung 2-24). Der Fluidanteil, welcher mit einem Partikel rotiert, nimmt mit der Unregelmäßigkeit der Partikelform zu. Dieser Fluidanteil wird dem freien, zwischen den

Partikeln gescherten Fluid, entzogen. Die Folge ist eine scheinbare Erhöhung der Feststoffkonzentration.



**Abbildung 2-24: verschiedene Partikelformen mit unterschiedlicher Masse aber gleichem effektiven Volumen in der Suspension**

### **Viskosität der fluiden Phase**

Besitzt das Suspensionsfluid eine hohe Viskosität, sind die von der Flüssigkeit übertragenen Kräfte so groß, dass die Wechselwirkungen zwischen den Partikeln und damit die innere Struktur dominiert werden. Hier bestimmt die Hydrodynamik den Fließvorgang. Sobald die interpartikulären Wechselwirkungskräfte die Größenordnung der vom Fluid übertragenen Scherkräfte annehmen, weicht das Suspensionsverhalten vom Fließverhalten des reinen Fluids ab und das Wandgleiten wird begünstigt.

### **Temperatur**

Untersuchungen von Windhab (Windhab, 1986) zeigen, dass bei Pasten die Temperatur nur über die Fluidviskosität den Fließvorgang beeinflusst. Wenn das Suspensionsfluid eine hohe Viskosität besitzt und die Hydrodynamik den Fließvorgang bestimmt folgt bei erhöhter Temperatur eine Verminderung der vom Fluid übertragenen Schubspannungen. Es liegt vor allem am wandnahen Gleitfilm welcher aus der reinen Fluidphase besteht und in dem der Gleitvorgang eine reine Scherströmung des Suspensionsfluids ist. Daher ist der Einfluss einer Temperaturerhöhung auf die Rheologie der Suspension analog zur Betrachtung der Suspensionsfluid-Viskositätsänderung.

Die Fließgrenze ( $\tau_0$ ) der Suspension wird von der Temperatur nicht beeinflusst, da alleine die Partikelwechselwirkungen die Fließgrenze festlegen.

### **Druck**

Die Druckabhängigkeit der Suspensionen sowie der feuchten Schuttgüter wurde bereits im Kapitel 2.3.2 beschrieben. Der pastöse Zustand wurde hierbei durch die Druckunabhängigkeit definiert.

## 2.4 Industrielles Extrudieren von Pasten

### 2.4.1 Anwendungsgebiete

In vielen Bereichen der chemischen Industrie, der Lebensmittel-, Pharma- und Kosmetikindustrie ebenso wie im Bergbau und der Keramikindustrie werden konzentrierte Suspensionen und Pasten Extrusionsprozessen unterzogen.

In der Lebensmittelindustrie fällt eine Vielzahl pastöser fetthaltiger Produkte wie zum Beispiel Nougat, Marzipan und Bouillonmasse an. Die Verarbeitung, das Fördern und die Dosierung dieser Produkte werden häufig mit Extrudern durchgeführt. Auch die Kochextrusion ist heute ein fester Bestandteil in verschiedenen Branchen der Lebensmittelindustrie. In der keramischen Industrie wird die Pastenextrusion genutzt um schwer formbare Materialien mit minimaler Fluidzugabe für die weiteren Bearbeitungsprozesse in die gewünschte Form zu bringen. In den anschließenden Bearbeitungsprozessen werden die Produkte dann getrocknet und gesintert. Im Bergbau fallen bei der Rückgewinnung des Wassers aus den Schlammbecken konzentrierte Suspensionen und pastöse Rückstände an. Zum Pumpen und Fördern dieser Rückstände werden Exzentrerschneckenpumpen bzw. Extruder eingesetzt. Auch in der Kohleindustrie kommt die Pastenextrusion vielseitig zum Einsatz. Bei der Brikettierung wird der Kohlestaub mittels Extrudern mit verschiedenen Bindemitteln gemischt und ausgeformt (Furman, 1977). Diese Methode wird auch bei der Herstellung von Aktivkohlegranulaten eingesetzt (BVBA, 19.08.2013). Diese Briketts bzw. Granulate sind vor allem aufgrund der hohen mechanischen Festigkeit, dem geringen Staubanteil und der guten Handhabung vorteilhaft.

Extruder können auch als Dosier- und Eintragungssysteme von Kohle-Pasten in Feuerungs- und Vergasungsanlagen dienen und stellen eine technisch relativ einfache Lösung dar. Das weit verbreitete Schleusenkammersystem zum Eintrag trockener Kohle in Druckreaktoren erfordert einen hohen apparatetechnischen Aufwand und ist außerdem in Hinblick auf den Kompressionsaufwand sehr ineffizient. Hier wird der Kohlestaub in übereinander angeordneten Schleusen mit Inertgas auf den Vergasungsdruck bespannt und pneumatisch in den Reaktor befördert. Bei der Entspannung der leeren Schleuse für die nächste Ladung geht die Kompressionsenergie vollständig verloren (Craven, et al., 2013). Hier bietet der Extruder die Möglichkeit durch Beimischung von flüssigen Kohlenwasserstoffen zum Kohlestaub eine Paste herzustellen. Diese hochviskose Kohle-Öl-Paste ist ein technisch vorteilhaftes Mittelding zwischen dem reinen flüssigen Kohlenwasserstoff und dem Kohlestaub. Ein durch das Bundesministerium für Forschung und Technologie gefördertes Projekt befasste sich mit der Herstellung und Einspeisung solcher Kohle-Pasten in Druckvergasungsreaktoren anhand eines Doppelschneckenextruders (Pontow, 1982). Eine weitere Möglichkeit ist, die Kohle bis zur Erweichungstemperatur aufzuheizen, auf den Druck des Reaktors zu verdichten und in den Reaktor zu fördern (Rayson, 1980). Die Einspeisung der Paste kann entweder pneumatisch über eine Düse oder bei feststoffreichen Pasten durch mechanische Vereinzelung am Ausgang des Extruders erfolgen (Dahmen, 2010),

Bei Extrudern wird zwischen Schneckengeometrien mit durchsatzintensiven und mit druckintensiven Profilen unterschieden. Erstere sind geeignet, große Durchsatzvolumen gegen kleinen Druck zu fördern. Sie besitzen relativ tiefe Schneckenkanäle. Letztere eignen sich, wenn kleine Durchsatzvolumen gegen große Drücke zu fördern sind. Sie besitzen relativ flache Schneckenkanäle (Schlegel, 1982). Pastenextruder unterscheiden sich von den Kunststoffextrudern in einigen Aspekten. Unter anderem haben Extruderschnecken für die Pastenextrusion im Regelfall eine konstante Gangbreite sowie Gangtiefe. Zudem ist das Verhältnis des Schneckenkernradius zum Zylinderradius größer als bei Schnecken der Kunststoffindustrie. Im Allgemeinen ähneln sich die Geometrie der Schnecken zur Pastenextrusion und die der Einzugszone der Kunststoffextrusionsschnecken (Benbow, et al., 1993).

## 2.4.2 Skalierbarkeit von Extrusionsprozessen

Mit Hilfe von Modellgesetzen lassen sich empirisch gefundene Betriebs- und Entwurfsdaten von kleinen Maschinen (Versuchsextruder) auf große Maschinen, die sogenannten Produktionsextruder, übertragen. Die Modellgesetze zu dieser Übertragung haben sich für Einschneckenextruder bewährt und die Auslegung von Einschneckenextrudern vollzieht sich heute weitgehend nach diesen Hochrechnungsverfahren (Schuler, 1995).

Bei den Hochrechnungsverfahren ist es zweckmäßig, das Verhältnis der charakteristischen Kenngrößen am Produktionsextruder (Kenngrößen ohne Index) zu den Kenngrößen am Versuchsextruder (Index 0) zu bilden. Hier bildet das Verhältnis des Durchmessers vom Produktionsextruder zu dem Versuchsextruder ( $D/D_0$ ) die Grundlage der Rechnungen. Weitere primäre Skalierungskenngrößen sind Gangtiefe, Schneckenlänge, Drehzahl und der Gangsteigungswinkel. Das Verhältnis dieser Kenngrößen bei der Hochrechnung wird als Funktion des zuvor festgelegten Durchmesserverhältnisses ausgedrückt (Gl. 15- Gl.18) (Rauwendaal, 1987).

$$\frac{h}{h_0} = \left( \frac{D}{D_0} \right)^\psi \quad (\text{Gl. 15})$$

$$\frac{L}{L_0} = \left( \frac{D}{D_0} \right)^\omega \quad (\text{Gl. 16})$$

$$\frac{N}{N_0} = \left( \frac{D}{D_0} \right)^v \quad (\text{Gl. 17})$$

$$\frac{\varphi}{\varphi_0} = \left( \frac{D}{D_0} \right)^\beta \quad (\text{Gl. 18})$$

Wobei während des Upscalings meist der Gangsteigungswinkel nicht geändert wird und somit  $\beta=0$  ist. Daraus folgt auch, dass die Breite der Schneckengänge beim Upscaling direkt proportional mit dem Durchmesserverhältnis steigt (Gl. 19) (Rauwendaal, 1987).

$$\frac{b}{b_0} = \left( \frac{D}{D_0} \right)^1 \quad (\text{Gl. 19})$$

Diese Gleichungen bilden die Grundlage des Upscalings. Weitere Eigenschaften, die sekundären Kennwerte, wie zum Beispiel der Durchsatz und der spezifische Energieverbrauch können als Funktion der primären Kenngrößen ausgedrückt und hochgerechnet werden. Als Beispiel wird hier der Schleppestrom eines newtonischen Fluids hochgerechnet. Im Extruder wird dieser nach Gl. 6 berechnet. Das Verhältnis des Schleppestroms zwischen Produktions- und Modellextruder kann nach Gl. 20 berechnet werden (Hensen, et al., 1989).

$$\frac{\dot{V}_s}{\dot{V}_{s0}} = \frac{\pi/2 \cdot b \cdot h \cdot D \cdot N \cdot \cos\varphi}{\pi/2 \cdot b_0 \cdot h_0 \cdot D_0 \cdot N_0 \cdot \cos\varphi_0} = \left( \frac{D}{D_0} \right)^{1+\psi+1+v} \quad (\text{Gl. 20})$$

In Tabelle 2-3 sind eine Reihe sekundärer Kennwerte von Kunststoffextrudern als Funktion der primären Kenngrößen aufgeführt. Somit können bei Vorgabe der angestrebten Eigenschaften des Produktionsextruders dessen erforderlichen Abmessungen basierend auf Ergebnisse des Versuchsextruders berechnet werden. Versuche von Carley und Mc Kelvey in Hinsicht auf dem Schmelzförderprozess bei der Kunststoffextrusion ergaben, dass bei konstanter Drehzahl ( $v=0$ )

und direkt proportionaler Vergrößerung der Gangtiefe und –breite zum Durchmesser Verhältnis ( $\psi$  und  $\omega=1$ ) die Leistungsaufnahme und Feststoffförder rate des Extruders mit der dritten Potenz steigen. Die Ergebnisse dieser Hochrechnung und Hochrechnungen nach den Ergebnissen von Maddock sind in Tabelle 2-3 aufgeführt.

**Tabelle 2-3: Beispiele für grundlegende Zusammenhänge bei der Hochrechnung von Schneckenextrudern und Vergleich mit empirischen Ergebnissen von Schmelzextruderversuchen (Rauwendaal, 1987)**

	Exponenten der grundlegenden Zusammenhänge	Carley/McKelvey	Maddock
Gangtiefe	$\psi$	1	0,5
Schneckenlänge	$\omega$	1	1
Drehzahl	$v$	0	-0,5
Leistungsaufnahme	$\omega+n+2+nv+v-n\psi$	3	2,5
Spez. mechanischer Energieverbrauch	$\omega-\psi+n+nv-n\psi$	0	0,5
Verweilzeit	$\omega-1-v$	0	0,5
Feststoffförder rate	$\psi+2+v$	3	2
Schergeschwindigkeit	$1+v-\psi$	0	0

Wobei  $n$  in der Tabelle für den Exponenten in der Fließfunktion der strukturviskosen Materialien steht. Diese Fließfunktion kann nach Gl. 21 beschrieben werden (Hensen, et al., 1989).

$$\tau(\dot{\gamma}) = K \cdot \dot{\gamma}^n \quad (\text{Gl. 21})$$

Bei der Hochrechnung werden neben dem zu erzielendem Durchsatz auch andere Produktionseigenschaften vorgegeben welche bei dem Produktionsextruder erzielt werden müssen. Je nach der Verfahrensaufgabe kann entweder die spezifischer mechanischer Energieverbrauch, Verweilzeit, Mischwirkung oder eine andere Eigenschaft entscheidend sein. Dieses erfordert je nach Anwendungsfall teilweise unterschiedliche Hochrechnungsmethoden, da jedes der aufgestellten Modellgesetze seine Schwachstellen hat. In (Potente, 1981) sind die Modellgesetze und Hochrechnungsregeln für Schneckenextruder zusammengefasst.



## 3 Materialien und Methoden

Zur Inbetriebnahme der Anlage und für die Durchführung der Versuche wurden verschiedene Materialien eingesetzt. Diese dienen teilweise zur Vereinfachung der Versuchsdurchführung und besseren Reproduzierbarkeit der Ergebnisse. In diesem Kapitel werden die Einsatzmaterialien sowie die Hauptbestandteile der Anlage (Extruder, Dosiersystem) vorgestellt.

### 3.1 Einsatzstoffe

#### 3.1.1 Feststoff

Zur Inbetriebnahme des Extruders und des Dosiersystems kam als Feststoff anfänglich Mehl (Hildebrandmühlen, Typ 405) zum Einsatz. Trockenes Mehl zeigt ähnliche Fließeigenschaften wie Koksstaub, allerdings ist die Staubentwicklung bei Mehl geringer. Außerdem ist Mehlstaub gesundheitlich und sicherheitstechnisch weniger bedenklich als Koksstaub. Nach Inbetriebnahme und Gewährleistung der Funktionsfähigkeit der Anlage wurden die weiteren Versuche mit gemahlenem Holzkoks (proFagus) durchgeführt.

Der Strohkok aus der Schnellpyrolyse ist bei der Herstellung Prozessschwankungen ausgesetzt, weshalb sich Produkte selbst innerhalb einer einzigen Produktionskampagne in der Zusammensetzung und Partikelgrößenverteilung häufig unterscheiden. Der zugekaufte gemahlene Holzkoks dagegen hat eine konstante Zusammensetzung (Buchenholzkoks) und eine engere Partikelgrößenverteilung ( $<100\ \mu\text{m}$ ). Bei Versuchen in denen die Deagglomeration des Einsatzstoffes nicht untersucht wird oder die Zusammensetzung des Kokses irrelevant ist, können durch Einsatz des Holzkokses potentielle Einflussfaktoren ausgeschlossen werden.

#### 3.1.2 Fluid

In Hinblick auf die anfallenden Produkte der Schnellpyrolyse ist das Ziel die Vermischung von Kokspulver mit Pyrolyse-Kondensaten. Die Pyrolyse-Kondensate haben jedoch in Abhängigkeit von Einsatzstoffen und Prozessbedingungen schwankende Stoffeigenschaften und Zusammensetzungen. Des Weiteren werden Alterungserscheinungen bei den kondensierten Produkten der Pyrolyse beobachtet. Aus dem Wunsch nach hoher Reproduzierbarkeit resultierte die Entscheidung, zunächst Ethylenglykol als flüssige Phase einzusetzen. Die Modellslurries, welche bei der Inbetriebnahme der Vergaser-Einheit der bioliq<sup>®</sup>-Anlage eingesetzt werden, sind ebenfalls mit Ethylenglykol hergestellt.

Das Ethylenglykol ist lagerstabil und siedet erst bei  $197\ ^\circ\text{C}$ . Kokspartikel werden sehr gut von Glykol benetzt und der Heizwert ist mit dem der organischen Kondensate der Pyrolyse vergleichbar. Die physikalischen und chemischen Eigenschaften von Ethylenglykol sind in Tabelle 3-1 zusammengefasst.

Tabelle 3-1: physikalische und chemische Eigenschaften von Ethylenglykol (Bitsch, 2011)

	Siedepunkt ( $^\circ\text{C}$ )	Heizwert (MJ/kg)	Dichte ( $\text{g}/\text{cm}^3$ )	dyn. Viskosität (mPas, $20^\circ\text{C}$ )	thermische Zersetzung ( $^\circ\text{C}$ )
Ethylenglykol	197,6	16,6	1,11	21	$>200$ -250

## 3.2 Dosiersystem

### 3.2.1 Feststoffdosiersystem

Die kontinuierliche Dosierung von Pulver stellt eine apparative Herausforderung dar. Dies liegt an den Schüttgutmechanischen Eigenschaften von Pulver, unter anderem die Brückenbildung und die schlechte Fließfähigkeit. Eine Option zur kontinuierlichen volumetrischen Dosierung pulverförmiger Schüttgüter ist der Schneekendosierer. Hier wird das Schüttgut durch die rotierende schraubenförmige durchgehende Schnecke im Trog aufgenommen und in einem Rohr gefördert. In dem Trog führen Rührwerke (Trogaktivierung) zur Homogenisierung des Schüttguts und der optimalen Füllung der Schneckengänge. Speziell für Pulver konstruierte Dosierschnecken haben einen langen Einzugsbereich damit die Schneckengänge gleichmäßig gefüllt werden und der Einfluss der Brückenbildung minimiert wird (Abbildung 3-1).

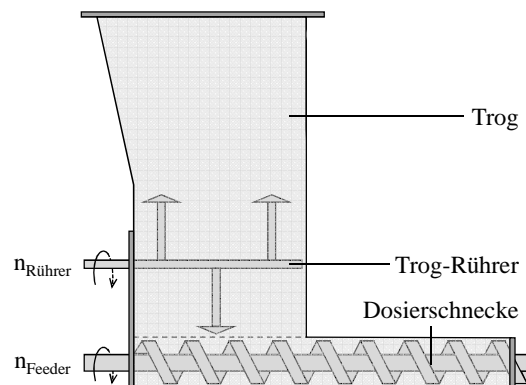


Abbildung 3-1: schemazeichnung eines Einschneekendosierers mit Rührwerk für Pulver (Brabender Technologie KG, 2013)

Am IKFT steht ein Schneekendosierer der Thermo Fischer Corporation (Einschnecken-Metering Feeder mit CAN Open) zur Verfügung, welcher für die Dosierung von Granulat und rieselfähigem Pulver geeignet ist (Abbildung 3-2).

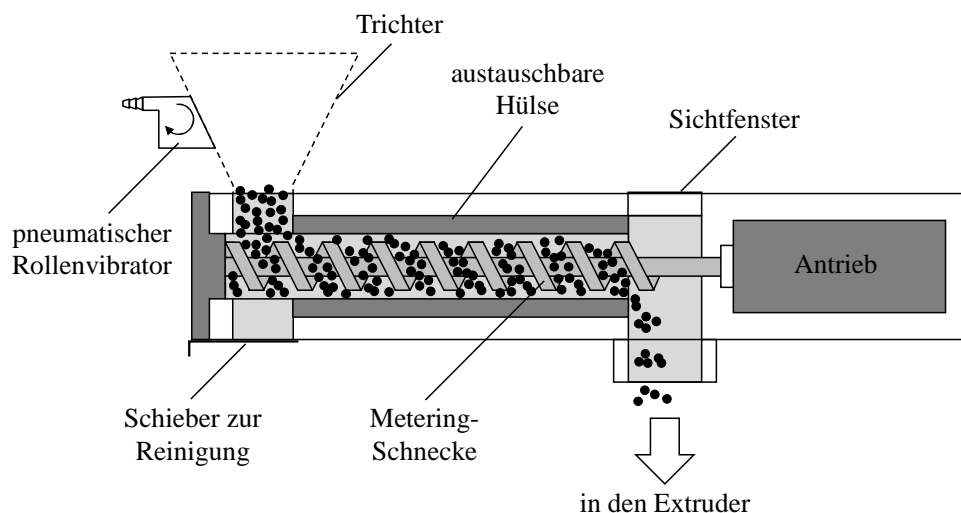


Abbildung 3-2: schemazeichnung des Metering Feeders (Thermo Fisher Scientific)

Zur Trogaktivierung ist hier ein mit Druckluft arbeitender Rollenvibrator an der Außenseite des Trichters montiert. Das stark brückenbildende und sehr kohäsive Kokspulver kann jedoch mit dieser Apparatur nicht kontinuierlich gefördert werden. Einerseits bildet sich nach kurzer Zeit

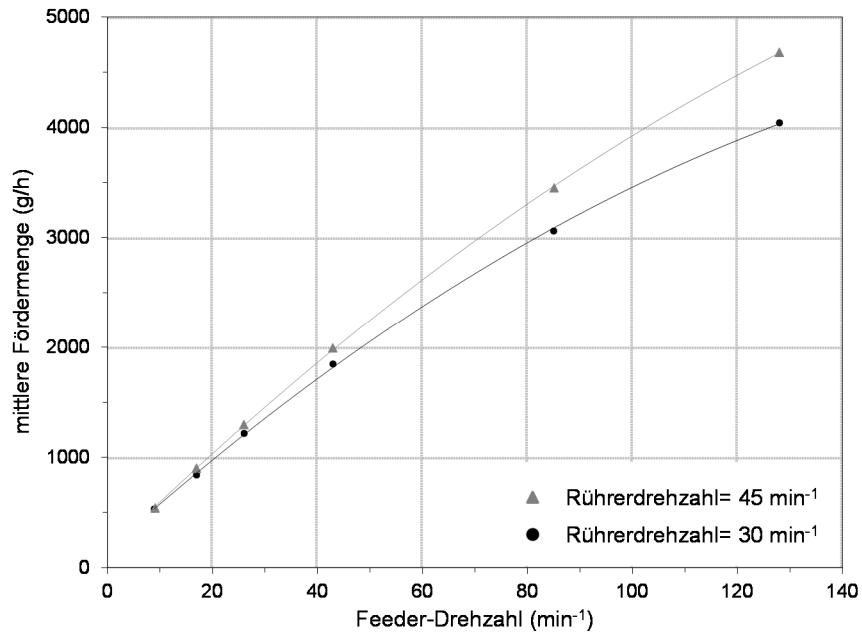
über der gesamten Einfüllöffnung eine Brücke die die Füllung der Schneckengänge verhindert (Abbildung 3-3-links), andererseits führt die Schüttelbewegung des Trichters nicht zur gewünschten Verhinderung der Brücken- oder Schachtbildung, sondern zur Verdichtung des Kokspulvers und Verstopfung des Trichterhalses. Durch den Einbau eines selbst konstruierten Rührers wurde dieses Problem gelöst (Abbildung 3-3-mitte). Dieser Rührer wird so in das Rührgerät gespannt und über der Dosierschnecke platziert, dass er genau durch den Trichterhals und die Einfüllöffnung des Dosierers passt und mit minimalem Abstand über der Schnecke rotiert (Abbildung 3-3-rechts). Die versetzten Rührblätter brechen kontinuierlich die gebildeten Brücken und führen zu einer gleichmäßigen Füllung der Schneckengänge.



**Abbildung 3-3: links: Koksstau in der Einfüllöffnung des Feeders in Folge von Brückenbildung  
 mitte: konstruierter Rührer mit Rührblätter  
 rechts: Platzierung des Rührers in der Einfüllöffnung des Feeders**

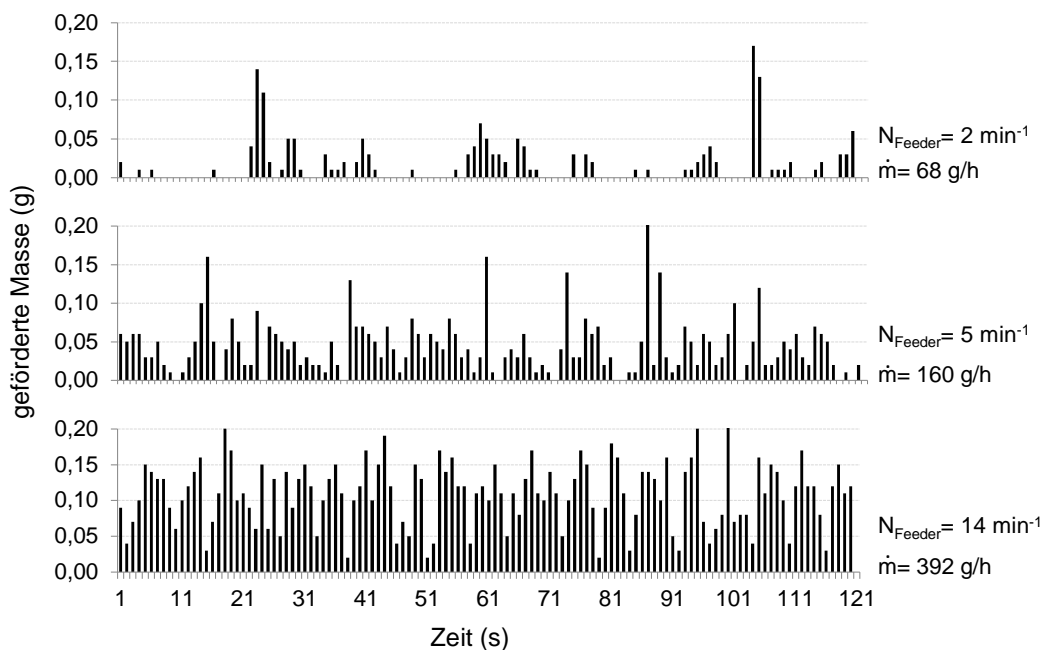
Da bei der kontinuierlichen volumetrischen Dosierung keine Massenströme gemessen werden, muss eine Kalibrierung vorgenommen werden, wobei der Massenstrom ( $\dot{m}$ ) als Funktion der Feeder-Drehzahl ( $N_{\text{Feeder}}$ ) bestimmt wird. Bei Unabhängigkeit der Schüttdichte von der Schneckendrehzahl ist der geförderte Massenstrom proportional der Schneckendrehzahl. Bei kohäsiven Stoffen geht der lineare Zusammenhang zwischen  $\dot{m}$  und  $N_{\text{Feeder}}$  verloren, da sich auch Stoffgrößen wie die Schüttdichte mit  $N_{\text{Feeder}}$  ändern (Pahl, 1989). Abbildung 3-4 zeigt eine Kalibrierkurve des Dosiersystems für Mehl. Hier ist bei hohen Fördermengen eine deutliche Abweichung vom linearen Zusammenhang zu beobachten. Die Kalibrierkurve für Koks befindet sich im Anhang. In dieser Arbeit wurden nur Massenströme eingestellt, welche noch im linearen Bereich der Kalibrierkurve liegen.

Auch der Einfluss des Rührers auf die Fördermenge darf nicht unterschätzt werden. Zwar hat der Rührer bei freifließenden Materialien nur einen geringen Einfluss auf die Fördermenge, bei sehr kohäsiven, nicht frei fließenden Materialien jedoch ist der Einfluss des Rührers sehr groß. Dabei spielt nicht nur die Rührerdrehzahl ( $N_{\text{Rührer}}$ ) eine Rolle, sondern auch die Geometrie des Rührers und die Drehrichtung (Pahl, 1989). So muss bei Angabe der Dosierer-Einstellungen immer auch die eingestellte Rührerdrehzahl mit angegeben werden. In Abbildung 3-4 ist der Einfluss der Rührer-Drehzahl auf die geförderte Menge deutlich zu sehen.



**Abbildung 3-4: Kalibrierkurve des Feeders für Mehl und der Einfluss der Rührer-Drehzahl auf die Fördermenge des Dosiersystems**

Eine weitere Eigenschaft der Schneckendosiersysteme ist die Pulsation des Förderstromes. Da bei jeder Umdrehung der Dosierschnecke ein Schneckenkanal entleert wird führt dies zu einer diskontinuierlichen Förderung des Pulvers. Zur Charakterisierung des Zeitverhaltens vom hier verwendeten Dosiersystem wurde eine Waage unter der Austragsöffnung gestellt und bei verschiedenen Schneckendrehzahlen die Anzeige der Waage gefilmt. Die pro Sekunde geförderte Masse wurde durch die Auswertung dieses Videos berechnet. Abbildung 3-5 zeigt das Zeitverhalten bei drei verschiedenen Drehzahlen bzw. Fördermengen. In Verbindung mit der Pulsation des Fluidstroms (Kapitel 3.2.2) wird klar, dass die Dosiergenauigkeit des Feeders bei niedrigen Drehzahlen ( $<5 \text{ min}^{-1}$ ) nicht zufriedenstellend ist. Die Pulsation des Förderstroms der Schneckendosierer kann durch Schnecken mit geringeren Gangbreiten und hohe Drehzahlen zum Teil kompensiert werden.



**Abbildung 3-5: Pulsation des geförderten Koks-Massenstroms mit dem Schneckendosierer**

### 3.2.2 Fluiddosiersystem

Zur Dosierung von Wasser bzw. Ethylenglykol wird eine Schlauchpumpe (IKA<sup>®</sup>-Werke GmbH, Modell PA-SF) eingesetzt. Neben der Pumpendrehzahl ( $N_{\text{pumpe}}$ ) hängt der Förderstrom der Pumpe auch vom Durchmesser des eingespannten Schlauches ab. Für niedrige Flüssigkeitsströme, für die eine niedrige Pumpendrehzahl benötigt wird, ergibt sich ein stark pulsierender Strom. Hier kann ein Schlauch mit kleinerem Innendurchmesser behilflich sein, so dass für denselben Volumenstrom eine höhere Drehzahl benötigt wird. Für die Experimente in dieser Arbeit wird ein Schlauch mit einem Innendurchmesser von 2 mm (Außendurchmesser 4 mm) genutzt. Bei einem Volumenstrom von ca. 197 g/h ( $N_{\text{pumpe}}=5 \text{ min}^{-1}$ ) kommt hierbei ein Tropfen pro Sekunde und beim doppelten Volumenstrom ( $N_{\text{pumpe}}=10 \text{ min}^{-1}$ ,  $\dot{m} \approx 394 \text{ g/h}$ ) zwei Tropfen pro Sekunde aus dem Schlauch (Abbildung 3-6). Erst ab einer Pumpendrehzahl von  $70 \text{ min}^{-1}$  bildet sich am Ausgang der Pumpe ein kontinuierlicher Fluidstrom. Die Kalibrierkurven der Dosiersysteme befinden sich im Anhang.

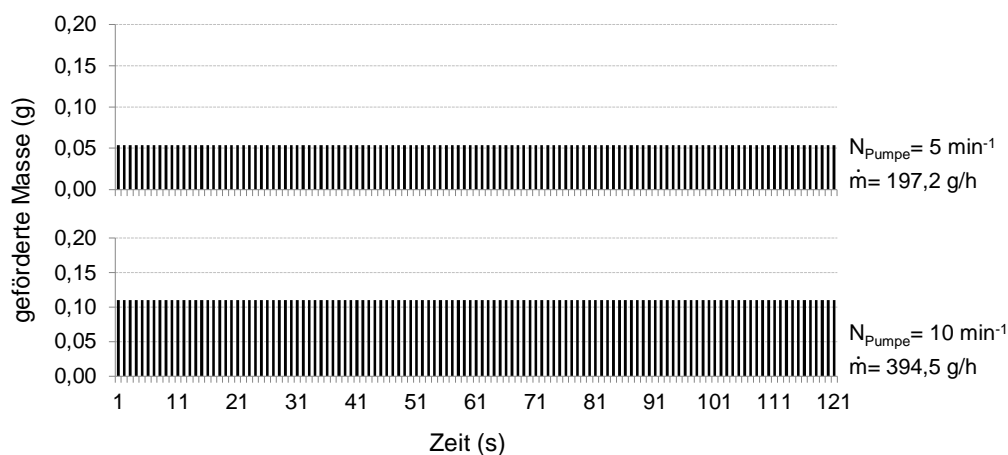


Abbildung 3-6: Pulsation des geförderten Glykol-Massenstroms mit der Schlauchpumpe

### 3.3 Einschneckenextruder

Der für diese Arbeit zur Verfügung stehende Extruder besteht aus zwei Komponenten. Das Grundgerät (Rheocord 300p, Thermo Electron Corporation) beinhaltet den Antrieb und ist für die Kommunikation mit dem Steuerungsrechner zuständig. Der Messvorsatz (Rheomex 252p, Thermo Electron Corporation) ist ein Einschneckenextruder mit glattem Zylinderrohr (Innendurchmesser 19,1 mm) und drei Temperierzonen (max  $400^{\circ}\text{C}$ ). Zusätzlich kann die Einzugszone mit Luft oder Flüssigkeit gekühlt werden. Die Düse wird über eine Heizmanschette separat geheizt. Der Messextruder kann mit unterschiedlichen Schneckenbauarten ausgerüstet werden. Für diese Arbeit kommt eine Drei-Zonen-Schnecke mit Mischteil zum Einsatz. Die charakteristischen Abmessungen der Schnecke können Abbildung 3-7 entnommen werden. Die technischen Datenblätter des Grundgerätes und des Messvorsatzes befinden sich im Anhang.

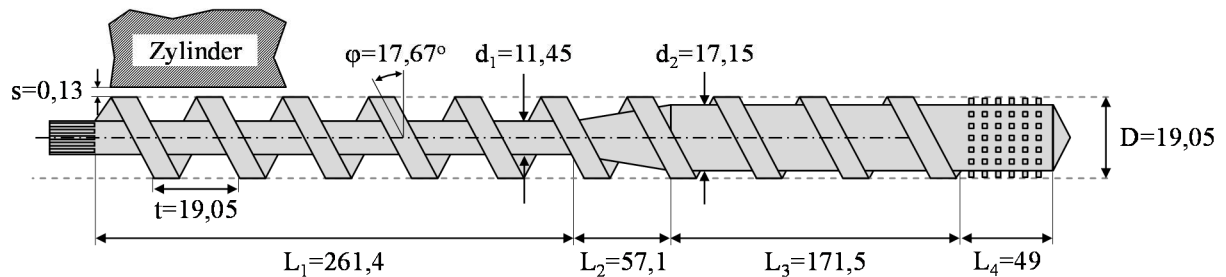
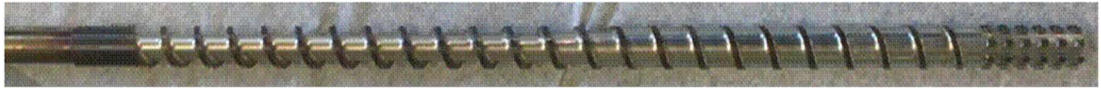


Abbildung 3-7: die charakteristischen Abmessungen der 3-Zonen-Schnecke (alle Längenangaben in mm)

Der Extruder besitzt ab Werk eine Einfüllöffnung von 22x35 mm über der Einzugszone der Schnecke. Bei gleichzeitiger Zugabe der festen und flüssigen Edukte über derselben Öffnung kommt es zur Befeuchtung der inneren Wände dieser Einfüllöffnung. Das Pulver bleibt haften, bildet Brücken und versperrt Teile der offenen Fläche. Dies und die unzureichende Mischung der Phasen in diesem Bereich des Extruders verhindern den regulären Einzug des Materials und führen zu einer Verstopfung der Einzugsöffnung. Für die Fluidzugabe wird daher eine separate Öffnung benötigt. In der Werkstatt wurde hierfür eine konische 1/8 Zoll Bohrung in 26 mm Abstand von der ersten Öffnung angefertigt (Abbildung 3-8). So wird das Fluid ca. einen Schneckengang entfernt von der Feststoffdosierstelle in Austragrichtung zugegeben. Das Fluid wird vom geförderten Pulver mitgenommen und entlang der Schnecke innig vermischt.

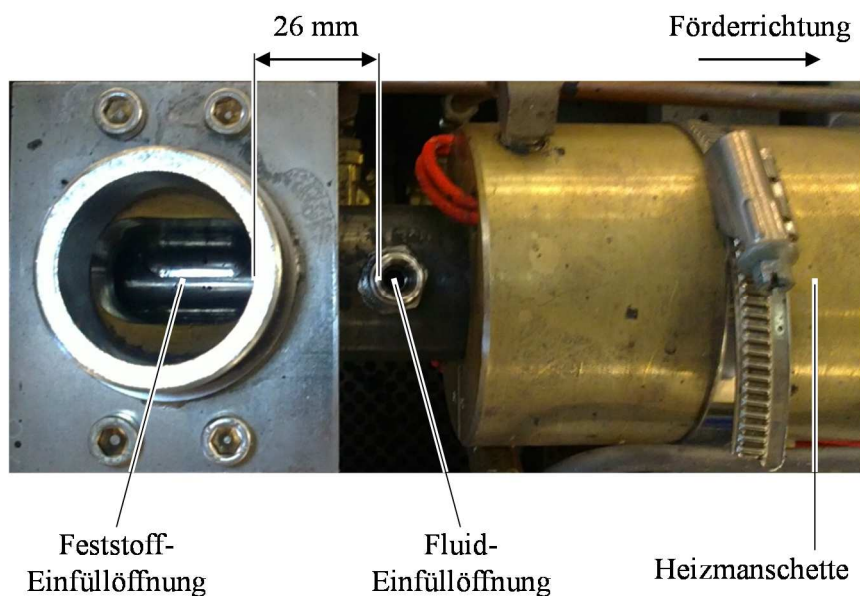


Abbildung 3-8: Abstand der Dosieröffnungen am Extruderzylinder

Als Extrusionswerkzeug steht eine Kapillardüse mit einem Innendurchmesser von 1 mm zur Verfügung. Die meisten Versuche wurden jedoch ohne Düse durchgeführt.

### 3.4 Messtechnik

Der Extruder wird von einem Computer über die mitgelieferte Software gesteuert. Hier können die Temperaturen der Heizzonen und die Drehzahl der Schnecke eingestellt werden. Das Drehmoment der Schnecke wird am Grundgerät über einen Sensor erfasst und kann zu Auswertezwecken aufgezeichnet werden. Zudem dient die Drehmomentmessung dem Schutz des Antriebs vor Überlastung.

Zwischen Schneckenkopf (Mischteil) und der Düse befinden sich zwei Messbohrungen im Zylinder. Ein Thermoelement und ein Drucksensor messen hier die Massetemperatur des Extrudats und den Massedruck.

Während einer Versuchs-Kampagne werden die Werte des Drehmoments, Massedrucks, der Massetemperatur und der Schneckendrehzahl in einer Datei aufgezeichnet.

Zur Bestimmung des realen Feststoffgehalts des Extrudats wird bei jedem Einstellwert der Dosiersysteme eine Probe des Extrudats entnommen. Diese Probe wird mit einer 10 fachen Menge Ethanol verdünnt und filtriert. Der abgetropfte Filter wird über 8 Stunden im Ofen bei 105°C getrocknet. Anschließend wird über der Masse des trockenen Filterkuchens die Zusammensetzung der ursprünglichen Probe bestimmt.

## 4 Ergebnisse und Diskussion

### 4.1 Durchsatz

Die Abschätzung des Durchsatzes eines Extruders unter vereinfachenden Annahmen ist in Kapitel 2.2.3 beschrieben. Die dort angegebenen Gleichungen beziehen sich jedoch auf vollgefüllte Schneckengänge, in denen die beschriebenen Strömungen (in x- und z-Richtung) ausgebildet sind. Wenn der Extruder durch dosiertes Beschicken unterdosiert wird, ist der Durchsatz durch die Fördermenge des Dosiersystems vorgegeben. Hier sind die Schneckengänge zumindest in einem Abschnitt der Schnecke teilgefüllt. Erst durch Abnahme der Gangtiefe oder durch Rückstau des Extrudats im Zylinder hinter der Düse bildet sich einer Zone auf in der die Schneckengänge vollgefüllt sind.

Versuche an dem vorhandenen Extruder zeigen, dass bei einem Durchsatz von 370 g/h die Schneckengänge auf der gesamten Länge nur teilgefüllt sind (Abbildung 4-1). Da in den Versuchen keine Düse verwendet wurde hat sich im Zylinder kein Rückstau gebildet. In diesem Fall wird das Material im Extruder nicht extrudiert (im Sinne der Überlappung der Schlepp- und Druckströmung) sondern nur durch die aktiven Flanken der Schnecke im Zylinder vorangeschoben. Da sich im Extruder kein Druckgradient bildet, kommt es auch zu keiner Leckströmung und daher sind die passiven Flanke in Abbildung 4-1 unbenetzt.



Abbildung 4-1: teilgefüllte Schneckengänge in der Meteringzone bei  $\dot{m}=370$  g/h und  $c_w=40\%$

Durch die Abnahme der Gangtiefe in der Kompressionszone und die Verkleinerung des freien Gangquerschnitts werden die Schneckengänge der Meteringzone ab einem bestimmten Durchsatz vollgefüllt sein, während die in der Einzugszone noch teilgefüllt sind. Es kommt, wie in der ersten Schneckenstufe eines Entgasungsextruders, zu einem Druckanstieg in der Kompressionszone (Abbildung 4-2) und Überlappung der gleichgerichteten Schlepp- und Druckströmung.

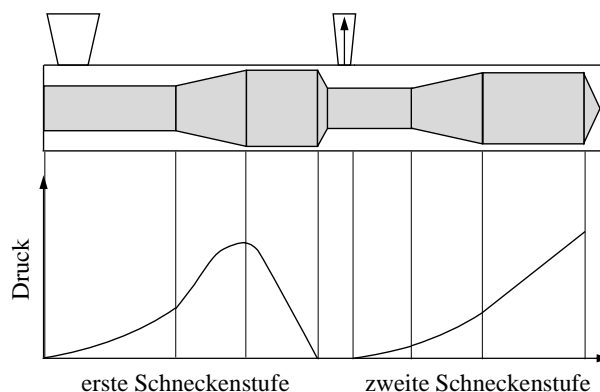
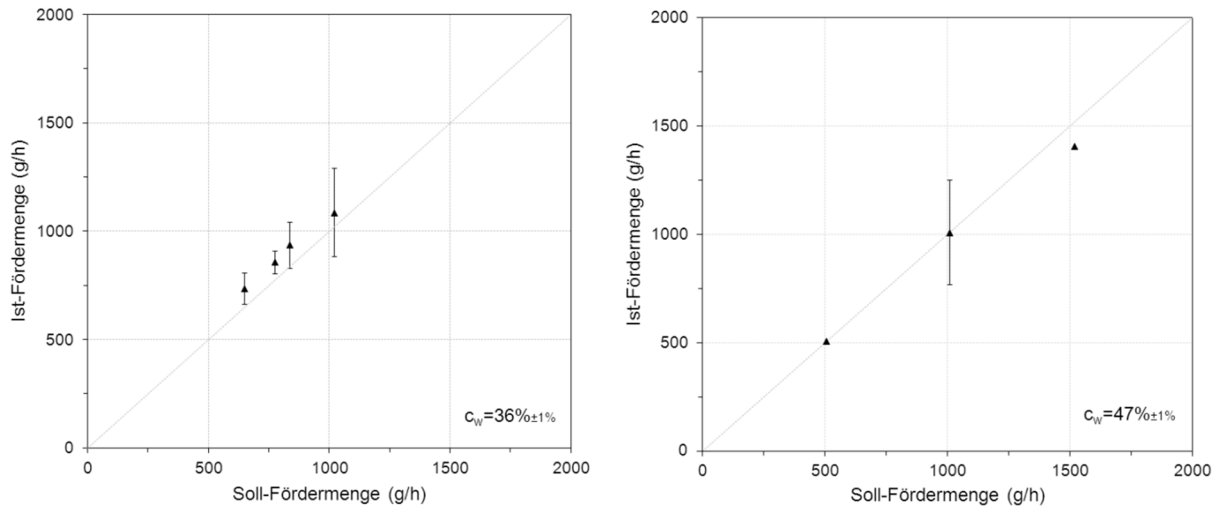


Abbildung 4-2: : schematischer Druckverlauf im Entgasungsextruder (Hensen, et al., 1989)



Um den maximalen Durchsatz des Extruders bei einer konstanten Feststoffkonzentration zu bestimmen, wird die Dosiermenge der Edukte bei konstanten Feststoffkonzentrationen stufenweise erhöht. Der gravimetrisch bestimmte Ist-Durchsatz wird in einem Diagramm über der dosierten Menge (Soll-Wert) aufgetragen (Abbildung 4-3). Eine Abweichung des Ist-Wertes vom Soll-Wert deutet auf eine Akkumulation des Materials im Extruder und das Erreichen des maximalen Durchsatzes.



**Abbildung 4-3: Vergleich der Soll- und Ist-Fördermenge des Extruders zur Bestimmung des maximalen Durchsatzes**

Die maximal erreichte Dosiermenge in den Versuchen beträgt 1080 g/h bei  $c_w=36\%$  bzw. 1400 g/h bei  $c_w=47\%$  welches eine Koksdosierung von ca. 390 g/h bzw. 660 g/h entspricht. Bei diesen Durchsatzmengen kommt es während der Extrusion immer wieder zum Rückstau und zur Ansammlung des Kokes in der Einfüllöffnung. Bei Koksdosiermengen oberhalb von 660 g/h verstopft die Kokseinfüllöffnung des Extruders vollkommen (Abbildung 4-4).



**Abbildung 4-4: freie Einfüllöffnung (links), Wandhaftung (mitte) und Brückenbildung (rechts,  $n_{Feeder}=26 \text{ min}^{-1}$ ,  $\dot{m}_{Koks}=715 \text{ g/h}$ ) in der Einfüllöffnung des Extruders in Folge hoher Feststoff-Dosieraten**

Während der Dosierung von kleinen Koksmengen bei niedrigen Drehzahlen der Dosierschnecke bröckelt das im der Dosierschnecke leicht verdichtete Pulver in wenigen, relativ große, Teilstücken ab und fällt direkt in den Extruder. Bei höheren Drehzahlen werden die Bröckchen immer kleiner, das Pulver rieselt in den Extruder. Dies führt zwar zu einer gleichmäßigeren Dosierung des Pulvers, gleichzeitig steigt aber auch die Staubentwicklung und es haften immer mehr Koksartikel an den Wänden der Einfüllöffnung. Bei ungünstigen

Bedingungen (hohe Feuchtigkeit, ausreichend kleine Bröckchen) führt dies zur Brückenbildung in der Einfüllöffnung. Es bildet sich eine stabile Brücke über dem gesamten Querschnitt der Einfüllöffnung, welche die Feststoffzufuhr des Extruders teilweise oder ganz blockiert. Das System stößt somit an die Grenzen der Dosierung bevor der maximale Durchsatz erreicht wird. Das Einführen eines Rührers nach dem Prinzip des Koksdosiersystems ist hier nicht möglich da über der Einfüllöffnung des Extruders das Dosiersystem platziert ist und die Dosierschnecke und das Sichtfenster den Weg versperren (Abbildung 3-2). Eine Auskleidung der Einfüllöffnung mit teflonbeschichteter Folie könnte die Haftung der Kokspartikel verringern und höhere Durchsätze erlauben.

## 4.2 Feststoffkonzentration

Das Förderprinzip von Suspension und trockenem Pulver im Extruder unterscheidet sich grundlegend. In Suspensionen bildet sich über dem gesamten Gangquerschnitt ein Geschwindigkeitsgradient. Im Pulver sorgen die während des Scherens auftretenden Kornstützungen und Stützungszusammenbrüche dafür, dass sich kein Geschwindigkeitsgradient ausbildet, sondern ein oder mehrere Gleitschichten, die nur einige Korndurchmesser hoch sind (Goldacker, 1971). Da die Paste einen Übergang zwischen Suspension und trockenem Schüttgut darstellt, kommt es bei der Erhöhung des Feststoffanteils in der Paste zu der oben beschriebenen Änderung des Förderprinzips. Dies hat direkte Auswirkung auf die Extrudierbarkeit des Produktes. Auch hinsichtlich der Mischzone am Ende der Schnecke ist die Feststoffkonzentration der Paste ein wichtiger Parameter, welcher die Extrudierbarkeit bestimmt. Mischteile sind bei der Extrusion nicht förderaktiv. Das bedeutet, dass das Extrudat durch diese Zone gedrückt werden muss, was einen Druckabfall zur Folge hat. Bei sehr hoher Feststoffkonzentration verstopft das Mischteil und es kommt zu einem Rückstau des Extrudats.

Zur Bestimmung der maximalen Feststoffkonzentration förderbarer Kokspasten im Extruder wurde bei Konstanthalten des Durchsatzes stufenweise der Koksanteil der Paste erhöht. Abbildung 4-5 zeigt das Drehmoment bei eingestellten Feststoffkonzentrationen in zwei Versuchsreihen.

Bei Feststoffkonzentrationen unterhalb 50% ist kein Zusammenhang zwischen der Feststoffkonzentration und dem Drehmoment zu beobachten. Das Drehmoment hängt nach Gl. 10 von der Enthalpieänderung des Extrudats, dem Druck in der Düse und den Wärmeverlusten ab. Die Versuche wurden bei 30 °C durchgeführt und es wurden keine großen Temperaturänderungen verzeichnet, so dass der erste und letzte Term auf der rechten Seite der Gleichung vernachlässigt werden können. In den Versuchen wurde keine Düse verwendet und es entstand somit bei  $c_w < 50\%$  nur ein kleiner Gegendruck durch das Mischteil im Extruder. Somit kann davon ausgegangen werden, dass der Einfluss der Feststoffkonzentration auf das Drehmoment sehr klein und außerhalb des Sensormessbereichs lag.

Bei Feststoffkonzentrationen über 50% ist ein plötzlicher Anstieg des Drehmoments zu beobachten. Die Schnecke dreht sich, es wird aber kein Produkt ausgetragen. Das feststoffreiche Extrudat kann nicht durch die Mischzone gedrückt werden und staut sich im Extruder. Der entstandene Rückstau baut sich bis zur Einfüllöffnung aus und Ethylenglykol und Koks sammeln sich in der Einfüllöffnung. Nach dem Abschalten des Extruders und Herausziehen der Schnecke ist der Rückstau hinter dem Mischteil deutlich zu sehen (Abbildung 4-6). Teilweise ist der Drehmoment-Anstieg so hoch, dass der Antriebschutzmechanismus ausgelöst und der Extruder abgeschaltet wird (Abbildung 4-5 oben).

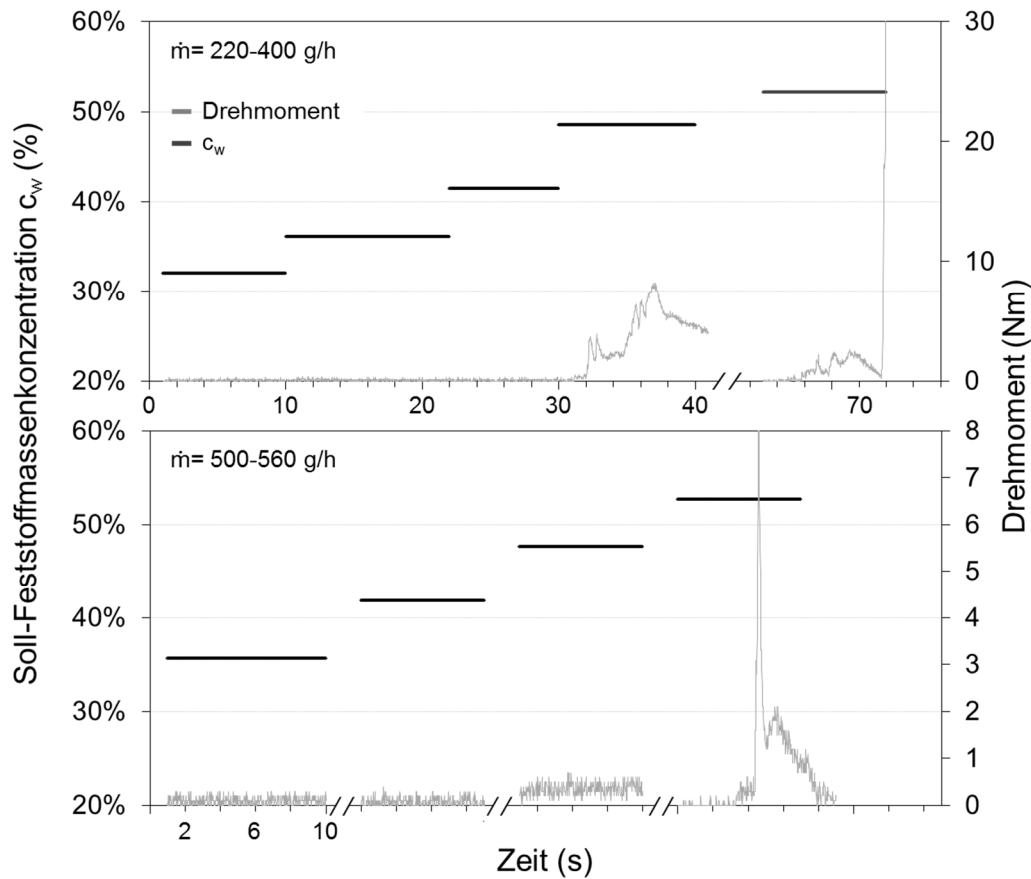


Abbildung 4-5: Drehmoment des Extruders bei verschiedenen Feststoffkonzentrationen und Durchsätzen ( $N_{\text{ext}}=200 \text{ min}^{-1}$ )



Abbildung 4-6: Schnecke nach Verstopfung des Extruders infolge einer feststoffreichen Zone in der Meteringzone

Die Abnahme des Drehmomentes bei Weiterlaufen des verstopften Extruders (Abbildung 4-5 unten) kann durch die Bildung eines verdünnten Suspensionsfilms am Zylinder erklärt werden. An den Kontaktstellen der Paste mit der Schnecke und dem Zylinder führen Platzwechselfvorgänge der Kokspartikel zu einem dichter gepackten Feststoffgitter. Die Kontaktstellen des Feststoffgitters mit dem Extruder nehmen ab, es bildet sich hier eine feststoffarme Suspensionsschicht, ein Gleitfilm, und die Reibung zwischen Extrudat und Zylinder sinkt. Am Austritt des Extruders spült dieser kleine Suspensionsstrom Teile des im Mischteil haftenden Feststoffs aus. Dies erklärt die freien Zähne am Ende des Mischteils in Abbildung 4-6. Bei dem beschriebenen Vorgang können auch Drainageeffekte beteiligt sein. Der Drainageeffekt bei Pasten ist in (Raschka, 1990) beschrieben. Zur genauen Ursachenklärung der Verstopfung bei  $c_w > 50\%$  sind weitere Untersuchungen notwendig. Hierzu bieten sich Versuchsextrudern mit transparenten Kunststoffzylindern an in denen der Bewegungsvorgang des Extrudat mit farbmarkiertem Pulver beobachtet werden kann.

### 4.3 Stabilität der Produkte

Die extrudierten Produkte wurden in Glasschalen gesammelt um im Nachhinein über Filtration und Trocknung die wahre Feststoffkonzentration des Extrudats zu bestimmen. Weiterhin wurde die Stabilität der Proben über 72 Stunden beobachtet. Das Extrudat mit 35% Feststoff ist eine gleichmäßige und gutfließende Suspension. Nach 2 Stunden Lagerung bilden sich kleine Luftblasen an der Oberfläche der Suspension (Abbildung 4-7). Längere Lagerzeiten führen zur Bildung einer Sedimentationsschicht am Boden der Schale. In dem Sediment sind kleine Gasblasen eingeschlossen, welche beim Rühren der Suspension frei werden.



**Abbildung 4-7: Gasblasenbildung im Koks-Ethylenglykol-Extrudat mit 35% Feststoffanteil**  
links: frisch extrudiert, rechts: nach ca. 2 Stunden Lagerung

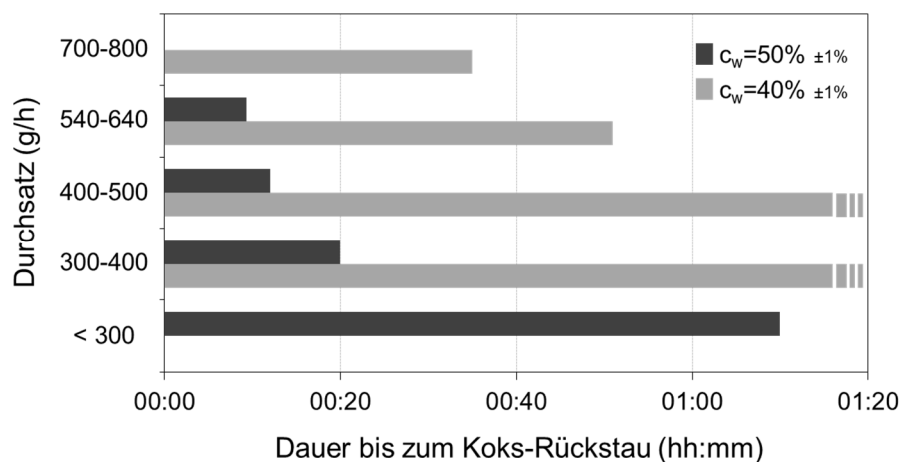
Das Extrudat mit 50% Feststoff hat eine breiige Konsistenz und ist nur schwer fließfähig (Abbildung 4-8). Es nimmt über die ersten Stunden nach der Extrusion geringfügig an Volumen zu, was auf Blasenbildung im Brei zurückzuführen ist. Die entstandenen Gasblasen können aber nicht an die Oberfläche gelangen und führen so zu einem luftigen Produkt. Auch nach 72 Stunden ist keine Phasenseparation zu beobachten.



**Abbildung 4-8: Extrudat mit 50% Feststoffanteil**

#### 4.4 Sensitivitätsanalyse des Verfahrens

Während der Extrusionsversuche kam es häufig vor, dass sich der Koks in der Einfüllöffnung staute und nicht oder nur teilweise von der Schnecke eingezogen wurde. Es handelte sich dabei nicht um eine komplette Verstopfung des Extruders wie in Kap 4.2 beschrieben, sondern nur um eine starke Reduzierung des Kokseinzugs welches zu einem Rückstau des Überschüssigen Kokses führt. Hierbei wird Ethylenglykol mit dem eingezogenen Teil des Kokses weiter gefördert. Da in diesem Fall das eingestellte Mischungsverhältnis der Paste nicht mehr gewährleistet ist und außerdem ein lang andauernder Koksrückstau zur Verstopfung der Einfüllöffnung führt, muss der Versuch abgebrochen werden. Diese Problematik wurde genauer untersucht. Dabei wurden Versuchsreihen mit verschiedenen Feststoffkonzentrationen und Durchsätzen gefahren und die Zeit bis zum Koksrückstau gemessen. Die Ergebnisse sind in Abbildung 4-9 zusammengefasst.



**Abbildung 4-9: Betriebsdauer des Extruders bis zum Koksrückstau bei verschiedenen Durchsätzen**  
( $N_{\text{ext}}=100 \text{ min}^{-1}$ )

Es ist zu beobachten, dass es bei kleinen Durchsätzen und niedrigen Feststoffkonzentrationen nicht zu einem Koksrückstau kommt. Mit steigendem Durchsatz bzw. Feststoffkonzentration tritt der Rückstau immer früher ein. Wenn nach einem Koksrückstau nur die Koksdosierung jedoch nicht der Extruder abgeschaltet wird, wird das Ethylenglykol weiter gefördert und spült das im Extruder zurückgebliebene Koks aus. Die Verstopfung wird dadurch aber nicht beseitigt. Da Ethylenglykol nicht rückstaut, kann davon ausgegangen werden, dass die Verstopfung vor der Fluiddosierung entsteht. Abbildung 4-10 links zeigt die drei Zonen der Schnecke nach einem Koksrückstau und der darauffolgenden Spülung der Schnecke mit reichlich Ethylenglykol. Abbildung 4-10 rechts zeigt den Schneckenabschnitt unter der Fluiddosieröffnung nach einem Koksrückstau. Es ist deutlich eine Anhäufung von feuchtem Koks und eine Fließspur des Fluids zu erkennen.



**Abbildung 4-10: links: Schnecke nach Rückstau des Kokses und Weiterförderung des Etylenglykols**  
**rechts: Schneckenzone unter der Fluiddosierung nach dem Koksrückstau**

In der Einfüllöffnung wird das Pulver über den ganzen Schneckengang verteilt. Bereits nach einer kurzen Strecke schneckenabwärts wird das Fluid zugegeben, welches zum Teil auch den Schneckenkern benetzt. Im Laufe der Zeit baut sich an der Schnecke direkt unter der Fluiddosierstelle eine Zone mit feuchtem Koks an den Flanken auf. Diese Zone ist durch hohe Haftkräfte des feuchten Koks in Folge von Flüssigkeitsbrücken und Kapillarkräften gezeichnet. Das Material haftet an der Schnecke und rotiert mit. Der Schneckengang wird teilweise blockiert und der freie Querschnitt nimmt ab. Ethylenglykol spült dabei im Schneckengang immer eine Rinne aus und hält einen kleinen Gangquerschnitt frei.

Bei niedrigen Durchsätzen und Feststoffkonzentrationen ist die zugeführte Koksmenge gering. Der kleine vom Ethylenglykol freigehaltene Querschnitt reicht zum Fördern dieser Koksmenge. Bei größeren Koksmengen staut sich ein Teil des trockenen Pulvers hinter dieser Zone. Je größer die dosierte Koksmenge ist, desto höher ist die Rückstaurate und es kommt schneller zu einem Koksrückstau.

Die kritische Zone befindet sich nur unter der Fluidosieröffnung, wo der Koks noch nicht vollständig von Fluid benetzt ist. Im weiteren Verlauf der Extrusion sinken die Haftkräfte des Koks durch eine vollständige Benetzung (Kapitel 2.3.1). Die Benetzungseigenschaften des Fluids können die Ausbreitung der kritischen Zone entlang der Schnecke beeinflussen. Versuche mit Wasser zeigten die gleiche Problematik wie mit Ethylenglykol, wobei berücksichtigt werden muss das Wasser schlechter das Koks benetzt. Eine andere Fluidosierung, z.B. eine seitliche Zuführung des Fluids, könnte das Problem teilweise lösen, da in diesem Fall die Schnecke nicht so stark vom eintropfenden fluid befeuchtet wird.

In teilgefüllten Schneckengängen des konventionellen Einschneckenextruders besteht keine Möglichkeit das an der Schnecke haftende Material abzulösen. Nur in vollen Schneckengängen, in denen das Material von oben und unten mit dem Zylinder bzw. Schneckenkern in Kontakt steht, wird die Scherkraft durch das Material (Fluid und Feststoffgerüst) übertragen. So können die Haftkräfte überwunden und das Material extrudiert werden. Verschiedene Sonderbauarten der Einschneckenextruder sind zur Lösung dieses Problems konstruiert worden, unter anderem der Stiftextruder (Abbildung 4-11). In diesem Extruder streifen aus dem Zylinder herausstehende Stifte das an der Schnecke haftende Material ab und führen so zu einer besseren Durchmischung des Extrudats.

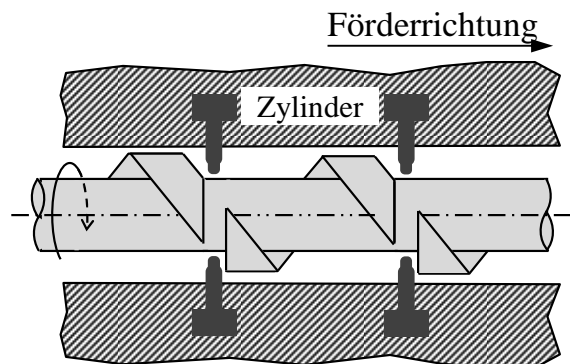


Abbildung 4-11: schematische Darstellung eines Stiftextruders

## 5 Zusammenfassung und Ausblick

Das Konzept des bioliq<sup>®</sup>-Verfahrens sieht eine dezentrale Aufbereitung der rohen trockenen Biomasse in einem Pyrolyseprozess vor. Die Produkte, Kokspulver und Teerkondensat, mit einer mehrfach höheren Energiedichte gegenüber der Einsatzstoffe werden zu zentralen Großanlagen transportiert und weiterverarbeitet. Eine Pyrolysekokspaste kann als Transportform aber auch als Einsatzstoff für die weiteren Prozessschritte vielseitige Vorteile haben. Unter anderem die Vermeidung der Staubentwicklung und eine höhere Energiedichte der Paste in Vergleich zu den einzelnen Pyrolyseprodukten. In der Literatur wird die Extrusion als Herstellungsverfahren solcher Kokspasten beschrieben. Im Rahmen dieser Arbeit wurde die Charakterisierung eines Einschnuckenextruders zur Herstellung von Pyrolysekokspasten durchgeführt. Hierzu wurde eine Drei-Zonen-Schnecke mit Mischteil eingesetzt.

Messungen zeigen, dass mit der eingesetzten Schnecke Kokspasten mit bis zu 50% Koksmassenanteil extrudiert werden können. Die Schneckenkonstruktion, hauptsächlich das Mischteil, stellte sich dabei als der limitierende Faktor heraus.

Es wurde kein eindeutiger Einfluss der Feststoffkonzentration auf das Drehmoment der Schnecke beobachtet. Dies kann darauf zurückgeführt werden, dass in den Versuchen keine Düse verwendet wurde und sich im Extruder kein Gegendruck aufbaute.

Die durch Wandhaftung und Brückenbildung verursachten schlechten Fließeigenschaften des Kokspulvers wurden im Dosiersystem durch konstruktive Maßnahmen überwunden. Im Extruder stören jedoch diese Eigenschaften, vor allem die hohe Haftkraft des feuchten Kokspulvers, den Extrusionsvorgang. An der Schnecke haftender feuchter Koks rotiert mit der Schnecke und wird nicht gefördert. Dies führt zu Rückstau und Verstopfung der Einfüllöffnung. Weiterhin wurde die Lagerstabilität der Extrudats beobachtet. In extrudierten Suspensionen mit 35% Koksmassenanteil bilden sich in den ersten Stunden nach der Extrusion kleine Luftblasen welche an die Oberfläche gelangen. Bereits während den ersten 24 Stunden bildet sich eine Sedimentationsschicht am Boden des Gefäßes. Bei Extrudate mit 50% Feststoff blieben die entstandenen Gasblasen im Extrudat und lockerten die Paste auf. Hier wurde keine Phasenseparation beobachtet.

Zur weiteren Untersuchung der Kokspastenextrusion müssen Änderungen am Einschnuckenextruder vorgenommen werden. Zum einen müssen Maßnahmen ergriffen werden, welche die Haftung zwischen dem feuchten Koks und der Schnecke verhindern bzw. reduzieren. Zum Beispiel würde eine seitliche Beschickung des Fluids in den Zylinder die direkte Befeuchtung des Schneckenkerns durch das eintropfende Fluid vermeiden. Weiterhin kann durch Zugabe oberflächenaktiver Stoffe die Fluidoberflächenspannung beeinflusst und die vollständige Benetzung des Koks beschleunigt werden. Zum anderen sind Änderungen an der Konstruktion des Extruders vorzunehmen. Ein größerer Abstand zwischen der Kokseinfüllöffnung und der Fluiddosierstelle gewährleistet eine längere Rückstaulänge, so dass zeitweilige Störungen des Materialflusses im Extruder nicht sofort zu einer Ansammlung des Kokes in der Einfüllöffnung führen. Koks und Fluid können auch außerhalb des Extruders in einer geeigneten vertikalen Dosierschnecke (zum Beispiel in einem Doppelschneckenextruder) vorgemischt und zwecks Homogenisierung und Druckaufbau in den Extruder zwangsbefördert werden. Eine andere Extruderschnecke, zum Beispiel eine Kernprogressive Schnecke (mit einem durchgehend konischen Schneckenkern) ohne Mischteil, kann die Sensibilität des Verfahrens bei hohen Feststoffanteilen und die Verstopfungsgefahr senken.

Weiterhin können auch Doppelschneckenextruder auf Hinblick ihrer Eignung zur Kokspastenextrusion untersucht werden. Besonders ihre selbstreinigende Eigenschaft verhindert das Haften des feuchten Pulvers an der Schnecke. Zudem bietet der modulare Schneckenbau in Doppelschneckenextrudern viel Flexibilität bei der Anpassung der Schneckenkonstruktion.

## 6 Literaturverzeichnis

**Benbow, John und Bridgwater, John. 1993.** *Paste Flow and Extrusion*. New York : Oxford University Press, 1993. ISBN 0-19-856338-8.

**Bitsch, Boris. 2011.** Rheologische Charakterisierung eines Modell-Pyrolyseslurries auf Basis von Glykol und Strohkok. *Diplomarbeit*. KIT : Institut für Mechanische Verfahrenstechnik und Mechanik, Bereich Angewandte Mechanik, 2011.

**BMWI, Bundesministerium für Wirtschaft und Technologie. 2013.** *Energie in Deutschland, Trends und Hintergründe zur Energieversorgung*. Berlin : s.n., 2013.

**Brabender Technologie KG. 2013.** Screw Feeders Werbebroschüre. 2013.

**BVBA, Prime Water. 19.08.2013.** *Aktivkohle*. [Internetsite] <http://www.primewater.com/carbon-de.html> : s.n., 19.08.2013.

**Craven, J.M., Swithenbank, J. und Sharifi, V.N. 2013.** *High Pressure Solids Feeder*. Copenhagen/Denmark : 21st European Biomass Conference and Exhibition, 2013.

**Dahmen, N. 2010.** Synthetische Chemieprodukte und Kraftstoffe aus Biomasse. *Chemie Ingenieur Technik*. 2010, Bd. 82, 8.

**Dahmen, Nicolaus. 2010.** *Schlussbericht Gaserzeugung aus Biomasse III*. s.l. : Karlsruher Institut für Technologie, 2010.

**Dahmen, Nicolaus und Dinjus, Eckhard. 2007b.** Die Schnellpyrolyse im Rahmen des bioliq-Verfahrens am Forschungszentrum Karlsruhe. *Gülzower Fachgespräche*. 2007b, Bd. 28.

**Dahmen, Nicolaus, Dinjus, Eckhard und Henrich, Edmund. 2007a.** Synthesekraftstoffe aus Biomasse. [Buchverf.] Thomas Bürke und Roland Wegenmayer. *Erneuerbare Energie: Konzepte für die Energiewende*. s.l. : Wiley-VCH, 2007a.

**Dames, Burkhardt, Morrison, Bradley R. und Willenbacher, Norbert. 2001.** An empirical model predicting the viscosity of highly concentrated, bimodal dispersions with colloidal interactions. *Rheologica acta*. 2001, 40.

**Dörfler, Hans-Dieter. 2002.** *Grenzflächen und kolloid-disperse Systeme: Physik und Chemie*. Deutschland : Springer, 2002. ISBN 3540425470, 9783540425472.

**Felder, Raimund J.M. 1990.** Charakterisierung von Pasten mit einem Schergerät in Hinblick auf ihre Ausformbarkeit. *Dissertation*. TH Karlsruhe : s.n., 1990.

**Furman, Anthony H. 1977.** *Method for Extrusion of Coal containing Body*. 4,049,392 USA, 20. September 1977. 44/11-13.

**Galetti, Nino und Langhorst, Christina. 2006.** *Globale Ressourcensicherheit: Herausforderungen und Handlungsempfehlungen für die Politik*. s.l. : Konrad-Adenauer-Stiftung, 2006.

**Giles, Harold F., Wagner, John R. und Mount, Eldridge M. 2005.** *Extrusion: The Definitive Processing Guide and Handbook*. USA : William Andrew Inc., 2005. ISBN 0-8155-1473-5.

**Goldacker, Erhard. 1971.** Untersuchungen zur inneren Reibung von Pulver, insbesondere im Hinblick auf die Förderung in Extrudern. *Dissertation*. RWTH Aachen : s.n., 1971.

**Greif, Helmut, et al. 2004.** *Technologie der Extrusion, Lern- und Arbeitsbuch für die Aus- und Weiterbildung*. München, Wien : Hanser, 2004. ISBN 3-446-22669-9.



- Henrich, E. und Dinjus, E. 2005.** Die Pyrolyseslurry-Vergasung des Forschungszentrum Karlsruhe. [Buchverf.] Fachagentur Nachwachsende Rohstoffe. *Synthetische Biokraftstoffe: Techniken, Potenziale, Perspektiven*. s.l. : Landwirtschaftsverlag, 2005.
- Hensen, F., Knappe, W. und Potente, H. 1989.** *Handbuch der Kunststoff-Extrusionstechnik I - Grundlagen*. München : Carl Hanser, 1989. ISBN 3-446-14340-8.
- International Energy Agency. 2011.** *World Energy Outlook*. s.l. : IEA, 2011.
- Johannaber, Friedrich. 2004.** *Kunststoff-Maschinen-Führer*. München : Carl Hanser Verlag, 2004. ISBN 3-44622042-9.
- Kornmayer, Christoph. 2009.** Verfahrenstechnische Untersuchungen zur Schnellpyrolyse von Lignocellulose im Doppelschnecken-Mischreaktor. *Dissertation*. Fakultät für Chemieingenieurwesen und Verfahrenstechnik : Technische Universität Karlsruhe, 2009.
- Kroll, Walter. 1977.** Doppelschneckenextruder - Einschneckenextruder. *Kunststoffe*. 1977, 67.
- Martin, Gerhard A. 2001.** *Der Einschneckenextruder - Grundlagen und Systemoptimierung*. Düsseldorf : VDI-Verlag GmbH, 2001. ISBN 3-18-234247-9.
- Nicoleit, Thomas. 2012.** Charakterisierung der mechanischen Eigenschaften von Hochviskosen Pyrolysekoksuspensionen. *Diplomarbeit*. Karlsruher Institut für Technologie : Institut für Angewandte Materialien, 2012. Bd. 284.
- Pahl, Manfred H. 1989.** *Lagern, Fördern und Dosieren von Schüttgütern*. Köln : TÜV Rheinland GmbH, 1989. ISBN 3-88585-672-7.
- Panzer, Marius. 2011.** Zerkleinerung von Biomassekoks beim Karlsruher bioliq-Prozess. *Diplomarbeit*. Karlsruhe : Karlsruher Institut für Technologie, 2011.
- Pontow, Bernd. 1982.** *Entwicklung eines Eintrag- und Dosiersystems für Kohlestaubdruckvergasung*. Stuttgart : Werner & Pfleiderer, 1982. ISSN 0340-7608.
- Potente, H. 1981.** *Auslegung von Schneckenmaschinen-Baureihen, Modellgesetze und ihre Anwendung*. Wien : Carl Hanser Verlag, 1981. ISBN 3-446-13384-4.
- Raffelt, Klaus, Henrich, Edmund und Kornmayer, Christoph. 2006.** *Produktion von Synthesegas aus Schlämmen pyrolysierter Strohhäcksel*. Velen : DGMK-Fachbereichstagung "Energetische Nutzung von Biomasse", 2006. ISBN 3-936418-49-7.
- Raschka, Kurt. 1990.** Bestimmung der Fließeigenschaften feuchter Schüttgüter mit Anwendung bei der Schneckenextrusion. *Dissertation*. TH Karlsruhe : VDI-Verlag, 1990. ISBN 3-18-142703-9.
- Rauwendaal, Chris. 1987.** Scale-up of Single Screw Extruders. *Polymer Engineering and Science*. 1987, Bd. 27, 14.
- Rayson, Porter R. 1980.** *Continuous coal processing method*. 4,206,713 USA, California, 10. 6 1980.
- Risse, Andreas. 2012.** *Fertigungsverfahren der Mechatronik, Feinwerk- und Präzisionsgerätetechnik*. Wiesbaden : Springer Vieweg, 2012. ISBN 978-3-8348-1519-4.
- Sahagu, Jaime F. und Harper, Judson M. 1979.** Effects of screw restrictions on the performance of an autogenous extruder. *Journal of Food Process Engineering*. 1979, Bd. 3, 4.
- Scheel, M., Seeman, R. und Brinkmann, M. 2008.** Morphological clues to wet granular pile stability. *Natural Materials*. 2008, 7.
- Schlegel, Dietrich. 1982.** Zur Förderung wandgleitender plastischer Materialien in Schneckenmaschinen. *Dissertation*. RWTH Aachen : s.n., 1982.

**Schuler, Werner. 1995.** Hochrechnung von Versuchs- auf Produktionsextruder. [Buchverf.] Verein Deutscher Ingenieure. *Der Doppelschneckenextruder*. Düsseldorf : VDI-Verlag, 1995.

**Steiwand, Anna. 2011.** Prozessanalytik bei der VErarbeitung von Produkten der Biomassepyrolyse. *Diplomarbeit*. Karlsruhe : Karlsruher Institut für Technologie, 2011.

**Thermo Fisher Scientific.** *Evolution of Polymer III*. [Online] [Zitat vom: 15. März 2013.] <http://www.thermoscientific.com>.

**Wagner, Markus. 2011.** *Technisches Wörterbuch Mechatronik*. Seligenstadt : Lehrmittel-Wagner, 2011. ISBN 9783000350146.

**Weitz, David A. 2004.** Packing in the Spheres. *Science*. 2004, 303.

**White, James L. and Kim, Eung Kyu. 2010.** *Twin screw extrusion: technology and principles*. Munich : Hanser, 2010.

**Windhab, Erich. 1986.** Untersuchungen zum rheologischen Verhalten konzentrierter Suspensionen. *Dissertation*. TU Karlsruhe : VDI-Verlag, 1986. ISBN 3-18-141803-X.

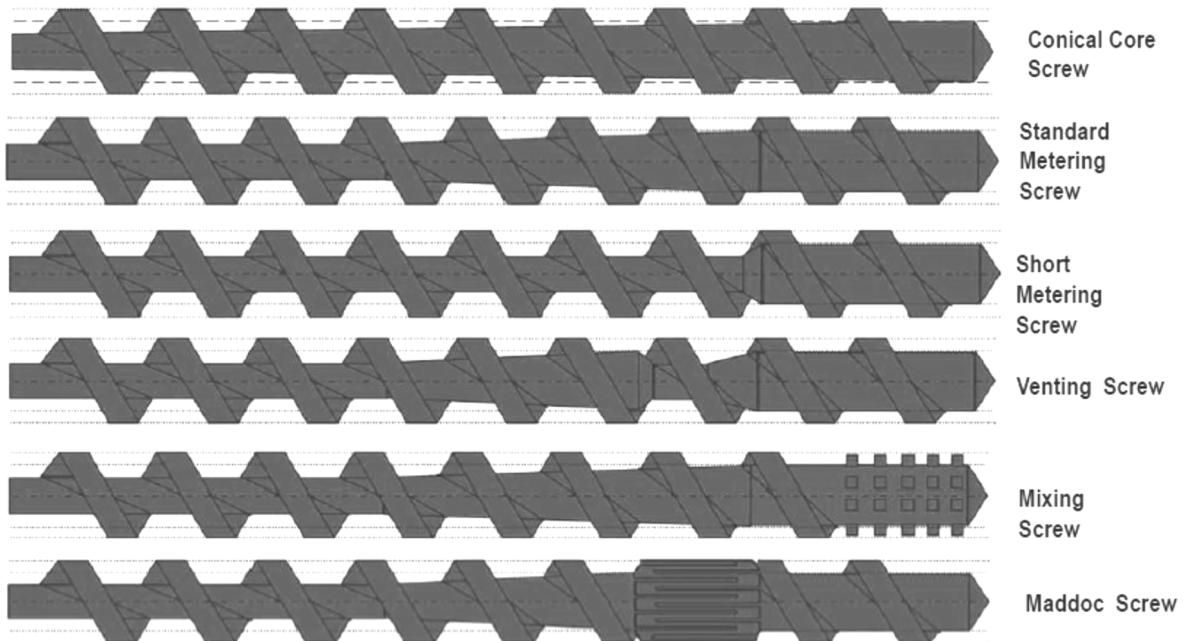
## 7 Abbildungsverzeichnis

Abbildung 1-1: chemische Pfade zu synthetischen Produkten aus Biomasse .....	2
Abbildung 2-1: Das 2-stufige bioliq <sup>®</sup> -Verfahren .....	3
Abbildung 2-2: vereinfachtes Schema der Schnellpyrolyse.....	4
Abbildung 2-3: schematische Darstellung eines Flugstromdruckvergaser .....	5
Abbildung 2-4: Schemazeichnung eines Einschneckenextruders .....	8
Abbildung 2-5: Einteilung der Funktionsbereiche einer Drei-Zonen-Schnecke.....	8
Abbildung 2-6: charakteristische Schneckenabmessungen.....	9
Abbildung 2-7: Querschnitt einer Düse mit zwei Messbohrungen .....	9
Abbildung 2-8: Schematische Darstellung der Strömungen im Glattrohretruder Schematischer Druckverlauf im Glattrohextruder .....	10
Abbildung 2-9: Schematische Darstellung der Strömungen im Nutbuchsenextruder Schematischer Druckverlauf im Nutbuchsenextruder mit Werkzeug.....	11
Abbildung 2-10: abgewickelter Schneckenkanal (Rinnenmodell).....	11
Abbildung 2-11: Längsströmung in der Austragzone .....	12
Abbildung 2-12: schematischer Verlauf der Querströmung im Schneckenengang .....	13
Abbildung 2-13: Prinzipskizze der Strömung in einem Zahnscheibenmischteil .....	14
Abbildung 2-14: Auswahl an Misch- und Scherelementen .....	14
Abbildung 2-15: Übergang vom Schüttgut zur Suspension bei Flüssigkeitszugabe .....	16
Abbildung 2-16: Geschwindigkeitsprofil einer Rohrströmung.....	18
Abbildung 2-17: Geschwindigkeitsprofil einer Rohrströmung bei reinem Gleitfließen.....	18
Abbildung 2-18: Geschwindigkeitsprofil für das Gleitfilmmodell .....	18
Abbildung 2-19: Zuordnung der Paste als Übergang vom Schüttgut zur Suspension .....	19
Abbildung 2-20: schematischer Zusammenhang zwischen Fließschubspannung, Normalspannung und Feuchte .....	19
Abbildung 2-21: mechanisches Ersatzmodell für trockenes Schüttgut.....	20
Abbildung 2-22: mechanisches Ersatzmodell für feuchtes Schüttgut.....	20
Abbildung 2-23: mechanisches Ersatzmodell für gesättigter Zustand eines feuchten Schüttguts mechanisches Ersatzmodell für eine Suspension.....	21
Abbildung 2-24: verschiedene Partikelformen mit unterschiedlicher Masse aber gleichem effektiven Volumen .....	23
Abbildung 3-1: schemazeichnung eines Einschnecken dosierers mit Rührwerk für Pulver.....	28
Abbildung 3-2: schemazeichnung des Metering Feeders.....	28
Abbildung 3-3: Koksstau in der Einfüllöffnung des Feeders in Folge von Brückenbildung ..	29
Abbildung 3-4: Kalibrierkurve des Feeders für Mehl und der Einfluss der Rührer-Drehzahl	30
Abbildung 3-5: Pulsation des geförderten Koks-Massenstroms mit dem Schnecken dosierer.	30

Abbildung 3-6: Pulsation des geförderten Glykol-Massenstroms mit der Schlauchpumpe ....	31
Abbildung 3-7: die charakteristischen Abmessungen der 3-Zonen-Schnecke.....	32
Abbildung 3-8: Abstand der Dosieröffnungen am Extruderzylinder.....	32
Abbildung 4-1: teilgefüllte Schneckengänge in der Meteringzone.....	34
Abbildung 4-2: schematischer Druckverlauf im Entgasungsextruder .....	34
Abbildung 4-3: Vergleich der Soll- und Ist-Fördermenge zur Bestimmung des maximalen Durchsatzes .....	35
Abbildung 4-4: Brückenbildung in der Einfüllöffnung des Extruders in Folge hoher Feststoff-Dosieraten .....	35
Abbildung 4-5: Drehmoment des Extruders bei verschiedenen Feststoffkonzentrationen.....	37
Abbildung 4-6: Schnecke nach Verstopfung des Extruders.....	37
Abbildung 4-7: Gasblasenbildung im Koks-Ethylenglykol-Extrudat mit $c_w=35\%$ .....	38
Abbildung 4-8: Extrudat mit 50% Feststoffanteil .....	38
Abbildung 4-9: Betriebsdauer des Extruders bis zum Koksrückstau.....	39
Abbildung 4-10: Schnecke nach Rückstau des Koks und Weiterförderung des Glykols.....	39
Abbildung 4-11: schematische Darstellung eines Stiftextruders .....	40

## 8 Anhang

### a. Übliche Schneckenkonstruktionen Für Einschneckenextruder



### b. technische Daten des Extruder-Grundgeräts „Rheocord“

		<b>HAAKE PolyLab300p</b>	<b>HAAKE PolyLab400p</b>	<b>HAAKE PolyLab500p</b>
Motorleistung	kW	4	9,2	16
Drehzahlbereich	min <sup>-1</sup>	0 - 250	0 - 300	0 - 550
Drehmomentbereich	Nm	300	400	400
Drehmomentsensor	Bereich Nm/ Auflösung Nm	300 / 0,1	400 / 0,1	400 / 0,1
	Austauschbar	30 / 0,01	30 / 0,01	30 / 0,01
Netzanschluss	400V 3Ph N PE	3x28A	3x40A	3x53A
	200/230V 3Ph PE	3x49A	3x69A	3x92A
	460-500V 3Ph PE	3x28A	3x40A	3x53A
Anschlussleitung	400V 3Ph N PE	5x6mm <sup>2</sup>	5x6mm <sup>2</sup>	5x10mm <sup>2</sup>
	200/230V 3Ph PE	4x10mm <sup>2</sup>	4x16mm <sup>2</sup>	4x25mm <sup>2</sup>
	460-500V 3Ph PE	4x6mm <sup>2</sup>	4x6mm <sup>2</sup>	4x10mm <sup>2</sup>
Geräuschpegel	dB	85		
Abmessungen(B/H/T)	mm	440 / 1320 / 1100		
Gewicht 400V Gerät	kg	221	259	261
Gewicht 200V Gerät	kg	253	313	379
Gewicht 460V Gerät	kg	253	291	314

## c. technische Daten des Extruder-Messvorsatzes „Rheomex“

	R102p	R104p	R202p	R203p	R252p	R332p
Zylinderdurchm. D	19,05 mm (3/4")					
Wirksame Zylinderlänge L	10 x D	10 x D	20 x D	20 x D	25 x D	33 x D
Werkstoff	Nr. 1.8550, nitriert (andere Stähle möglich)					
Überlastsicherung	Motorstrom-Kontrolle					
Heizzonen	1	1	2	2	3	4
Integrierte Kühlzonen	1	1	2	2	3	4
Einzugsbereich temperierbar	x	-	x	-	x	x
Einzugsöffnung (mit Einzugstasche)	22x35 mm	-	22x35 mm	-	22x35 mm	22x35 mm
Anschlüsse f. Düsenheizkörper	variabel					
Messbohrung in Austragszone	2	2	2	2	2	2
Entgasungsöffnung	-	-	-	-	0/1	0/1
Drehzahlbereich Speisewalze	-	0-60 rpm	-	0-60 rpm	-	-
Antriebsleistung Speisewalze	-	115 W	-	115 W	-	-
Max. Betriebstemperatur	450°C	250°C	450°C	250°C	450°C	450°C
Max. Betriebsdruck	700 bar	700 bar	700 bar	700 bar	700 bar	700 bar
Gewicht ca.	90 kg	95 kg	95 kg	100 kg	90 kg	105 kg
Abmessungen (B/H/T)	420/1200/ 420 mm	420/1200/ 420 mm	420/1200/ 610 mm	420/1200/ 610 mm	420/1200/ 720 mm	420/1200/ 930 mm
x = im Lieferumfang enthalten						

d. technisches Datenblatt der Schlauchpumpe

**Produkt  
Datenblatt**

**IKA®**

**PA-SF control  
Schlauchpumpen-Antrieb**



Geeignet zum gleichzeitigen Dosieren und Fördern von Flüssigkeiten und Gasen durch 2 oder 3 einzeln einstellbare Pumpschläuche.

- Zeitschaltuhr
- Fördermengenwahl über Pumpschritte oder Drehzahl
- Intervalldosierung mit Pump- und Pausenzeiten
- Digitale Drehzahlregelung
- Digitalanzeige
- Vorwärts- und Rückwärtslauf
- Kalibrierung der Fließrate
- Geringe Pulsation durch 6 Rollen
- Mikroprozessorsteuerung
- Möglichkeit der externen Steuerung
- RS 232-Schnittstelle für PC-Anschluss
- Analoge Schnittstelle 0 - 10 V / 0 - 20 mA
- Einstellbare Schlauchführung

Die Schlauchführungen SF 2 und SF 3 sind nicht im Lieferumfang enthalten.

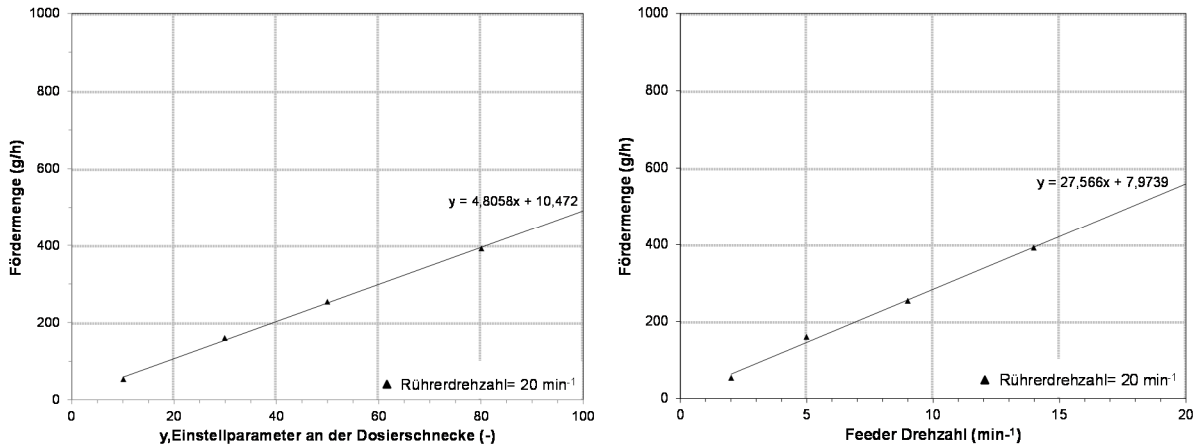
Technische Daten			
Anzahl Pumpschläuche [-]	1	Gegendruck max. [bar]	3
Drehzahlbereich [rpm]	0 - 240	Drehzahlanzeige [-]	LED
Drehrichtung umkehrbar [-]	ja	Schlauchmaterial [-]	Silikon / Tygon
Schlauchhärte [Shore A]	50 - 60	Pumprollenzahl [-]	6
Motorleistung Aufnahme [W]	100	Abmessungen (B x H x T) [mm]	156 x 262 x 290
Gewicht [kg]	7.3	Zulässiger Umgebungstemperaturbereich [°C]	5 - 40
Zulässige Relative Feuchte [%]	80	Schutzart nach DIN EN 60529 [-]	IP 30
RS 232 Schnittstelle [-]	ja	Analogausgang [-]	ja
Spannung [V]	230	Frequenz [Hz]	50/60
Geräteaufnahmeleistung [W]	100		

**e. technisches Datenblatt des Schneckendosierers (Einschnecken-Metering Feeder)**

Drive unit:	
Motor:	BG 44x25
Controller:	BGE 44 CI
Gear unit:	PLG 42 S / i = 32
Manufacturer:	Fa. Dunker
Max. torque:	1.1 Nm
Max. rotating speed:	140 min <sup>-1</sup>
Screw:	
Material:	Stainless steel No. 1.4305 ø 14 mm
Metering barrel:	
Material:	Polyamid ø 20 mm
Max. flow rate:	
Powder:	approx. 7.5 kg/h *
Pellets:	approx. 14 kg/h *
* Depending on the specific material	
Dimensions (LxWxH):	520x120x120
Weight:	5.5 kg
Mains supply:	24 V DC 1.54 A
Ambient temperature:	max. 40°C



**f. Kalibrierkurve der Koksdosierschnecke**



Die Einstellung der Koksdosierschnecke erfolgt an einem Drehzähler (y, Einstellparameter). Die Drehzahl der Dosierschnecke ergibt sich nach Gl. 22.

$$N_{dosierschnecke} = 0,1703 y \quad (\text{Gl. 22})$$

**g. Kalibrierkurve der Schlauchpumpe**

