

Umlagerungsvorgänge von Partikelstrukturen in Wandstromfiltern

Zur Erlangung des akademischen Grades einer

DOKTORIN DER INGENIEURWISSENSCHAFTEN (DR.-ING.)

von der KIT-Fakultät für Chemieingenieurwesen und Verfahrenstechnik des
Karlsruher Instituts für Technologie (KIT)

genehmigte

DISSERTATION

von

Julia R. D. Thieringer, M.Sc.

Tag der mündlichen Prüfung:

Erstgutachter:

Zweitgutachter:

30. April 2024

Prof. Dr.-Ing. habil. Achim Dittler

Prof. Dr.-Ing. habil. Eberhard Schmidt



Dieses Werk ist lizenziert unter einer Creative Commons Namensnennung - Weitergabe unter gleichen Bedingungen 4.0 International Lizenz (CC BY-SA 4.0): <https://creativecommons.org/licenses/by-sa/4.0/deed.de>

Kurzzusammenfassung

Partikelfilter sind heutzutage eine Standardkomponente in Abgasnachbehandlungssystemen von Fahrzeugen mit Verbrennungsmotoren und werden schon seit vielen Jahrzehnten erforscht. Die Filter wurden soweit optimiert, dass die geltenden Grenzwerte eingehalten werden. Doch trotz dieser ganzen Forschung sind noch nicht alle Fragen beantwortet. Insbesondere eine Kernfrage bleibt nach wie vor offen:

- Was passiert in einem Partikelfilter während dessen Regeneration?

An dieser zentralen Frage knüpft die Forschung der vorliegenden Arbeit an. Sie untersucht in situ mit hoher zeitlicher Auflösung die Umlagerungsvorgänge - den Schichtaufbruch, die Resuspension und den Transport - von Partikelstrukturen in einem einzelnen Ein- und Auslasskanal, welche auf der Geometrie eines Wandstromfilters beruhen. Das Ziel ist es, ein neues fundamentales Verständnis für die Vorgänge in Partikelfiltern zu schaffen, die zwar schon lange bekannt sind, jedoch noch nie beobachtet wurden.

Mithilfe eines einsehbaren Modellfilterkanals, bei dem der komplette Einlasskanal während der Beladung und Regeneration beobachtet werden kann, werden erstmals Kenntnisse gesammelt, wie die Partikelschicht über die komplette Länge des Einlasskanals während der Regeneration aufbricht und welchen Einfluss die Parameter des Reaktiv-Inert-Verhältnisses der Partikelschicht und der Schichtdicke auf die Umlagerungsvorgänge haben.

Um die grundlegende reaktiv-inerte Partikelschicht zu bilden, wurden Asche- und Rußpartikeln unabhängig von einer motorischen Verbrennung synthetisiert und charakterisiert. Die generierten Asche- und Rußpartikeln verfügen über die gleichen Eigenschaften und chemische Zusammensetzung wie Partikeln aus der motorischen Verbrennung. Sie bieten jedoch den Vorteil, dass sich replizierbare Aerosole in größeren Mengen generieren lassen, sodass die Dauer des Beladungsprozesses des Filters dadurch deutlich reduziert wurde.

Die Beobachtungen zeigen: Nach der Bildung der Partikelschicht werden die Rußpartikeln oxidiert, die zunächst geschlossene Partikelschicht bricht auf, ihre Durchlässigkeit wird erhöht und zeitgleich wird ein Druckverlustabfall über dem Filter verursacht. Je höher der Reaktivanteil in der Partikelschicht ist, desto steiler ist der Druckverlustabfall. Der verbleibende Enddruckverlust korreliert linear mit der filtrierten Aschemasse.

Der Schichtaufbruch und die anschließenden Umlagerungsvorgänge werden vom Reaktiv-Inert-Verhältnis der Partikelschicht - dem Verhältnis der Asche- und Rußpartikeln - und auch deren

Schichtdicke beeinflusst. Eine Erhöhung des Inertanteils der Partikelschicht führt zu einem späteren bzw. keinem Schichtaufbruch, wie bei einem Massenanteil von mindestens 50 % Aschepartikeln in der Filterbeladung beobachtet wurde.

Durch die Änderung der Adhäsionskräfte während der Regeneration werden Partikelstrukturen resuspendiert. Dazu muss eine aufgebrochene Partikelschicht vorliegen und eine ausreichend hohe Strömungsgeschwindigkeit von $v_{\text{Gas}} = 15 \text{ m s}^{-1}$ im Einlasskanal vorherrschen. Die Größe der resuspendierten Strukturen nimmt mit steigender Strömungsgeschwindigkeit zu. Jedoch können Resuspensionen auch losgelöst von Regenerationen entstehen: Dies geschieht allerdings nur bei inhomogenen Partikelschichten und bei - wie zuvor - ausreichend hohen Strömungsgeschwindigkeiten im Filterkanal.

Der Transport einer Partikelstruktur durch den Einlasskanal bis zum Kanalende dauert wenige Millisekunden. Die dabei erreichte Geschwindigkeit steht in direktem Zusammenhang mit der Größe und Form der resuspendierten Partikelstruktur, als auch mit ihrer Flugbahn.

Abschließend konnte erstmalig gezeigt werden, wie eine Partikelschicht aus reaktiven und inerten Partikeln über die komplette Länge eines Einlasskanals eines Partikelfilters in Abhängigkeit von verschiedenen Parametern aufbricht. Die einhergehenden Resuspensionen und der Transport der Partikelstrukturen konnten beobachtet werden. Dabei zeigte sich, dass resuspendierte Strukturen bis an das Kanalende transportiert werden, sich dort erneut ablagern und so mit der Zeit über die regelmäßigen Regenerationszyklen des Partikelfilters eine Kanalverfüllung bilden können.

Abstract

Particulate filters are nowadays a standard component in exhaust gas aftertreatment systems for vehicles with combustion engines and have been the subject of research for many decades. The filters have been optimized to such an extent that the applicable limit values are met. However, despite all this research, not all questions have been answered. One key question in particular remains unanswered:

- What happens in a particulate filter during its regeneration?

This key question is the starting point for the research in this thesis. It investigates in situ with high temporal resolution the rearrangement processes - layer break-up, resuspension and transport - of particle structures in a single inlet and outlet channel based on the geometry of a wall-flow filter. The aim is to create a new fundamental understanding of the processes in particulate filters, which have been known for a long time but have never been observed.

Using a model filter channel in which the entire inlet channel can be observed during loading and regeneration, knowledge is gained for the first time on how the particle layer breaks-up over the entire length of the inlet channel during regeneration. In addition, the influence of the parameters of the reactive-inert ratio of the particle layer and the layer thickness on the rearrangement processes will be investigated.

To form the basic reactive-inert particle layer, ash and soot particles were synthesized and characterized independently of engine combustion. The generated ash and soot particles have the same properties and chemical composition as particles from engine combustion. However, they offer the advantage that replicable aerosols can be generated in larger quantities, which significantly reduces the duration of the filter loading process.

The experiments show: After the formation of the particle layer, the soot particles are oxidized. The initially closed particle layer breaks up and its permeability is increased. At the same time a decrease in pressure drop across the filter is caused. The higher the reactive content in the particle layer, the steeper the decrease in the pressure drop. The remaining final pressure drop correlates linearly with the filtered ash mass.

The layer break-up and the subsequent rearrangement processes are influenced by the reactive-inert ratio of the particle layer - the ratio of ash and soot particles - and also their layer thickness. An increase in the inert fraction of the particle layer leads to a later or no layer break-up, as was observed with a mass fraction of at least 50 % of ash particles in the filter loading.

Particle structures are resuspended due to the change in adhesion forces during regeneration.

This requires a broken up particle layer and a sufficiently high flow velocity of $v_{\text{gas}} = 15 \text{ m s}^{-1}$ in the inlet channel. The size of the resuspended structures increases with increasing flow velocity. However, resuspension can also occur independently of regeneration. However, this only occurs with inhomogeneous particle layers and sufficiently high flow velocities in the filter channel. The transport of a particle structure through the inlet channel to the end of the channel takes a few milliseconds. The velocity achieved is directly related to the size and shape of the resuspended particle structure as well as its trajectory.

Finally, it was possible to show for the first time how a particle layer of reactive and inert particles breaks up over the entire length of an inlet channel of a particulate filter as a function of various parameters. The accompanying resuspension and transport of the particle structures could be observed. It was shown that resuspended structures are transported to the end of the channel, where they are redeposited and can thus form a channel filling over time via the regular regeneration cycles of the particulate filter.

Vorwort

Die Ergebnisse dieser Arbeit entstanden im Rahmen meiner Tätigkeit als wissenschaftliche Mitarbeiterin am Institut für Mechanische Verfahrenstechnik und Mechanik (MVM) in der Arbeitsgruppe Gas-Partikel-Systeme (GPS) des Karlsruher Instituts für Technologie (KIT).

Mein besonderer Dank gilt meinem Doktorvater, Herrn Prof. Dr.-Ing. habil. Achim Dittler, für das entgegengebrachte Vertrauen und seine fachliche Unterstützung während meiner Promotionszeit. Ebenfalls bedanke ich mich bei Herrn Prof. Dr.-Ing. habil. Eberhard Schmidt, Leiter des Instituts für Partikeltechnologie der Bergischen Universität Wuppertal für die freundliche Übernahme des Zeitgutachtens und das Interesse an meiner Arbeit.

Mein Dank erstreckt sich zusätzlich auf die Mitarbeiterinnen und Mitarbeiter des Instituts sowie meine direkten Kolleginnen und Kollegen, deren tolle Gesellschaft und Diskussionsbereitschaft meine Zeit am Institut bereichert und dadurch schöner gemacht haben. Hierbei zähle ich meine Studentinnen und Studenten dazu, die mit ihrer Neugier, ihren Ideen und neuen Blickwinkeln diese Arbeit weitergebracht haben.

Ein herzlicher Dank geht an meine Familie, meine Freunde und meinen Freund, für Ihre fortwährende und beständige Unterstützung und die stetige Zuversicht.

Inhaltsverzeichnis

Zusammenfassung	i
Abstract	iii
Vorwort	v
Abkürzungen und Symbole	xi
1 Einleitung und Motivation	1
1.1 Einleitung	1
1.2 Motivation	3
1.3 Aufbau der Arbeit	4
2 Theoretische Grundlagen	7
2.1 Partikelsynthese	7
2.1.1 Synthese von Aschepartikeln	8
2.1.2 Synthese und Oxidation von Rußpartikeln	11
2.2 Partikelfilter	14
2.2.1 Abgasaerosol aus der motorischen Verbrennung	17
2.2.2 Grundlagen der Regeneration in einem Partikelfilter	19
2.2.3 Depositionsmuster von reaktiven und inerten Partikeln in einem Partikelfilter	20
2.3 Umlagerungsvorgänge von Partikelstrukturen in Wandstromfiltern	22
2.3.1 Grundlagen der Umlagerungsvorgänge	23
2.3.2 Umlagerungsvorgänge von Partikelstrukturen ohne Filterregeneration - Resuspension und Transport	25
2.3.3 Umlagerungsvorgänge von Partikelstrukturen während der Filterregeneration - Schichtaufbruch, Resuspension, Transport	28
3 Experimentelle Versuchsmethoden	29
3.1 Aerosolsynthese	29
3.1.1 Synthese der Aschepartikeln	30
3.1.2 Synthese der Rußpartikeln	34
3.1.3 Ascheersatzsystem - Glaskugeln	34
3.2 Modellfilterkanal	35
3.3 Filtration - Schichtbildung	37

3.4 Umlagerungsvorgänge	40
3.4.1 Umlagerungsvorgänge von Partikelstrukturen ohne Filterregeneration - Resuspension und Transport	40
3.4.2 Umlagerungsvorgänge von Partikelstrukturen mit Filterregeneration - Schichtaufbruch, Resuspension und Transport	42
4 Partikelsynthese	47
4.1 Charakterisierung der Aschepartikeln	47
4.1.1 Einfluss des Sulfataschegehalts des Öls auf die Aschepartikeln	48
4.1.2 Einflüsse der Öltemperatur und des Düsenvolumenstroms auf die Konzentration und den Durchmesser der Aschepartikeln	57
4.1.3 Gewählter Betriebspunkt der Aschesynthese	63
4.2 Charakterisierung der Rußpartikeln	67
5 Filtration - Schichtbildung mit reaktiven und inerten Partikeln	71
6 Umlagerungsvorgänge von Partikelstrukturen	79
6.1 Umlagerungsvorgänge von Partikelstrukturen ohne Filterregeneration - Resuspension und Transport	80
6.1.1 Resuspension und Transport von Partikelstrukturen bei konstanter Strömungsgeschwindigkeit	81
6.1.2 Resuspension und Transport von Partikelstrukturen bei variierter Strömungsgeschwindigkeit	86
6.2 Umlagerungsvorgänge von Partikelstrukturen mit Filterregeneration - Schichtaufbruch, Resuspension und Transport	90
6.2.1 Regeneration des Filterkanals - Exemplarischer Ablauf	91
6.2.2 Regenerationstemperatur	103
6.2.3 Reaktiv-Inert-Verhältnis	108
6.2.4 Variation der Schichtdicke	114
7 Zusammenfassung und Ausblick	125
7.1 Zusammenfassung	125
7.2 Ausblick für zukünftige Forschungsprojekte	128
A Anhang	131
A.1 Zur Partikelsynthese	131
A.1.1 Zur Aschepartikelsynthese	131
A.1.2 Zur Rußpartikelsynthese	132
A.1.3 Zur Glaskugeldispersierung	133
A.2 Zu den Umlagerungsvorgängen von Partikelstrukturen mit Filterregeneration	133
A.2.1 Zur Variation des RI-Verhältnisses	133
A.2.2 Zur Variation der Schichtdicke	134
A.2.3 Zur Variation der Strömungsgeschwindigkeit	135
Abbildungsverzeichnis	139

Tabellenverzeichnis	145
Eigene Veröffentlichungen	147
Journalartikel	147
Konferenzbeiträge	148
Literaturverzeichnis	149

Abkürzungen und Symbole

Abkürzungen

AFM	Rasterkraftmikroskop (englisch: <i>Atomic Force Microscopy</i>)
CPC	Kondensationspartikelzähler (englisch: <i>Condensation Particle Counter</i>)
cpsi	Zellen pro Quadratzoll (englisch: <i>Cells Per Square Inch</i>)
DMA	Differentieller Mobilitätsanalysator (englisch: <i>Differential Mobility Analyser</i>)
DPF	Dieselpartikelfilter
DOC	Dieseloxydationskatalysator (englisch: <i>Diesel Oxidation Catalyst</i>)
EDX	Energiedispersive Röntgenspektroskopie (englisch: <i>Energy Dispersive X-Ray Spectroscopy</i>)
FIC	Durchflussregelung mit Anzeige (englisch: <i>Flow Indicating Control</i>)
FTIR	Fourier-Transformations-Infrarotspektroskopie
GDI	Benzindirekteinspritzung (englisch: <i>Gasoline Direct Injection</i>)
GPS	Gas-Partikel-Systeme
HACA	Wasserstoffabsplaltung/Acetylenanreicherung (englisch: <i>Hydrogen Abstraction/Acetylene Addition</i>)
ICP – OES	Emissionsspektrometrie mit induktiv gekoppeltem Plasma (englisch: <i>Inductively Coupled Plasma - Optical Emission Spectrometry</i>)
Kfz	Kraftfahrzeug
KIT	Karlsruher Institut für Technologie
LBM	Lattice Boltzmann Methode
LKW	Lastkraftwagen

LSM	Laserrastermikroskop (englisch: <i>Laser Scanning Microscope</i>)
MFC	Massendurchflussregler (englisch: <i>Mass Flow Controller</i>)
MFK	Modellfilterkanal
MVM	Institut für Mechanische Verfahrenstechnik und Mechanik am KIT
Nr.	Nummer
OPC	Optischer Partikelzähler (englisch: <i>Optical Particle Counter</i>)
OPF	Ottopartikelfilter
PAK	Polyzyklische aromatische Kohlenwasserstoffe (englisch: <i>Polycyclic Aromatic Hydrocarbons</i>)
PKW	Personenkraftwagen
PSD	Partikelgrößenverteilung (englisch: <i>Particle Size Distribution</i>)
Re	Reynoldszahl
REM	Rasterelektronenmikroskop
RI	Reaktiv-Inert
ROI	Region von Interesse (englisch: <i>Region of Interest</i>)
SAE	Verband der Automobilingenieure (englisch: <i>Society of Automotive Engineers</i>)
SAG	Sulfataschegehalt
SMPS	Partikelmessgerät für die Größenbestimmung über elektrische Mobilität mit der Zählung einzelner Partikeln (englisch: <i>Scanning Mobility Particle Sizer</i>)
SOF	Lösliche organische Fraktion (englisch: <i>Soluble Organic Fraction</i>)
TGA	Thermogravimetrische Analyse
TIC	Temperaturregelung mit Anzeige (englisch: <i>Temperature Indicating Control</i>)
VOC	Flüchtige organische Verbindungen (englisch: <i>Volatile Organic Compounds</i>)

Physikalische Naturkonstanten

π	Kreiszahl Pi: 3,141 59...
g	Erdbeschleunigung: 9,81 ms ⁻²
R	Universelle Gaskonstante: 8,314 J mol ⁻¹ K ⁻¹

Chemische Stoffe

Al	Aluminium
Ca	Calcium
C	Kohlenstoff
C₁₄H₃₀	Tetradecan
C₂₄H₅₀	Tetracosan
Ca	Calcium
CaSO₄	Calciumsulfat
CO	Kohlenstoffmonoxid
CO₂	Kohlenstoffdioxid
H₂O	Wasser
Mg	Magnesium
Na	Natrium
O	Sauerstoff
P	Phosphor
S	Schwefel
Si	Silizium
SO₂	Schwefeldioxid
SO₃	Schwefeltrioxid
Ti	Titan

Zn Zink

Lateinische Symbole und Variablen

a Kantenlänge
A Fläche
c Konzentration
c_{Asche} Aschekonzentration
c_C Cunningham-Korrekturfaktor
c_{Öl} Ölkonzentration
c_{ges} Gesamtanzahlkonzentration
c_n Anzahlkonzentration
c_{O₂} Sauerstoffkonzentration
d Durchmesser
d₅₀ Mittlere Porengröße
d_{äq} flächengewichteter Äquivalentdurchmesser
d_i Innendurchmesser
d_{med} Medianwert
d_{mod} Modalwert
d_p Partikeldurchmesser
d_{Pore} Porendurchmesser
E_A Aktivierungsenergie
F Kraft
F_A Adhäsionskraft
F_G Gravitationskraft
F_L Lift-Kraft

F_W	Schleppkraft/Widerstandskraft
h	Schichthöhe
K	Permeabilität
$k_{0,Ox}$	präexponentieller Faktor
k_{Ox}	Reaktionsgeschwindigkeitskonstante
L	Länge
M	Drehmoment
m	Schichtmasse
$m_p(t)$	zeitabhängige Partikelmasse
$m_{p,0}$	initiale Partikelmasse
\dot{m}	Massenstrom
\dot{m}_{Asche}	Aschemassenstrom
$\dot{m}_{Öl}$	Ölmassenstrom
N	Anzahl
N_{act}	Anzahl der aktiven Zentren
P	Leistung
PK	Pearson-Koeffizient
p	Druck
p_{O_2}	Sauerstoffpartialdruck
Δp	Druckverlust
q_0	anzahlbasierte Partikelgrößenverteilung
R	universelle Gaskonstante
r_K	Kelvin-Radius
Re	Reynoldszahl
Re_{krit}	Kritische Reynoldszahl

S	Sättigung
S_{Stopp}	Stopp-Distanz
T	Temperatur
T_{Gas}	Gastemperatur
T_{max}	Maximaltemperatur
T_{Ofen}	Ofentemperatur
T_{Öl}	Öltemperatur
T_{Reg}	Regenerationstemperatur
T_{Umg}	Umgebungstemperatur
ΔT	Temperaturdifferenz
t	Zeit
t_{Reg}	Regenerationszeit
t_{Res}	Resuspensionszeit
t_{scan}	Scanzeit
\dot{V}	Volumenstrom
$\dot{V}_{Düse}$	Düsenvolumenstrom
\dot{V}_{Inert}	Inertvolumenstrom
\dot{V}_{Exzess}	Exzessvolumenstrom
$\dot{V}_{Glaskugeln}$	Glaskugelvolumenstrom
\dot{V}_{Luft}	Luftvolumenstrom
$\dot{V}_{reaktiv}$	Reaktivvolumenstrom
v	Geschwindigkeit
v₀	Geschwindigkeit eines Partikels in ruhender Luft
v_{Aerosol}	Aerosolgeschwindigkeit
v_{Agglo}	Agglomeratgeschwindigkeit

v_{Gas}	Gasgeschwindigkeit
v_{max}	Maximalgeschwindigkeit
$w_{\text{Ruß}}$	Massenanteil
X	Kanallänge
Y	Kanalbreite
Z	Kanalhöhe

Griechische Symbole und Variablen

α	Dimensionsloser Umsatzparameter
β	Heizrate
γ	Reaktionsordnung
ϵ	Porosität
η	Dynamische Viskosität
ρ	Dichte
ρ_{Asche}	Aschedichte
ρ_{P}	Partikeldichte
$\rho_{\text{Ruß}}$	Rußdichte
τ	Verweilzeit
ϕ	Lichtstrom
φ	Relative Feuchtigkeit

1 Einleitung und Motivation

1.1 Einleitung

Partikelfilter werden heutzutage standardmäßig in Fahrzeugen mit Verbrennungsmotor eingebaut, um die vorgegebenen gesetzlichen Abgasgrenzwerte einzuhalten. Aufgrund der immer strikteren gesetzlichen Grenzwerte wurde in den vergangenen Jahrzehnten viel Forschung betrieben, um Partikelfilter zu optimieren und deren Emissionen zu reduzieren.

Während der motorischen Verbrennung werden Partikeln, hauptsächlich Asche- und Rußpartikeln (inerte und reaktive Partikeln), gebildet und über den Abgasstrang des Motors in den Partikelfilter geleitet. Dieses heterogene Aerosol wird im Partikelfilter in und auf dessen porösen Wänden abgeschieden und kann verschiedene Depositionsmuster - Schichtbildung und Kanalverfüllung - aus Asche- und Rußpartikeln bilden. Aufgrund der Abscheidung des Abgas-aerosols im Partikelfilter steigt der Druckverlust mit der Filtrationszeit an. Aus diesem Grund muss der Partikelfilter regelmäßig regeneriert werden. Dabei wird die Temperatur erhöht, dass die Rußpartikeln oxidieren wodurch die Partikelschicht aufbrechen kann. Während dieser Vorgänge können Partikelstrukturen resuspendieren und im Einlasskanal des Partikelfilters, welcher aus wechselseitig verschlossenen Kanälen besteht, transportiert werden. Die Prozesse des Schichtaufbruchs, während der Regeneration des Partikelfilters, der Resuspension von Partikelstrukturen und des anschließenden Transports werden als Umlagerungsvorgänge definiert. Dabei kann zwischen Umlagerungsvorgängen mit und ohne die Regeneration des Partikelfilters unterschieden werden. Nach der Regeneration des Partikelfilters verbleiben allein die Aschepartikeln im Partikelfilter zurück.

Ob Umlagerungsvorgänge in einem Partikelfilter stattfinden und noch einige weitere offene Fragen sind trotz der Vielzahl an Forschungsarbeiten immer noch nicht vollständig geklärt. Teile dieser offenen Fragen sollen in der vorliegenden Arbeit beantwortet werden:

- Was passiert in einem Partikelfilter während dessen Regeneration?
- Wie bricht die hauptsächlich aus Asche- und Rußpartikeln bestehende Partikelschicht während der Regeneration des Partikelfilters auf?
- Finden während der Regeneration und auch ohne die Regeneration des Partikelfilters Umlagerungsvorgänge von Partikelstrukturen statt und - wenn ja - wohin werden die Partikelstrukturen transportiert?

Trotz der steigenden Anzahl an Elektrofahrzeugen, die auf den deutschen Straßen zu sehen sind, sollte die Forschung und vor allem die Grundlagenforschung an Partikelfiltern nicht vernachlässigt werden. Auch in Zukunft werden noch zahlreiche Fahrzeuge mit Verbrennungsmotoren¹ bzw. Hybridfahrzeuge auf unseren Straßen ("Bestandflotte") zu finden sein. Diese werden in Zukunft dann zwar voraussichtlich nicht mehr mit herkömmlichen fossilen Diesel- bzw. Benzin kraftstoffen, sondern (zumindest teilweise) mit synthetischen Kraftstoffen (E-Fuels) betankt werden, doch der Verbrennungsprozess im Motor, das dabei entstehende Aerosol sowie die Abgasnachbehandlung bleiben vergleichbar.

Aus diesem Grund sollten die grundlegenden Fragen, was während der Regeneration von Partikelfiltern und auch zwischen dessen Regenerationsphasen passiert, weiter erforscht werden.

Doch wieso wurden diese grundlegenden Fragen bis heute noch nicht geklärt? Dies liegt z.B. in den örtlichen Gegebenheiten, wo Partikelfilter verbaut sind: Partikelfilter sind geschlossene Bauteile, die im Abgasstrang stromabwärts von Verbrennungsmotoren im Fahrzeug eingebaut und dadurch während des Betriebes nicht einsehbar sind. Das bedeutet, dass der Regenerationsprozess in einem herkömmlichen Abgasstrang mit optischen Verfahren nicht beobachtbar ist.

Aufgrund dieser geschlossenen Bauweise fand der Großteil der bisherigen Untersuchungen an Partikelfiltern, von z.B. Kimura et al. [72], Ishizawa et al. [64] erst nach einer definierten Laufzeit eines Verbrennungsmotors oder nach einer definierten Anzahl an Regenerationszyklen des Partikelfilters statt. Mit diesem Vorgehen konnte bisher nicht geklärt werden, was während der Regeneration des Partikelfilters in den Einlasskanälen geschieht und welchen Einfluss diverse verfahrenstechnische Betriebsparameter dabei haben. Mit einem einsehbaren Filterkanal, mit dem ein kompletter Einlasskanal während der Beladung und Regeneration beobachtet werden kann, können somit die abgeleiteten Fragen beantwortet werden:

- Wie bricht die Partikelschicht über die komplette Länge eines Einlasskanals eines Partikelfilters auf?
- Welchen Einfluss haben die Betriebsparameter der filtrierten Partikelschicht, wie bspw. das Verhältnis von reaktiven zu inerten Partikeln oder die Schichtdicke, auf die Umlagevorgänge?
- Welchen Einfluss haben die verfahrenstechnischen Prozessparameter
 - der Strömungsgeschwindigkeit und
 - der Regenerationstemperatur

¹ Im Jahr 2022 wurden allein in Deutschland insgesamt 2,65 Millionen Personenkraftwagen (PKW) zugelassen. Dabei waren die Hälfte der PKW-Zulassungen mit Diesel- und Benzinmotor [80].

auf die Umlagerungsvorgänge, die in den Teilschritten Schichtaufbruch, Resuspension und Transport eingeteilt sind?

Um all diese Fragen zu beantworten, müssen Experimente an einem einsehbaren System in situ und mit hoher zeitlicher Auflösung durchgeführt werden, um die Zusammenhänge zwischen der filtrierten Partikelschicht und den anschließenden Umlagerungsvorgängen zu untersuchen und die grundlegenden Vorgänge zu verstehen.

1.2 Motivation

Die zentrale Motivation dieser Forschungsarbeit liegt folglich in der Analyse der Umlagerungsvorgänge in Wandstromfiltern. Diese sollen erstmals beobachtet, auf dieser Grundlage untersucht und analysiert werden. Dabei sollen Zusammenhänge zwischen dem Partikelschichtaufbau, den verfahrenstechnischen Parametern und den anschließenden Umlagerungsvorgängen - dem Schichtaufbruch, der Resuspension und dem Transport - geschaffen werden.

Wie schon im vorigen Kapitel ausgeführt und aufgelistet, sollen in dieser Arbeit die bisher ungeklärten Fragen rund um die Thematik „was passiert in einem Partikelfilter während der Regeneration?“, beantwortet werden, um ein neues fundamentales Verständnis für die Vorgänge in Partikelfiltern, deren Resultate seit Jahrzehnten bekannt sind, die jedoch noch nie direkt beobachtet wurden, zu schaffen.

Mit den neu erlangten Erkenntnissen können Partikelfilteranwendungen gezielt optimiert werden. Hierfür werden einfache Methoden entwickelt, die replizierbare Aersole herstellen, um eine Analyse unabhängig von einem Verbrennungsmotor durchzuführen und so den alleinigen Einfluss von den gewählten Parametern auf die Filtration, den Schichtaufbruch sowie die Resuspension und den Transport von Partikelstrukturen zu untersuchen.

Können die Depositionsmuster aus Asche- und Rußpartikeln, die in Partikelfiltern schon unzählige Male gefunden wurden, auf spezifische Aersoleigenschaften des Abgaserosols oder auf Prozessparameter zurückgeführt werden, so wird eine gezielte Beeinflussung dieser Depositionsmuster möglich. Damit einher geht die neu geschaffene Chance den Druckverlust und schlussfolgernd die Motorleistung sowie den Kraftstoffverbrauch und damit auch die Schadstoffemissionen gezielt positiv zu beeinflussen und zu optimieren.

Abb. 1.1 fasst die hier gewählte Forschungssystematik zusammen und soll gleichzeitig einen Überblick über den Aufbau dieser Arbeit geben, welcher im folgenden Kapitel vorgestellt wird.

Um die Umlagerungsvorgänge in einem Partikelfilter zu untersuchen werden zuerst ein inertes und ein reaktives Aerosol - in dieser Arbeit Asche- und Rußpartikeln - benötigt, die anschließend mithilfe einer Filtration im Partikelfilter abgeschieden werden. Die Umlagerungsvorgänge werden in die Teilschritte des Schichtaufbruchs, der Resuspension und des Transports eingeteilt und können mit und ohne die Regeneration des speziell für diese Forschungsarbeit konstruierten Modellfilterkanals stattfinden.

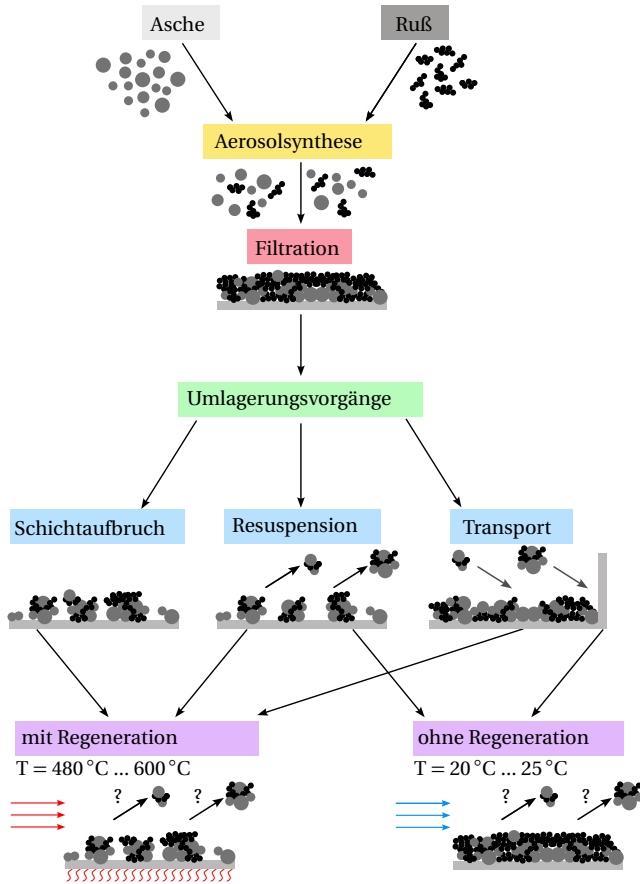


Abbildung 1.1: Grafische Darstellung der Forschungssystematik und Überblick über den Aufbau dieser Forschungsarbeit.

1.3 Aufbau der Arbeit

Die vorliegende Arbeit gliedert sich in sieben Kapitel, die auf der in Abb. 1.1 vorgestellten Systematik beruhen.

Nach der eingangs vorgestellten Einleitung und Motivation dieser Forschungsarbeit folgen die theoretischen Grundlagen, die für die anschließenden Kapitel notwendig sind. Zu Beginn wird

ein kurzer Überblick über die Partikelsynthese von Asche- und Rußpartikeln gegeben, um daraufhin auf Partikelfilter, das Abgaserosol, welches während der motorischen Verbrennung entsteht sowie auf die Regeneration in einem Partikelfilter eingegangen wird. Die für diese Arbeit relevanten Grundlagen der Umlagerungsvorgänge werden im letzten Teilkapitel vorgestellt. Dabei soll der Stand des Wissens erläutert werden, um einen Übergang der aktuellen Forschung an Partikelfiltern und deren Regeneration zu dieser Forschungsarbeit zu schaffen.

Das dritte Kapitel beschäftigt sich mit den experimentellen Versuchsmethoden und Materialien, die für die Umsetzung der Fragestellung verwendet wurden. Auch hier beginnt das Kapitel mit der Aerosolsynthese, der Generierung der Asche- und Rußpartikeln sowie der Dispergierung der Glaskugeln, die als Ascheersatzsystem dienen. Ein eigenes Unterkapitel ist dem verwendeten Modellfilterkanal gewidmet, da dieser speziell konstruiert und für dieses Forschungsprojekt entwickelt wurde. Anschließend werden die Experimente zur Filtration/Schichtbildung und abschließend zu den Umlagerungsvorgängen vorgestellt, die die Grundlage der wichtigsten Ergebnisse darstellen, um die Forschungsfragen zu beantworten.

Auch bei den Ergebnissen, die in den Kapiteln vier bis sechs vorgestellt werden, ist der Aufbau wie in Abb. 1.1 dargestellt. Das vierte Kapitel beginnt mit der Partikelsynthese. Darin werden die Aschepartikel, die unabhängig von einem Verbrennungsmotor generiert werden, charakterisiert und der Einfluss der verfahrenstechnischen Prozessparameter auf diese analysiert. Als Zwischenziel soll ein Betriebspunkt mit definierten Prozessparametern für die Aschesynthese abgeleitet werden, dass ein replizierbares Aerosol mit definierten Eigenschaften hergestellt wird. Dieses soll anschließend für die Umlagerungsvorgänge von Partikelstrukturen im Modellfilterkanal verwendet werden. Dieses Vorgehen wird analog für die Rußpartikeln vorgestellt.

Das fünfte Kapitel widmet sich der Filtration der reaktiven und inerten Partikeln im Modellfilterkanal, um eine homogene und replizierbare Partikelschicht in diesem zu generieren.

Im sechsten Kapitel werden die Umlagerungsvorgänge ohne und mit der Regeneration von diesem untersucht und der Einfluss von Prozessparametern, wie der Strömungsgeschwindigkeit, Regenerationstemperatur und der Schichtdicke sowie der Einfluss des Reaktiv-Inert-Verhältnisses der Partikelschicht auf den Schichtaufbruch, die Resuspension und den Transport von Partikelstrukturen analysiert. Zusätzlich wird der Zusammenhang zwischen den Partikelschichten, den Strukturgrößen der Partikelstrukturen durch den Schichtaufbruch und der Beladungsmasse hergestellt.

Das abschließende, siebte Kapitel dieser Forschungsarbeit fasst die gewonnenen Erkenntnisse zusammen und gibt einen Ausblick auf die kommenden Folgearbeiten.

2 Theoretische Grundlagen

Dieses Kapitel bildet das theoretische Fundament, auf welches in dieser Arbeit zurückgegriffen wird.

Zu Beginn wird die Partikelsynthese von inerten und reaktiven Partikeln erläutert, bevor auf den Aufbau und die Funktion eines Partikelfilters eingegangen wird. Dem folgen die Grundlagen der Regeneration in diesem und die sich dadurch ausprägenden Depositionsmuster von inerten und reaktiven Partikeln. Abschließend werden die Umlagerungsvorgänge von Partikelstrukturen, die in Partikelfiltern stattfinden können, erläutert.

2.1 Partikelsynthese

Die Beladung von Partikelfiltern mit Asche ist ein langwieriger Prozess [129]. Wohingegen die Beladung mit Ruß, welcher den größten Anteil eines Abgasaerosols mit bis zu einem Massenanteil von 99 % ausmacht [104], deutlich schneller geht und durch dessen Oxidation anschließend wieder aus dem Partikelfilter entfernt werden kann [22, 24].

Die beiden genannten Partikelarten - Asche- und Rußpartikeln - können in zwei Kategorien eingeteilt werden:

- die inerten Partikeln und
- die reaktiven Partikeln.

Aschepartikeln sind in dieser Arbeit als inerte Partikeln definiert und bestehen aus anorganischen Rückständen von Verbrennungsprozessen. Während der Regeneration eines Partikelfilters bleiben die Aschepartikeln unverändert - sie werden nicht oxidiert und verbleiben im Partikelfilter, können also nicht durch die Regeneration des Partikelfilters entfernt werden.

Rußpartikeln werden in die Kategorie der reaktiven Partikeln eingeordnet. Diese sind organischen Ursprungs und oxidieren während der Temperaturbeaufschlagung im Partikelfilter, wobei sie in Wasser und Kohlenstoffdioxid umgewandelt werden.

Um die Beladungszeit eines Filters zu reduzieren, werden im folgenden alternative Herstellungsmethoden von reaktiven und inerten Partikelsystemen vorgestellt [132], so dass eine zeiteffiziente Beladung eines Filters durchgeführt werden kann.

Im allgemeinen werden in dieser Forschungsarbeit die reaktiven und inerten Partikeln unabhängig von der motorischen Verbrennung gebildet. Daraus ergeben sich die Vorteile, dass die Partikeln in großer Anzahl und mit definierten Eigenschaften generiert werden können. Ein Teilziel dieser Forschungsarbeit ist die Entwicklung einer Partikelsynthese, die Partikeln zuverlässig und mit gleichbleibenden Eigenschaften (Partikelgröße, Konzentration, Reaktivität) herstellt. Mit Blick auf diese Anforderung und als Einstieg in die grundlegende Thematik werden im Folgenden die Grundlagen der Partikelsynthese von Asche- (Kapitel 2.1.1) und Rußpartikeln und deren Oxidation (Kapitel 2.1.2) vorgestellt.

2.1.1 Synthese von Aschepartikeln

Asche ist ein fester Verbrennungsrückstand, der aus anorganischen Bestandteilen des Motoröls oder anderen Brennstoffzusätzen bei der thermischen Umwandlung in einem Motor gebildet werden [68, 135].

Um den grundlegenden Vorgang der Herstellung eines Feststoffes aus einer Lösung zu erklären, wird hier auf das Spraypyrolyseverfahren für keramische Pulver von Messing et al. [88] zurückgegriffen. Das Verfahren basiert auf der Diffusion der gelösten Stoffe in einem Tropfen und die Verdampfung der leicht flüchtigen Bestandteile von der Tropfenoberfläche, dass Feststoffpartikeln entstehen können. Dieser grundlegende Vorgang wird im folgenden auf die Entstehung der Aschepartikeln übertragen.

Eine schematische Darstellung der Entstehung von Aschepartikeln aus Öltröpfchen bei einer thermischen Umwandlung ist in Abb. 2.1 gezeigt. Die Aschesynthese kann nach Messing et al. [88] in fünf Schritte eingeteilt werden.

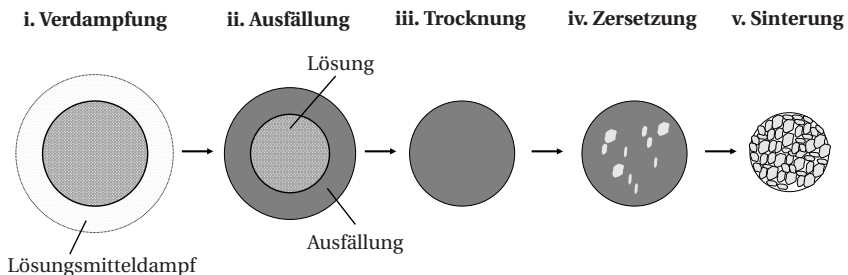


Abbildung 2.1: Die fünf Schritte der Aschesynthese übertragen von Messing et al. [88]: Thermische Umwandlung eines Öltröpfchens in ein Aschepartikel.

- i. Verdampfung:** An der Tropfenoberfläche verdampfen die leicht flüchtigen Komponenten. Dabei entsteht um den Tropfen herum eine Schicht aus Lösungsmitteldampf. Dieser Prozess ist abhängig von der Reaktortemperatur und der Tropfengeschwindigkeit, da diese

Parameter Auswirkungen auf die Wärmeübertragung und Verweilzeit in der Wärmequelle haben. Ferner wird dadurch der Abtransport des Lösungsmitteldampfs beeinflusst.

- ii. Ausfällung:** Bei ausreichend hoher Reaktortemperatur werden die festen Bestandteile der Flüssigkeit ausgefällt, wodurch ein mikroporöses Partikel gebildet wird. In diesem Schritt der Umwandlung kann noch Flüssigkeit im Kern des Tropfens vorhanden sein.
- iii. Trocknung:** Im weiteren Verlauf der thermischen Umwandlung trocknet das mikroporöse Partikel, wodurch ein festes Partikel ohne leicht flüchtige Bestandteile gebildet wird.
- iv. Zersetzung:** Die organischen Bestandteile werden solange umgewandelt, bis nur noch anorganisches Material vorhanden ist und ein mikroporöses Aschepartikel entsteht.
- v. Sinterung:** Wenn die Reaktortemperatur während des thermischen Umwandlungsprozesses hoch genug ist, beginnen die Partikelbestandteile zu sintern. Der Sinterprozess ist in dieser Arbeit aufgrund der vergleichsweise geringen Temperaturen von $T < 950\text{ °C}$ nicht relevant und wird aus diesem Grund vernachlässigt.

Aschepartikeln bestehen überwiegend aus Oxiden, Phosphaten und Sulfaten der chemischen Elemente Calcium (Ca), Magnesium (Mg) und Zink (Zn) [84, 92, 108, 132, 95] und haben ihren Ursprung in den Additiven des Schmieröls sowie des Kraftstoffs. Aus diesem Grund variiert die Zusammensetzung der Aschepartikeln je nach verwendetem Kraftstoff und Schmieröl.

Nach Ishizawa et al. [45] haben die Primärpartikeln einen Durchmesser $d_p < 1\ \mu\text{m}$ und liegen als sphärische Partikeln vor. Liati et al. [84] geben durchschnittliche Werte der Primärpartikelgröße zwischen $d_p = 0,05\ \mu\text{m} \dots 0,3\ \mu\text{m}$ an. Ascheagglomerate, die nach und während der Regeneration des Partikelfilters entstehen, können hingegen bis zu hunderte von Mikrometern groß werden [95].

Der Sulfataschegehalt (SAG) des verwendeten Öls korreliert mit der gebildeten Aschemasse. Da Asche in konventionellen Verbrennungsprozessen ein unerwünschtes Produkt ist, sollte dieser Gehalt bei der Wahl eines Motoröls gering gehalten werden. Der Anteil an Motorschmierstoffadditiven in herkömmlichen Motorölen ist heutzutage unter 1,0 % gesunken, um möglichst wenig Asche während des Verbrennungsprozesses zu generieren [104].

Für Untersuchungen an Partikelfiltern, bei denen ein gewisser Massenanteil an Aschepartikeln im Filter erwünscht ist, führt ein geringer Aschegehalt zu sehr langen Beladungszeiten der Filter, die mehrere tausend Stunden andauern können, bis eine ausreichende Aschemasse in den Filtern vorliegt [101]. Dadurch werden, aufgrund der Wirtschaftlichkeit, häufig Schnellveraschungsmethoden verwendet, die zu zeitnahen Ergebnissen führen. Dabei muss vor der Verwendung der Methode untersucht werden, dass diese synthetische Asche mit den Eigenschaften von Realasche aus einem Verbrennungsprozess vergleichbar ist.

Verfahren zur Aschesynthese

Um den Prozess der Partikelbeladung in Wandstromfiltern zu beschleunigen, gibt es verschiedene Schnellveraschungsmethoden:

Eine der ersten Untersuchungen zu einer Schnellveraschungsmethode wurde von Hertzberg durchgeführt, der Studien über die schnelle Veraschung von Partikelfiltern auf Basis von öladitiviertem Kraftstoff durchführte. Er beobachtete eine 10- bis 20-mal höhere Partikelanzahlkonzentration im Abgas, wenn dem Kraftstoff 2 % Öl zugesetzt wurde. Die Zugabe des öladitivierten Kraftstoffs in den Verbrennungsmotor erzeugte eine gleichmäßige Schicht im Dieselpartikelfilter (DPF), wies aber erhebliche Unterschiede in der Aschestruktur und -zusammensetzung auf [35].

Bardasz et al. [17] versetzten Kraftstoff mit Motoröl, um so den Ascheanteil im Abgas zu erhöhen, um mit der generierten Asche verschiedene Katalysatorsysteme zu untersuchen. Nach einer Beladungszeit von $t = 200$ h wurde eine Partikelschicht im Filter beobachtet. Diese Methode wurde ebenfalls von Hua et al. [63] und Zarvalis et al. [132] verwendet.

Eine weitere Schnellveraschungsmethode, die auf der Methode von Hertzberg basiert, wurde von Sonntag und Eilts [115] untersucht. Sie verwendeten Schmieröle mit unterschiedlichen Aschegehalten an einem Motorprüfstand. Das Öl spritzten sie dabei in einen zusätzlichen Brenner. Das Abgas des Brenners wurde anschließend mit dem Motorabgas gemischt, wodurch ein erhöhter Aschegehalt im zusammengeführten Abgas entstand. Die generierten Aschepartikeln unterschieden sich nur leicht in ihrer Morphologie, den entstehenden Agglomeratgrößen und der Schichtstruktur der abgelagerten Partikeln im Vergleich zur Referenzasche aus der motorischen Verbrennung [115].

Schwanzer et al. [107] untersuchten eine Schnellveraschungsmethode an einem Ottopartikelfilter. Sie verwendeten eine aktive Öleinspritzung mit einem Mehrpunkteinspritzsystem. Diese Methode kann schneller auf Veränderungen im Verbrennungsprozess reagieren und erzeugt Asche, deren Primärpartikelgröße vergleichbar mit Asche aus der motorischen Verbrennung ist [107].

Weitere Methoden verwendeten z.B. andere Kolbenringe (invertierter unterer Kompressorring) [37] oder es wurden mechanische Änderungen an Motorteilen wie an den Einlassventilschaftdichtungen durchgeführt [130].

All diese Untersuchungen haben die Gemeinsamkeit, dass die Aschepartikeln mithilfe eines Verbrennungsmotors oder eines zusätzlichen Brenners erzeugt und keine unabhängige Generierung - ohne einen Verbrennungsmotor - untersucht wurden.

Um den Einfluss von Prozessparametern auf die Aschepartikeln zu analysieren und diese reproduzierbar herzustellen, ist es unerlässlich, Aschepartikeln unabhängig von der motorischen Verbrennung zu generieren. Damit wird gewährleistet, dass die erzeugten und anschließend filtrierten Partikelsysteme sauber charakterisiert werden können. Nur so ist es möglich, die anschließenden Vorgänge der Schichtbildung und Umlagerungsvorgänge - Schichtaufbruch, Resuspension und Transport - von Partikelstrukturen in einem Partikelfilter im Nachgang zu untersuchen und vergleichbare und reproduzierbare Ergebnisse zu erzielen.

2.1.2 Synthese und Oxidation von Rußpartikeln

Ruß ist aus einzelnen Kohlenstoffnanopartikeln - hauptsächlich Kohlenwasserstoffe - [24] aufgebaut. Ruß selbst wird in der heutigen Zeit ambivalent betrachtet, da er zum einen ein Funktionsmaterial und zum anderen einen Schadstoff darstellt, der bei gewollten und ungewollten Verbrennungsprozessen entsteht.

Rußpartikeln werden als Funktionsmaterial z.B. als Elektromaterial in Batterien, Brennstoffzellen [98], Solarzellen und Sensoren [62] eingesetzt. Auch ein Autoreifen kommt nicht ohne Rußpartikeln aus, da sie dem Reifen nicht nur die schwarze Farbe verleihen, sondern auch einen Einfluss auf dessen mechanische Eigenschaften haben [124].

Bei Verbrennungsprozessen, wie auch bei der motorischen Verbrennung in Fahrzeugen, stellt Ruß einen Schadstoff dar, der sich negativ auf die Klimaerwärmung und auf die Gesundheit auswirkt. Aus diesem Grund wird Ruß z.B. durch Filtration aus dem Abgas² von Verbrennungsprozessen abgeschieden. In technischen Verbrennungsprozessen, bei denen Ruß ein ungewolltes Nebenprodukt darstellt, wird dieser oxidiert und in die gasförmigen Bestandteile Kohlenstoffmonoxid (CO), Kohlenstoffdioxid (CO₂) und Wasser (H₂O) umgewandelt.

Wichtige Randbedingungen bei der Rußoxidation sind die Temperatur und die Sauerstoffkonzentration, welche die Oxidationsreaktivität (Zeitskala, in der die Oxidation stattfindet) definiert. Nach Kelesidis and Pratsinis [70] ist die Rußoxidation abhängig von der Temperatur, der chemischen Struktur und der Konzentration der Gasphasenspezies.

Bildung von Ruß

Genauso interessant wie die Oxidation von Ruß ist seine Entstehung. Nach Bockhorn [24] ist die Teilchenbildung bei der Rußsynthese der Übergang von der Gas- zur Feststoffphase. Dieser Vorgang kann in vier Teilschritte eingeteilt werden;

i. Präkursorenbildung

Die Bildung von Präkursoren beschreibt den oxidativen oder pyrolytischen Abbau von kohlenstoffhaltigen Brennstoffmolekülen in ungesättigte radikalische Aliphate [24]. Dabei wird ein aromatischer Ring durch Wachstum und Rekombinationsreaktionen gebildet, wodurch das aromatische System zu einer Verbindung aus polyzyklischen aromatischen Kohlenwasserstoffen (englisch: *Polycyclic Aromatic Hydrocarbons*, PAK) anwächst [42].

ii. Nukleation

Die Nukleation beschreibt den Übergang von gasförmigen Präkursoren zu einer kondensierenden Phase [44, 89, 127]. Dabei sind zwei Effekte bekannt: Zum einen die Zunahme der molaren Masse durch den HACA-Mechanismus (engl. *hydrogen abstraction/acetylene*

² Hierbei soll erwähnt werden, dass im Abgasstrang von Verbrennungsprozessen nicht nur der Ruß, sondern weitere Schadstoffe wie Asche, etc. entfernt werden sollen. In diesem Kapitel ist jedoch der Schwerpunkt auf Ruß gesetzt.

addition, HACA), der in Frenklach and Mebel [43] nachgelesen werden kann, und zum anderen wird ein dreidimensionaler Molekülcluster durch Kollisionen und intermolekulare Van-der-Waals-Kräfte ausgebildet [24].

iii. Oberflächenwachstum & Koagulation

Während dieses Schritts steigen der Durchmesser der Primärpartikeln, das Kohlenstoff-Wasserstoff-Verhältnis (CH-Verhältnis) und die Dichte der Nukleationskeime an. Daraus entstehen quasi-sphärische Primärpartikeln [25, 24, 14]. Zwei Effekte sind dabei überlagert: Zum einen steigt die Partikelmasse durch Oberflächenwachstumsreaktionen an, wobei die Teilchenzahl konstant bleibt. Zum anderen beginnt das Koagulationswachstum, wodurch Nukleationskeime durch Kollisionen fusionieren, was Smoluchowski [112] theoretisch abgeleitet hat. Die Teilchenanzahl wird reduziert und die Gesamtmasse der Partikeln bleibt konstant [112].

iv. Primärpartikelkoagulation

Die Primärpartikelkoagulation beschreibt die Bildung von kettenartig verzweigten Aggregaten. Die Primärpartikeln sind durch Oberflächenwachstum innerhalb der Aggregate über kovalente Bindungen verknüpft [24, 89].

Im Rahmen dieser Arbeit werden ausschließlich Rußagglomerate verwendet, die auf einem Filter abgeschieden werden. Die Begriffe „Rußagglomerate“ und „Rußpartikeln“ werden dabei synonym verwendet. Die einzelnen Primärpartikeln, aus denen die Rußagglomerate bestehen, können mit der verwendeten Hochgeschwindigkeitkamera (1 px entspricht einer Fläche von $25 \mu\text{m} \times 25 \mu\text{m}$) weder aufgelöst noch genauer definiert werden. Der Einfluss der Strukturmerkmale der Primärpartikeln auf die Rußreaktivität kann in den Arbeiten von Hagen et al. [51, 50, 52] nachgelesen werden.

Die vorgestellte Bildung von Rußagglomeraten gilt für laminar strömende, homogene Gemische aus Brennstoff und Oxidationsmittel. Weitere Einflussfaktoren auf die Bildung der Agglomerate sind die lokalen Synthese- und Verbrennungsbedingungen wie z.B. das Strömungsregime, das Verhältnis von Brennstoff zu Oxidationsmittel, die chemische Struktur des Brennstoffes, sowie Temperatur und Druck.

Oxidationskinetik von Ruß

Eine einfache Methode Ruß aus Partikelfiltern zu entfernen ist dessen Oxidation mit Sauerstoff (O_2), welche temperaturabhängig ist. Um die Kinetik der Oxidation von Rußpartikeln zu ermitteln, muss auf globalkinetische Ansätze zurückgegriffen werden [50]. Dafür kann der folgende kinetische Ansatz verwendet werden:

$$\frac{dm_p}{dt} = -k'_{Ox} \cdot p_{O_2}^{\gamma'} \cdot N_{act}^{\gamma} \quad (2.1)$$

Dabei sind m_p die Partikelmasse, k'_{Ox} die Reaktionsgeschwindigkeitskonstante der ersten Reaktionsordnung, p_{O_2} der Sauerstoffpartialdruck, N_{act} die Anzahl aktiver Zentren sowie γ und γ' die jeweilige Reaktionsordnung. Bei diesem kinetischen Ansatz können zwei Annahmen getroffen werden:

- Wenn ein Sauerstoffüberschuss während der Oxidation vorliegt, gilt $p_{O_2} = \text{konst.}$ [117] und
- die Anzahl an aktiven Zentren verhält sich linear proportional zu der oxidierenden Partikelmasse: $N_{act} \propto m_p$.

Aus diesen beiden Annahmen folgt:

$$\frac{dm_p}{dt} = -k''_{Ox} \cdot m_p^{\gamma} \quad (2.2)$$

Wobei k''_{Ox} die Reaktionsgeschwindigkeitskonstante der zweiten Reaktionsordnung ist. Mithilfe des dimensionslosen Umsatzparameters $\alpha = m_p(t)/m_{p0}$, der die aktuelle, zeitabhängige Partikelmasse $m_p(t)$ mit der initialen Masse m_{p0} ins Verhältnis setzt, folgt aus Gl. 2.2:

$$\frac{d\alpha}{dt} = -k'''_{Ox} \cdot \alpha^{\gamma} \quad (2.3)$$

Die Rußoxidation ist temperaturabhängig und die Abhängigkeit der Reaktionsgeschwindigkeitskonstanten k'''_{Ox} kann durch einen Arrhenius-Ansatz beschrieben werden, wie in Gl. 2.4 gezeigt ist.

$$k'''_{Ox} = k_{0,Ox} \cdot \exp\left(-\frac{E_A}{RT}\right) \quad (2.4)$$

Dabei ist E_A die Aktivierungsenergie der Rußpartikeln, R die universelle Gaskonstante und T die Temperatur.

Wenn die Reaktivität der Rußpartikeln mit einem nichtisothermen, dynamischen Experiment

mit einer konstante Heizrate $\beta = dT/dt = \text{konst.}$, durch eine temperaturprogrammierte Oxidation (TPO) durchgeführt wird, um die kinetischen Datensätze abzuleiten, kann mithilfe der folgenden Beziehung nach Hagen et al. [50]

$$\frac{d\alpha}{dT} = \beta \frac{d\alpha}{dt} \quad (2.5)$$

der ursprüngliche Modellansatz aus Gl. 2.3 an das experimentell ermittelte Profil der TGA angepasst werden. Diese Anpassung erfolgt nach Hagen et al. [51] mit multipler nicht-linearer Regression basierend auf dem Levenberg-Marquart Algorithmus.

Die Herleitung dieser Gleichungen kann in Hagen et al. [51] nachgelesen werden.

In dieser Forschungsarbeit wird nur eine Rußart - Propanruß - verwendet, der durch das Quenchen einer brennstoffreichen Propangasflamme hergestellt wird. Dadurch bleiben die Rußreaktivität sowie die Oxidationsgeschwindigkeit konstant. In dieser Forschungsarbeit wird ausschließlich Ruß aus dem MiniCAST Rußgenerator (Jing Ltd.) verwendet.

Nach Untersuchungen von Moore et al. [90] ist der Ruß aus dem MiniCAST Rußgenerator mit Ruß aus einem Dieselmotor vergleichbar. Um grundlegende Untersuchungen durchzuführen ist es unabdingbar, Rußpartikeln zu verwenden, deren Eigenschaften bekannt sind und die stabil und reproduzierbar hergestellt werden können [32, 20]. Die Charakterisierung des verwendeten reaktiven Partikelsystems wird in Kapitel 4.2 vorgestellt.

2.2 Partikelfilter

Aus den vorherigen Abschnitten geht hervor, dass Asche- und Rußpartikeln keine gewollten Produkte motorischer Verbrennung darstellen und deswegen aus dem Abgas gefiltert werden müssen. Dazu werden Partikelfilter eingesetzt.

Ein Partikelfilter ist heutzutage eine Standardkomponente in der Abgasnachbehandlung von Fahrzeugen. Dabei sind die beiden gängigsten Formen der Diesel- (DPF) und der Ottopartikel- (OPF), die heute in jedem neuzugelassenen Fahrzeug mit Verbrennungsmotor eingebaut sind.

Schon 1981 haben Howitt und Montierth [61] ein "innovatives Design eines keramischen Filters für die Abscheidung von Abgaspartikeln aus einem Dieselmotor" beschrieben [61]. Der untersuchte Dieselpartikel- (DPF) hatte schon in den damaligen Untersuchungen die bis heute verwendete Form einer quadratischen Wabe mit parallel angeordneten und wechselseitig verschlossenen Kanälen, wie es in Abb. 2.2 gezeigt ist [61, 53, 69].

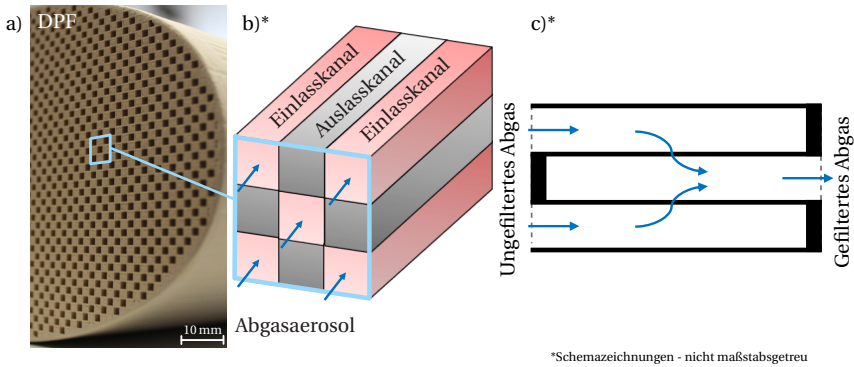


Abbildung 2.2: a) Fotografie eines DPFs mit Blick auf die quadratischen Waben, b) schematische 3D-Ansicht der Ein- und Auslasskanäle eines Partikelfilters, c) schematischer Querschnitt durch einen Partikelfilter mit eingezeichnetem Strömungsverlauf des Gases.

Das Abgasaerosol tritt in die stromaufwärts gelegenen Einlasskanäle eines Partikelfilters ein. Da das stromabwärts gelegene Ende eines jeden Kanals mit einem keramischen Stopfen wechselseitig verschlossen ist, wird das Abgas durch die porösen Wände geleitet. Die Partikeln werden auf und in den porösen Filterwänden abgeschieden und das Abgas tritt in die angrenzenden Auslasskanäle, über die es den Partikelfilter verlässt. Die monolithische Wabenstruktur bietet den Vorteil einer großen Filterfläche bei einem kompakten Volumen. Die Zellgeometrie sowie die Eigenschaften der porösen Filterwand, wozu z.B. die Wanddicke, Porosität, Porengröße und Permeabilität gehören [30], beeinflussen den Druckverlust und die mögliche Beladungskapazität des Filters [61, 79].

Das Material, aus dem die Partikelfilter hergestellt sind, ist im Wesentlichen poröses Cordierit ($2 \text{ MgO} - 2 \text{ Al}_2\text{O}_3 - 5 \text{ SiO}_2$) [61], Siliziumcarbid oder Mullit [76], aber auch Sintermetall und Titanaluminide (TiAl) werden verwendet, welche die notwendige mechanische, chemische und thermische Stabilität besitzen, um in der Umgebung eines Abgasaerosols eines Verbrennungsmotors die erforderliche Standfestigkeit zu gewährleisten [61]. Die Porosität ϵ dieser keramischen Partikelfilter liegt im Durchschnitt bei $\epsilon = 0,5$ und die mittlere Porengröße ist mit $d_{50} = 7 \mu\text{m} \dots 25 \mu\text{m}$ angegeben [33, 96, 31]. Es werden jedoch nicht nur keramische Materialien verwendet, auch metallische Materialien wie Sintermetallfilter, Drahtgeflechte und Metallschäume werden in Partikelfiltern eingesetzt [79, 68].

Die Filtration in einem Partikelfilter

Wenn das Abgas durch den Partikelfilter strömt, werden die Partikeln in den Einlasskanälen abgeschieden. Dieser Vorgang kann in zwei Filtrationsstufen eingeteilt werden, die aufeinander folgen:

- die Tiefenfiltration und
- die Oberflächenfiltration / Kuchenbildende Filtration.

Der grundlegende Druckverlustverlauf dieser beiden Filtrationsstufen, die auch von Autoren wie Tien and Payatakes [123], Tien and Bai [122], Zhang et al. [133], Suresh et al. [120] und Yamaguchi et al. [131] veröffentlicht wurden, zeigt Abb. 2.3.

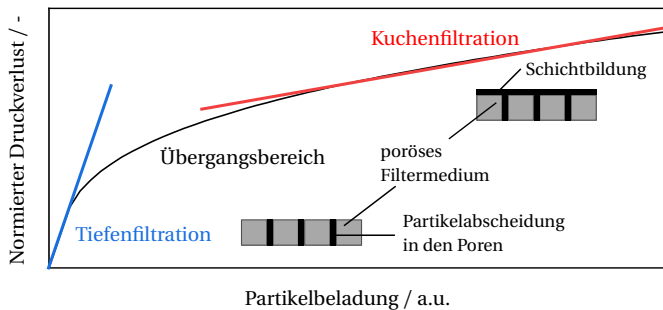


Abbildung 2.3: Filtrationsstufen eines Partikelfilters - Schematischer Druckverlustverlauf mit eingezeichneter Steigung der Tiefen- und Kuchenfiltration und schematische Zeichnung der Abscheidung im Filtermedium nach [120].

Während der initialen Filtration werden die Partikeln in den inneren Poren des Zellwandkörpers abgeschieden [61], wodurch sich deren Mikrostruktur ändert. Dies führt zu einem steilen Anstieg des Druckverlustes [30]. Die Filtrationsleistung bei der Tiefenfiltration ist abhängig vom Porendurchmesser, der Porenform und der Zelldichte, allesamt Eigenschaften des jeweiligen Partikelfilters. Die Partikeln können während der Tiefenfiltration durch verschiedene Abscheidemechanismen im Filtermedium abgeschieden werden [36]. Die drei Hauptmechanismen sind dabei die Folgenden:

- Die **Diffusionsabscheidung** beruht auf der Brown'schen Molekularbewegung und tritt bei Partikeln $d_p < 0,3 \mu\text{m}$ auf. Durch die Wechselwirkung zwischen Gasmolekülen und Partikeln kommt es zu stochastisch schwankenden Bewegungen, die dazu führen können, dass die Partikeln mit der Oberfläche des Filtermediums in Kontakt kommen und so abgeschieden werden [13, 118].
- Der **Sperreffekt** zeichnet sich dadurch aus, dass das Partikel der Stromlinie zwar annähernd ideal folgt, sich allerdings an der Filteroberfläche abscheidet, da die Strömung das Filtermedium mit dem Abstand des Partikelradius oder kleiner umströmt, dass das Partikel dessen Oberfläche berührt und abgeschieden wird. Das Partikel wird also ohne die Einwirkung der Brown'schen Diffusion oder der Trägheit abgeschieden [13].

- Die **Trägheitsabscheidung** gewinnt mit zunehmender Partikelgröße an Bedeutung, da die im Gasstrom transportierten Partikeln aufgrund ihrer Massenträgheit nicht der sich durch z.B. Objekte ändernden Gasströmung folgen, sondern ihre Flugbahn beibehalten und so abgeschieden werden [13, 118].

Auch die Thermophorese ist beim Vorhandensein eines Temperaturgradienten nicht zu vernachlässigen³ [76]. Weitere Abscheidemechanismen sind z.B. die elektrostatische und die magnetische Abscheidung, die in dieser Forschungsarbeit jedoch keine Rolle spielen und aus diesem Grund nicht betrachtet werden.

Welcher Mechanismus bei der Abscheidung von Partikeln dominiert, hängt von der Partikelgröße der in den Filter eintretenden Partikeln, der Porengröße des Partikelfilters und der Strömung ab [118, 58].

Nachdem die Poren des Filtermediums gefüllt sind, lagern sich die Partikeln um die verstopften Poren des Filtermediums ab und breiten sich auf dem Rest der Kanalwand aus, so dass Partikel-erhöhungen auf der Oberfläche der Kanalwand an den Filterporen entstehen. Mit zunehmender Filtrationszeit werden weitere Abgaspartikeln abgeschieden bis diese als geschlossene Partikelschicht auf der Oberfläche des Kanals abgelagert werden, was die kuchenbildende Filtration charakterisiert [30]. Während dieser Partikelansammlung nimmt die Partikelschichtdicke im Einlasskanal zu. Dadurch steigt der Druckverlust weiter an, jedoch mit einer geringeren Steigung als zuvor bei der Tiefenfiltration (vgl. Abb. 2.3)[68].

Der Druckverlust des Partikelfilters spielt in der Abgasnachbehandlung von Verbrennungsmotoren eine entscheidende Rolle, da sich ein zu hoher Druckverlust direkt negativ auf den Motorbetrieb und den Kraftstoffverbrauch auswirkt [61] und deswegen so gering wie möglich gehalten werden sollte.

Spätestens nach dem Erreichen eines kritischen Druckverlustes werden die Partikelfilter regeneriert. Das bedeutet, dass die organischen Bestandteile oxidiert werden und daraus resultierend der Druckverlust reduziert wird. Die Grundlagen zur Regeneration in einem Partikelfilter basieren auf der Rußoxidation (Kapitel 2.1.2) und werden in Kapitel 2.2.2 vorgestellt.

2.2.1 Abgaserosol aus der motorischen Verbrennung

Die Abgaspartikeln aus der motorischen Verbrennung bestehen aus stark agglomerierten, festen Kohlenstoffnanopartikeln, Aschepartikeln sowie flüchtigen organischen und Schwefelverbindungen [73]. Die Partikeln unterscheiden sich in Größe, Form, Zusammensetzung, Löslichkeit und damit auch in ihren Eigenschaften [29].

³ Nach dem Kaltstart eines Verbrennungsmotors, wenn der Partikelfilter noch Umgebungstemperatur hat, ist die Thermophorese ein dominierender Effekt. Sobald sich die Abgastemperatur und die Partikelfiltertemperatur annähern bzw. identisch sind, reduziert sich der Effekt der Thermophorese bzw. ist vollständig zu vernachlässigen [76].

Wie in einem vorherigen Kapitel schon dargestellt, können die Rußpartikeln oxidiert werden. Die Rückstände in Form von festen Agglomeraten verbleiben im Partikelfilter. Ein kleiner Teil des Kraftstoffs sowie des zerstäubten und verdampften Schmieröls entgeht allerdings dieser Oxidation und kann als flüchtige oder lösliche organische Verbindungen (englisch: *Soluble Organic Fraction*, SOF) im Abgas nachgewiesen werden. Die SOF enthalten polyzyklische aromatische Kohlenwasserstoffe, die Sauerstoff, Stickstoff und Schwefel beinhalten [39, 54, 111]. Der größte Teil des Schwefels im Kraftstoff wird zu Schwefeldioxid (SO_2), aber auch zu geringen Teilen zu Schwefeltrioxid (SO_3) oxidiert [73]. Die Oxidation von SO_2 zu SO_3 in Verbindung mit Wasser kann zur Bildung von Schwefelsäuretröpfchen führen [29]. Metallverbindungen im Kraftstoff und im Schmieröl führen zu einer geringen Menge anorganischer Asche [73].

Eine idealisierte, trimodale Partikelgrößenverteilung (anzahl- und massenbasiert) eines Abgas-aerosols ist in Abb. 2.4 dargestellt.

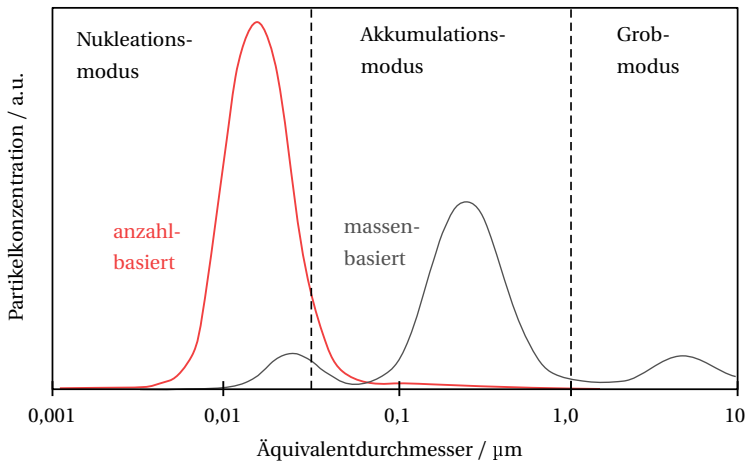


Abbildung 2.4: Typische anzahl- und massenbasierte Partikelgrößenverteilung eines Dieselabgas-aerosols nach Kittelson [73]. Mit den drei eingekreisten Partikelgrößenbereichen des Nukleationsmodus ($d_p < 0,05 \mu\text{m}$), Akkumulationsmodus ($d_p = 0,05 \mu\text{m} \dots 1,0 \mu\text{m}$) und Grobmodus ($d_p > 1,0 \mu\text{m}$).

Das Abgas-aerosol kann in drei Partikelgrößenbereiche eingeteilt werden:

- der Nukleationsmodus mit $d_p < 0,05 \mu\text{m}$,
- der Akkumulationsmodus mit $d_p = 0,05 \mu\text{m} \dots 1,0 \mu\text{m}$ und
- der Grobmodus mit $d_p > 1,0 \mu\text{m}$.

Der **Nukleationsmodus** ist für Partikelgrößen $d_p < 0,05 \mu\text{m}$ definiert. In diesem Modus befinden sich mehr als 90 % der Partikelanzahl und 1-20 % der Partikelmasse. Dieser Modus besteht in der Regel aus flüchtigen organischen und Schwefelverbindungen, die sich bei der Abgasverdünnung und -kühlung bilden. Er kann jedoch auch feste Kohlenstoff- und Metallverbindungen enthalten [73, 82, 54].

Der größte Teil der Partikelmasse liegt im **Akkumulationsmodus** zwischen $d_p = 0,05 \mu\text{m} \dots 1,0 \mu\text{m}$ vor. Dieser Bereich wird von Kohlenstoffnanopartikeln dominiert, die sich als Agglomerate zusammenlagern [73]. Auf die Eigenschaften von Kohlenstoffnanopartikeln - Rußpartikeln - wurde in Kapitel 2.1.2 eingegangen.

Der **Grobmodus** enthält nur eine geringe Anzahl an Partikeln, jedoch machen diese eine Partikelmasse von 5 % bis 20 % aus. Es handelt sich hierbei um Partikeln mit einer Größe von $d_p > 1,0 \mu\text{m}$, die sich auf den Oberflächen von Zylindern und Auspuffanlagen des Abgassystems ablagern und später wieder mitgerissen werden [73]. Die Partikeln sind häufig metallischen Ursprungs und auf Abrieb der metallischen Motorkomponenten (Fe-Cr-Ni) zurückzuführen [84]. Die hier dargestellte typische Größenverteilung eines Abgasaerosols zeigt, dass annähernd die gesamte vom Motor emittierte Masse in den Bereich der feinen Partikeln liegt und beinahe die gesamte Anzahl in den Bereich der Nanopartikeln fällt [73].

Bisherige Experimente zeigten, dass Partikelfilter nicht nur in der Lage sind, Partikeln mit einem aerodynamischen Durchmesser zwischen $d_p = 1 \mu\text{m} \dots 10 \mu\text{m}$ zu reduzieren, sondern auch Partikeln im Akkumulationsmodus ($d_p = 0,05 \mu\text{m} \dots 1,0 \mu\text{m}$) und die Nanopartikeln im Nukleationsmodus mit einem aerodynamischen Durchmesser von weniger als $d_p = 0,05 \mu\text{m}$ abzuscheiden [121, 36].

2.2.2 Grundlagen der Regeneration in einem Partikelfilter

Die Filtration von Asche- und Rußpartikeln in einem Partikelfilter erhöht den Differenzdruck in diesem, was sich negativ auf den Motorbetrieb auswirkt. Daher müssen Partikelfilter eine Möglichkeit bieten, den sich mit der Zeit aufbauenden Differenzdruck zu reduzieren, um seine Permeabilität und Aufnahmekapazität wiederherzustellen. Aus diesem Grund werden Partikelfilter regelmäßig regeneriert, wobei die Rußpartikeln entfernt werden und die Aschepartikeln im Filter verbleiben.

Die Filterregeneration kann entweder kontinuierlich während des regulären Betriebs des Filters oder in regelmäßigen Abständen, diskontinuierlich, erfolgen, nachdem sich eine definierte Rußmenge angesammelt hat [13]. Während der Regeneration werden die organischen Bestandteile, die im Filter abgeschieden wurden, oxidiert, wenn eine Minimaltemperatur für die Oxidation des Rußes als auch eine ausreichende Sauerstoffkonzentration im Partikelfilter gegeben sind [71]. Dabei werden die festen organischen Partikeln in gasförmige Produkte, hauptsächlich zu Kohlenstoffdioxid (CO_2) und Wasser (H_2O), umgewandelt [47].

Bei der Regeneration von Partikelfiltern werden zwei Arten verwendet:

- die aktive (auch diskontinuierliche) Regeneration und
- die passive (auch kontinuierliche) Regeneration.

Die **aktive Regeneration** ist durch das definierte Starten der Rußoxidation im Partikelfilter charakterisiert. Durch die Steuerung von Motorparametern oder einer externen Heizvorrichtung, wie einem elektrischen Heizer oder Brenner, wird die Abgastemperatur in Intervallen auf mindestens $T = 600\text{ °C}$ erhöht [117, 64]. Dadurch wird der Ruß in einer definierten Zeitspanne oxidiert, so dass allein die anorganischen Bestandteile im Partikelfilter zurückbleiben. Als Regenerationsgas kann Sauerstoff (O_2) oder Stickstoffdioxid (NO_2) verwendet werden [35].

Die **passive Regeneration** findet bei deutlich geringeren Temperaturen zwischen $T = 200\text{ °C}$... 500 °C statt [64, 30]. Die abgeschiedenen, organischen Partikeln werden permanent mit Stickstoffdioxid oxidiert. Dafür werden die NO-Emissionen des Motors im Dieseloxydationskatalysator (englisch: *Diesel Oxidation Catalytic*, DOC) in NO_2 umgewandelt [77]. Es findet also eine kontinuierliche Regeneration statt [35], bei der sich nur eine dünne Partikelschicht in den Einlasskanälen des Partikelfilters aufbaut. Die in dieser Arbeit verwendete Regenerationsmethode stellt eine aktive Regeneration dar und wird mit Sauerstoff als Regenerationsgas durchgeführt.

In Partikelfiltern werden nicht nur organische Bestandteile abgeschieden, sondern auch anorganische Aschepartikeln, die im Abgas enthalten sind. Diese nicht oxidierbaren Partikeln können nicht durch Regenerationen aus dem Partikelfilter entfernt werden. Obwohl der Anteil der Asche an der gesamten Feinstaubemission im Abgas viel geringer ist als der restliche organische Kohlenstoff, führt die Anhäufung der Asche in den Einlasskanälen des Partikelfilters zu einem stetigen Anstieg des Druckverlustes über seine Lebensdauer. Aus diesem Grund sollte der Anteil an Asche im Abgasaerosol und allgemein die Partikelbildung im Motor so gering wie möglich gehalten werden, da Partikelfilter nur durch spezielle Wartungsverfahren, wie z.B. das Spülen mit Wasser oder die Umkehrung der Strömungsrichtung durch den Filter, von der Asche gereinigt werden können [13].

2.2.3 Depositionsmuster von reaktiven und inerten Partikeln in einem Partikelfilter

Sobald Partikeln in einem Partikelfilter abgeschieden werden, können diese Depositionsmuster bilden. Auch nach der Regeneration des Filter, nachdem allein die anorganischen Bestandteile - die Aschepartikeln - im Einlasskanals des Filters verbleiben, können charakteristische Aschedepositionsmuster entstehen.

Frank und Hardenberg [41] waren die Ersten, die Aschedepositionsmuster in keramischen Wandstromfiltern beschrieben haben. Sie beobachteten nach dem Ausbau eines Partikelfilters aus

einem Schwerlastkraftwagen mit Dieselmotor eine Ascheschicht am Kanaleinlass und eine beginnende Verfüllung des Kanals im nachgelagerten Kanalabschnitt.

Hieraus wurden zwei Grenzfälle:

- die Schichtbildung und
- die Kanalverfüllung,

die in Abb. 2.5 visualisiert sind, definiert [41, 103].

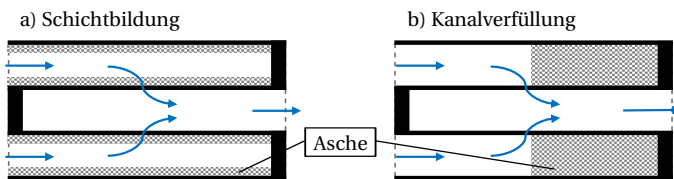


Abbildung 2.5: Grenzfälle der Aschedepositionsmuster - a) Schichtbildung, b) Kanalverfüllung nach [34].

Bei der **Schichtbildung** werden die filtrierte Partikel als homogene Schicht über der gesamten Länge des Einlasskanals abgelagert. Dieses Depositionsmuster erhöht den Abscheidegrad [65] des Filters.

Bei der **Kanalverfüllung** werden die Partikel stromabwärts am Kanalende des Einlasskanals abgelagert und füllen diesen von hinten. Dadurch wird die effektive Filterfläche reduziert und die örtliche Strömungsgeschwindigkeit durch die Filterwand wird erhöht [45]. Aufgrund der nicht ausgebildeten Partikelschicht, die zu einer kuchenbildenden Filtration führen würde, ist der Abscheidegrad bei diesem Depositionsmuster geringer.

Der Druckverlust eines Partikelfilters ist allerdings nicht nur vom Depositionsmuster, sondern auch von der Schichtzusammensetzung, -permeabilität und der Partikelmasse abhängig. Gaiser and Mucha [45] untersuchten, wie sich Aschedepositionsmuster und Rußbelastung auf den Druckverlust des Partikelfilters auswirken. Ist kein Ruß auf dem Filter vorhanden, d.h. der Filter ist komplett regeneriert, weist das Depositionsmuster der Schichtbildung mit zunehmender Aschemasse im Filter einen höheren Druckverlust als das Muster der Kanalverfüllung auf. Bei einer zusätzlichen Rußbelastung kann der Druckverlust – abhängig von der Schichtpermeabilität – für die Kanalverfüllung höher als für den Fall der Schichtbildung liegen [45].

Unter welchen Umständen diese Depositionsmuster entstehen, ist bis heute noch nicht vollständig geklärt. Einige Forschende bringen die Depositionsmuster in den Zusammenhang mit der Regenerationsart (passive und aktive Regeneration, vgl. Kapitel 2.2.2) oder auch mit dem Betriebszyklus des Motors in Verbindung [54, 15, 64].

Bei diesen Annahmen wird jedoch vernachlässigt, dass die Depositionsmuster auch durch Umlagerungsvorgänge von bereits abgeschiedenen Partikeln entstehen können, worauf im folgenden Kapitel genauer eingegangen wird.

2.3 Umlagerungsvorgänge von Partikelstrukturen in Wandstromfiltern

In der Einleitung wurde der Begriff „Umlagerungsvorgang“, wie er in dieser Forschungsarbeit verwendet wird, das erste Mal definiert. In diesem Teilkapitel wird noch einmal genauer darauf eingegangen, was Umlagerungsvorgänge sind und aus welchen einzelnen Teilprozessen sie bestehen.

Die Umlagerungsvorgänge definieren in dieser Arbeit die drei folgenden Prozesse, die in einem Partikelfilter beobachtet werden können:

- Schichtaufbruch,
- Resuspension und
- Transport.

Dabei wird bei Umlagerungsvorgängen zwischen

- **den Umlagerungen von Partikelstrukturen ohne die Regeneration des Partikelfilters** (Kapitel 2.3.2)
(Resuspension und Transport), d.h. ohne die Oxidation der reaktiven Partikeln und
- **den Umlagerungen von Partikelstrukturen während der Regeneration des Partikelfilters** (Kapitel 2.3.3)
(Schichtaufbruch, Resuspension und Transport), d.h. während der Oxidation der reaktiven Partikeln

unterschieden. Bevor diese beiden Arten von Umlagerungsvorgängen genauer erläutert werden, werden zuerst die Grundlagen zu Umlagerungsvorgängen allgemein dargestellt.

2.3.1 Grundlagen der Umlagerungsvorgänge

Bevor Partikeln transportiert werden können, müssen sich diese beginnen zu bewegen. Das bedeutet, dass sie von der Geschwindigkeit $v = 0 \text{ m s}^{-1}$ eine Beschleunigung, meistens durch eine wirkende Kraft, erfahren müssen. In Abhängigkeit dieser Kraft können die Partikeln gleiten, rollen oder resuspendieren. Die Unterschiede dieser drei Fortbewegungsmethoden sind in Abb. 2.6 schematisch dargestellt.

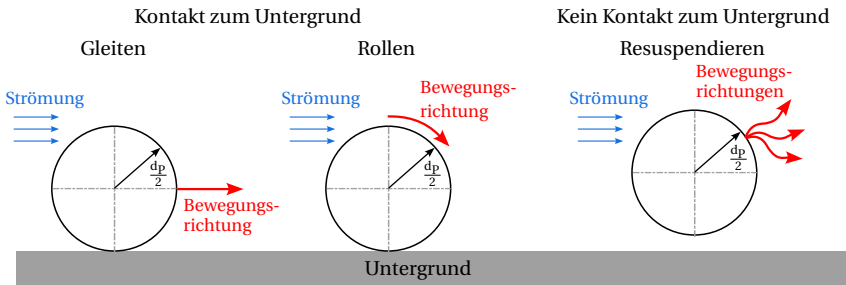


Abbildung 2.6: Schematische Darstellung der Bewegung eines abgeschiedenen Partikels auf einer Oberfläche in einer Gasströmung [103].

Bei den Methoden des Gleitens und Rollens hat das Partikel ständigen Kontakt zum Untergrund, es löst sich also nicht von diesem. Dabei ist das Gleiten durch eine lineare Bewegung parallel zum Untergrund definiert, wohingegen das Rollen eine zusätzliche Rotation des Partikels aufweist. Ein gleitendes oder rollendes Partikel kann auch resuspendiert werden. Dies erfordert eine Impulsübertragung durch die Fluidströmung, die nah an die Oberfläche heranreicht. Dabei muss die Lift-Kraft die Adhäsionskraft übersteigen [105]. Das Partikel löst sich dadurch vom Untergrund ab und wird von der Fluidströmung, ohne Kontakt mit dem Untergrund, transportiert. Diese Fortbewegungsart weist einen deutlich geringeren Widerstand auf, wodurch das resuspendierte Partikel eine größere Geschwindigkeit erreichen und dadurch einen längeren Transportweg zurücklegen kann. Vor dem Transport eines Partikels, welches auf der Filteroberfläche abgelagert wurde, wirken auf dieses verschiedene Kräfte:

- die Gravitationskraft F_G ,
- die Widerstandskraft F_W ,
- die Lift-Kraft F_L ,
- die Adhäsionskraft F_A und
- die Reibungskraft F_R ,

die in Abb. 2.7 inklusive dem wirkenden Drehmoment M eingezeichnet sind.

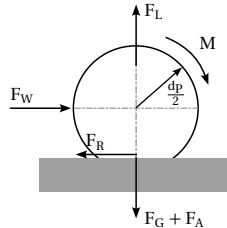


Abbildung 2.7: Kräfte auf ein Partikel, das auf einer Oberfläche abgeschieden ist nach [103].

Die **Adhäsionskraft** stellt dabei eine Kombination aus physikalischer Anziehung, chemischer Bindung und mechanischer Spannung dar, die als überlagerte Kraft auf das Partikel wirkt. Sie bedingt, dass (kleine) Partikeln an der Oberfläche gehalten werden [136]. Dabei zählen zu den Adhäsionskräften die Van-der-Waals-Kräfte, Kapillarkräfte, chemische Bindungskräfte und elektrostatische Kräfte [67]. Zusätzlich können thermophoretische Kräfte aufgrund lokaler Temperaturgradienten oder Reaktionskräfte, die durch Partikel-Partikel- bzw. Partikel-Wand-Kollisionen entstehen, auftreten [129].

Für Partikeln, die kleiner als $d_p < 50 \mu\text{m}$ sind, ist die **Gravitationskraft** in der Regel deutlich geringer als die Adhäsionskräfte und kann somit für diesen Größenbereich vernachlässigt werden [103].

Die **Widerstandskraft** und die **Lift-Kraft** werden durch die Gasströmung und den Strömungswiderstand eines Partikels verursacht. Sie entstehen bei Relativbewegungen zwischen Fluid und Partikel [119].

Kamp et al. [67] untersuchten die Adhäsionskräfte zwischen Rußpartikeln, Aschepartikeln und einer DPF-Oberfläche mittels Rasterkraftmikroskopie (englisch: *Atomic Force Microscopy*, AFM). Die Ergebnisse zeigten, dass die interpartikulären Anziehungskräfte zwischen den Rußpartikeln um eine Größenordnung größer sind als zwischen der DPF-Oberfläche und den Rußpartikeln. Die Kohäsionskräfte zwischen Aschepartikeln, Asche- und Rußpartikeln und Aschepartikeln und der Substratoberfläche liegen dazwischen. Während der Oxidation von Rußpartikeln werden diese Kräfte verändert, so dass Rußpartikelstrukturen durch den einsetzenden Schichtaufbruch, während der Regeneration eines Filters, resuspendieren können. Bei Regenerationen von Partikelfiltern, bei denen Ruß- und Aschepartikeln auf dem Filter vorhanden sind, kann der Aschetransport durch das Verhalten der Rußschicht beeinflusst werden, da die Asche stärker vom Ruß angezogen wird, sich Agglomerate bilden und diese anschließend von der Oberfläche resuspendieren können [67].

Zusätzlich müssen die Partikelstrukturen in einer resuspendierbaren Größe vorliegen. Nach Schmidt und Nitschke [105] findet bei sphärischen Partikeln über $d_p > 500 \mu\text{m}$ nur ein Rollen

oder Gleiten an der Oberfläche statt, die Partikeln werden nicht resuspendiert, können jedoch durch Impulsübertragung kleinere Partikeln aus der Partikelschicht lösen.

Sphärische Partikeln mit einer Größe von ca. $d_p = 10 \mu\text{m} \dots 500 \mu\text{m}$ sind resuspensionsfähig, können mit der Strömung beschleunigt und darin transportiert werden [105].

Partikelstrukturen kleiner als $d_p < 10 \mu\text{m}$ sind wiederum nicht resuspensionsfähig [105, 34].

Die genannten Bereiche sind für sphärische Partikeln bestimmt worden. Bei dem Aufbruch einer Partikelschicht liegen die erzeugten Partikelstrukturen hauptsächlich als poröse Plättchen vor, weswegen die Bereiche für diese Untersuchungen nur als Richtwert betrachtet werden sollten.

Sobald ein Partikel resuspendiert wurde, wird seine Flugbahn durch Wechselwirkungen mit der tragenden Gasströmung bestimmt, die entweder zu einem weiteren Transport oder auch einer erneuten Abscheidung führen können. Je nach dem, wie die Flugbahn der Partikeln ist, können auch wandnahe turbulente Fluktuationen die Partikelbewegung beeinflussen. Ebenfalls hat die Partikelrelaxationszeit, die die Zeit definiert, die ein Partikel benötigt, um seine Geschwindigkeit an ein neues Kräfteverhältnis anzupassen und von der Partikelmasse und dessen Mobilität abhängig ist [58], einen Einfluss. Dies wird im folgenden Kapitel noch genauer betrachtet.

2.3.2 Umlagerungsvorgänge von Partikelstrukturen ohne Filterregeneration - Resuspension und Transport

Damit ein Partikel von einer Oberfläche resuspendiert wird, muss dieses einer Strömung ausgesetzt sein und eine Widerstandskraft auf das Partikel einwirken. Dabei muss die Adhäsionskraft zwischen dem Partikel und der Filterwand durch eine Erhöhung der Widerstands- und Auftriebskräfte überwunden werden [129].

Wenn ein Partikel einer Strömung ausgesetzt ist, wird aufgrund der relativen Geschwindigkeit eine Widerstandskraft auf das Partikel ausgeübt. Da die Strömung starke Geschwindigkeitsgradienten über den Partikeldurchmesser aufweist, kann der Druckunterschied zu Auftriebskräften führen. Diese sind eine Folge des Bernoulli-Effektes und können dafür sorgen, dass Partikeln resuspendiert werden. Beginnt das Partikel sich durch diese Krafteinwirkung zu drehen, kann zusätzlich der Magnus-Effekt⁴ dazu führen, dass die Lift-Kraft unterstützt, und die Wahrscheinlichkeit einer Resuspension erhöht wird. Bei einem resuspendierten Partikel hat der Magnus-Effekt eine direkte Wirkung auf dessen Flugbahn, da aufgrund der unterschiedlichen statischen Drücke das resuspendierte Partikel eine Querkraft erfährt, die seine Flugbahn, auch in einem Einlasskanal eines Partikelfilters, beeinflusst [86, 129].

Im Allgemeinen wird die Erhöhung der Widerstands- und Lift-Kräfte durch eine Erhöhung des

⁴ Beim Magnus-Effekt bzw. der Magnus-Kraft wirkt eine Querkraft auf einen rotierenden Körper. Dabei wird der Umströmung des Partikels eine zusätzliche Wirbelströmung überlagert. Rotiert das Partikel also mit der Winkelgeschwindigkeit ω und wird mit einer Geschwindigkeit v_0 angeströmt, so strömt das Gas an der Oberseite des Partikels mit $v_{\text{Gas,O}} = v_0 + \omega r$ und an der Unterseite mit $v_{\text{Gas,U}} = v_0 - \omega r$. Dadurch überwiegt - nach Bernoulli - der statische Druck an der Unterseite und das Partikel erfährt eine nach oben gerichtete Querkraft, wodurch seine Flugbahn beeinflusst wird. [86]

Abgasdurchsatzes durch den Partikelfilter erreicht. Die konkurrierenden Effekte der erhöhten Kanalgeschwindigkeit im Verhältnis zur entsprechenden Erhöhung der Wandgeschwindigkeit müssen bei Partikelfiltern mit Wandströmung ebenfalls berücksichtigt werden [23].

Häufig wird eine kritische Strömungsgeschwindigkeit definiert, die den unteren Wert einer Resuspension darstellt und darüber Auskunft gibt, ab welcher Strömungsgeschwindigkeit Partikeln bzw. Agglomerate abgelöst werden.

Größere Partikeln oder Agglomerate, die eine hinreichend große, in die Strömung hineinragende Stirnfläche aufweisen und im Verhältnis zu ihrer Partikelgröße eine geringere Kontaktfläche mit der Filteroberfläche haben (bspw. wegen einer inhomogenen Oberfläche), sind für Umlagerungsvorgänge am anfälligsten. Entsprechend führt eine Erhöhung der Durchflussmenge zu einer verstärkten Resuspension und Transport von Partikeln kleinerer Größe [103].

Partikelbeschleunigung und Stopp-Distanz nach Hinds [58]

Bevor ein Partikel transportiert wird, muss dieses eine Beschleunigung erfahren, so dass es sich beginnt zu bewegen. Während des Beschleunigungsvorgangs gilt zu jedem Zeitpunkt Newtons zweites Gesetz:

$$\sum F = \frac{d(mv(t))}{dt} \quad (2.6)$$

Dabei entspricht $v(t)$ der momentanen Partikelgeschwindigkeit zum Zeitpunkt t . Die Analyse der Aerosolpartikelbeschleunigung nach Hinds [58] wird dadurch erleichtert, dass die Partikelbeschleunigung als trägheitslos betrachtet wird d. h. sie beinhaltet keine zusätzliche Beschleunigung der Luft.

Wird in Gleichung 2.6 die Partikelmasse als konstant angenommen, was für alle Fälle, außer der Verdampfung/Wachstum von Tropfen, gültig ist und die Partikelmobilität $B = (3\pi\eta d_p)^{-1}$, die aus dem Partikeldurchmesser d_p und der dynamischen Viskosität η des umgebenden Fluids berechnet wird, multipliziert, ergibt sich nach einigen Umformungen, die in Hinds [58] nachgelesen werden können, die Geschwindigkeit eines Partikels $v(t)$ zum Zeitpunkt t nachdem es in ruhende Luft in ein Gravitationsfeld gegeben wurde [58]:

$$v(t) = \tau g \cdot (1 - e^{-\frac{t}{\tau}}) \quad (2.7)$$

τ entspricht hier der Partikelrelaxationszeit, die aus dem Partikeldurchmesser, der Partikeldichte ρ_p und der dynamischen Viskosität des umgebenden Fluids zusammengesetzt und in Gleichung 2.8 gezeigt ist:

$$\tau = \frac{d_p^2 \cdot \rho_p}{18 \cdot \eta} \quad (2.8)$$

Eine nähere Betrachtung von Gleichung 2.7 verdeutlicht, dass ein Partikel 63 % seiner Endgeschwindigkeit nach einer Beschleunigungszeit von seiner Partikelrelaxationszeit τ und 95 % seiner Endgeschwindigkeit nach einer Beschleunigungszeit von $t = 3\tau$ erreicht. Z.B. beträgt die Zeit bis zum Erreichen der Endgeschwindigkeit eines Partikels mit aerodynamischen Durchmesser von $d_p = 100 \mu\text{m}$ bei Standardbedingungen eine Zeit von $t = 93 \text{ ms}$ und bei einem aerodynamischen Durchmesser von $d_p = 10 \mu\text{m}$ eine Zeit von $t = 0,94 \text{ ms}$. Gleichung 2.7 stellt eine vereinfachte beschleunigte Partikelbewegung dar und gilt für ein Partikel, welches in eine horizontale Strömung gegeben wird nur, wenn die Gravitationskraft vernachlässigt wird [58].

Wenn die Lift-Kraft auf ein Partikel die Adhäsionskraft übersteigt und das Partikel eine Beschleunigung erfährt, wird dieses transportiert. Der Transport ist abhängig von der Strömungsgeschwindigkeit des Gases, der Partikelgröße und dessen momentaner Bewegungsrichtung. Ein Einlasskanal eines Partikelfilters stellt ein abgeschlossenes Volumen dar. Um die Transportlänge einer resuspendierten Partikelstruktur abzuschätzen, kann die Stopp-Distanz s_{Stopp} verwendet werden [58]. Diese stellt eine vereinfachte Abschätzung des Transportweges einer Struktur dar. Die Stopp-Distanz definiert die Strecke, die ein sphärisches Partikel in ruhender Luft zurücklegt, wenn keine äußere Kraft auf das Partikel wirkt. Dieser technische Wert basiert auf der Annahme, dass ein Partikel mit einer Geschwindigkeit v_0 in ruhende Luft gegeben wird. Für diesen Prozess ist die Stopp-Distanz wie in Gleichung 2.9 definiert:

$$s_{\text{Stopp}} = v_0 \cdot \tau \quad (2.9)$$

Die Stopp-Distanz s_{Stopp} (Gesamttransportweg des Partikels) stellt in diesen Untersuchungen einen unteren Grenzwert dar, da das Gas die Einlasskanäle durchströmt und so - entgegen der Prämisse eines ruhenden Gases - eine Widerstandskraft auf die resuspendierten Partikeln wirkt. Trotzdem wird hier zur Vereinfachung die Stopp-Distanz als Methode zur Abschätzung des Transportweges der resuspendierten und beschleunigten Partikelstrukturen verwendet. Dabei wird die folgende Annahme getroffen:

- Ist die Stopp-Distanz größer als die Kanallänge des Einlasskanals eines Partikelfilters, wird dieses stromabwärts bis an den Stopfen transportiert und dort abgeschieden.

Es ist wichtig zu erkennen, dass sowohl die kritische Strömungsgeschwindigkeit beim Partikeltransport als auch die Abschätzung des Transportweges mittels Stopp-Distanz zum Teil ein vereinfachtes Konzept darstellt. Der tatsächliche Transport ist sehr viel komplexer, vergleichbar mit dem Prozess der chemischen Reaktion beim Resuspendieren bzw. der Regeneration des Partikelfilters [94].

2.3.3 Umlagerungsvorgänge von Partikelstrukturen während der Filterregeneration - Schichtaufbruch, Resuspension, Transport

Zwar können die Partikeln allein durch die Strömung und die dabei wirkende Widerstandskraft auf die Partikeln resuspendiert werden, aber es gibt in einem Partikelfilter noch weitere Effekte, die die Kräfte auf die Partikelschicht verändern und zu Resuspensionen führen können.

Während der Lebensdauer eines Partikelfilters wird dieser regelmäßig regeneriert. Die Rußpartikeln werden oxidiert, dabei bricht die Partikelschicht auf und die zuvor geschlossene Partikelschicht wird in einzelne Fragmente geteilt [102]. Während der Regeneration und der Oxidation der reaktiven Partikeln ändern sich kontinuierlich die Kräfte, die auf diese Fragmente wirken und die Kontaktfläche zwischen dem Ruß und der DPF-Oberfläche verringern sich. Dadurch werden die Adhäsionskräfte zwischen den Partikeln und dem Filtermedium reduziert [103]. Die entstehenden Fragmente, die mit fortschreitender Regeneration schrumpfen, können sich teilweise dabei von der Filteroberfläche abziehen, wodurch die Adhäsionskräfte weiter verringert werden und die Wahrscheinlichkeit einer Resuspension von Strukturen steigt [103].

Erste Untersuchungen zu diesem Prozess wurden von Sappok et al. [102] durchgeführt. Bei diesen Untersuchungen wurde ein kleiner Ausschnitt eines DPFs während dessen Regeneration beobachtet. Dafür haben sie einen optischen Zugang zu einem der äußeren Einlasskanäle des DPFs gelegt und diesen mit einem Stereomikroskop visualisiert. Vor der Regeneration wurde der Filter mit Rußpartikeln beladen, damit eine geschlossene Partikelschicht vorlag. Im Laufe der Regeneration bricht diese auf und Partikelstrukturen entstehen. Schon kurz nach dem Schichtaufbruch wurde beobachtet, dass Partikelstrukturen in das kleine Sichtfeld der Kamera transportiert wurden und sich dort erneut abgeschieden haben. Teilweise wurden diese Strukturen anschließend wieder aus dem Sichtfeld stromabwärts in Richtung des Kanalstopfens transportiert. Wo die Partikelstrukturen resuspendieren und ob sie nach der erneuten Resuspension bis an das Kanalende transportiert wurden, konnte mit diesen Untersuchungen nicht geklärt werden. Jedoch zeigt diese Studie, dass der Transport von Partikelstrukturen während der Regeneration bei ausreichend hohen Strömungsgeschwindigkeiten des Gases stattfinden kann.

Wie bei diesem kurzen Überblick deutlich wird, sind experimentelle Studien, die den Transport von Partikelstrukturen in Partikelfiltern untersuchen selten und es konnte bisher noch nicht geklärt werden, wo die Partikelstrukturen resuspendiert und wohin diese transportiert werden. Eine in situ Beobachtung eines kompletten Einlasskanals ist hierbei noch nie durchgeführt worden. Diese Lücke in der aktuellen Forschung soll durch diese Arbeit geschlossen werden, indem der komplette Einlasskanal eines Partikelfilters mit hoher zeitlicher Auflösung beobachtet wird. Die dafür verwendeten experimentellen Versuchsmethoden und die Ergebnisse werden in den nachstehenden Kapiteln nun vorgestellt.

3 Experimentelle Versuchsmethoden

In diesem Kapitel werden die experimentellen Versuchsmethoden erläutert, die zur Beantwortung der Forschungsfrage verwendet werden:

- Was passiert in einem Partikelfilter während dessen Regeneration und den Umlagerungsvorgängen von reaktiven und inerten Partikelstrukturen?

Es beginnt mit der Beschreibung der Aerosolsynthese (Abschnitte 3.1) der inerten und reaktiven Partikeln sowie deren Charakterisierung. In Abschnitt 3.2 wird der verwendete und speziell für dieses Forschungsvorhaben konstruierte Modellfilterkanal (MFK) erläutert, bevor auf die Filtration/Schichtbildung (Abschnitt 3.3) eingegangen wird. Abschließend wird das Vorgehen bei den Experimenten zu den Umlagerungsvorgängen von Partikelstrukturen (Abschnitt 3.4) beschrieben, sowie die verfahrenstechnischen Parameter definiert.

3.1 Aerosolsynthese

Das Ziel der Aerosolsynthese ist die kontrollierte und separate Bildung von Asche- und Rußpartikeln unabhängig von einem Verbrennungsmotor. Aschepartikeln und Glaskugeln werden dabei jeweils als inertes und Rußpartikeln als reaktives Partikelsystem verwendet. Die Glaskugeln dienen als Ascheersatzsystem, da sie über den Vorteil eines vollständig inerten Partikelsystems⁵ ohne organische Bestandteile verfügen, nicht erzeugt werden müssen und in definierten Größen erworben werden können. Im Folgenden werden die Synthesemethoden der Asche- und Rußpartikeln, sowie die Charakterisierung der Glaskugeln vorgestellt. Aufgrund der komplexen Aschepartikelsynthese und dem Einfluss der Betriebsparameter auf die generierten Partikeln wird deren Charakterisierung im Ergebniskapitel 4.1 separat beschrieben.

⁵ Eine inerte Komponente bedeutet in dieser Forschungsarbeit, dass keine reaktiven Bestandteile vorhanden sind. Eine reaktive Komponente erfährt einen Massenverlust durch Oxidation beim Erreichen einer Grenztemperatur.

3.1.1 Synthese der Aschepartikeln

Die inerten Partikeln - Aschepartikeln - wurden durch die Zerstäubung von Motoröl und einer anschließenden thermischen Umsetzung generiert. In Abb. 3.1 ist der experimentelle Versuchsaufbau der Synthese der Aschepartikeln und die Methoden für die Charakterisierung der generierten Öltröpfen und Aschepartikeln dargestellt.

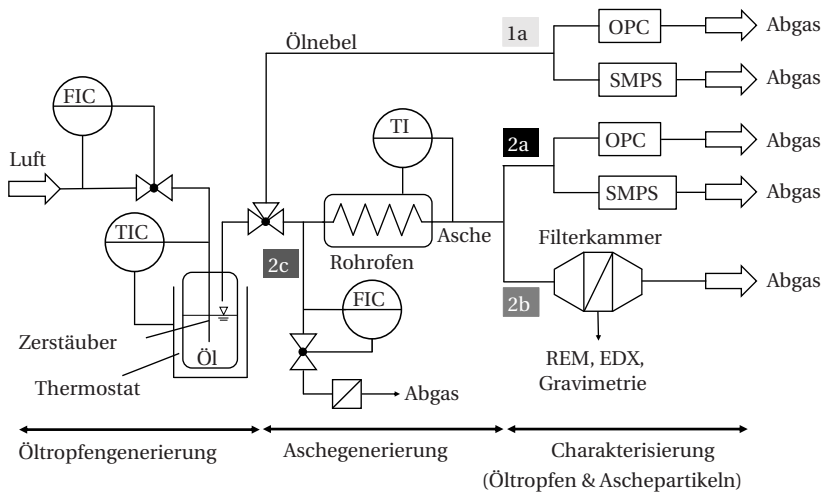


Abbildung 3.1: Schematischer Versuchsaufbau der Öltröpfen- und Aschepartikelsynthese sowie deren Charakterisierung. (1a) Messung der Partikelgrößenverteilung von Öltröpfen mit OPC und SMPS, (2a) Messung der Partikelgrößenverteilung von Aschepartikeln mit OPC- und SMPS, oder (2b) Gravimetrie, REM-Aufnahmen und EDX-Analysen und (2c) Exzessaerosolstrom nach [4].

Vor der Zerstäubung des Motoröls wurde dieses mithilfe eines Thermostats (Julabo F12, JULABO GmbH) auf eine definierte Temperatur ($T_{\text{Öl}} = 15\text{ °C} \dots 30\text{ °C}$) konditioniert. Die Zerstäubung selbst erfolgte mit einer Zweistoffdüse (pneumatische Zerstäuberdüse [126]) und partikelfreier Luft. Die Zweistoffdüse ist aus zwei Rohren - einem Gasrohr und einem Flüssigkeitsrohr - aufgebaut. Eine schematische Skizze dazu findet sich im Anhang, Abb. A.1. Der dynamische Druck des einströmenden Gases führt zur Zerstäubung der Flüssigkeit und einem resultierenden Ölnebel. Je geringer der Durchmesser der Düsenöffnung ist, desto wirkungsvoller ist die Zerstäubung, desto feiner ist also das entstandene Aerosol [126]. Der Volumenstrom durch die Zweistoffdüse wurde mit einem Massendurchflussmesser (englisch: *Mass Flow Controller* MFC; Brooks Instrument GmbH) geregelt.

Der entstandene Ölnebel wurde stromabwärts in einen Rohofen (Nabertherm B180, Nabertherm GmbH) mit einer Betriebstemperatur von $T_{\text{Ofen}} = 1200\text{ °C}$ zur thermischen Umsetzung

geleitet. Die Gastemperatur hinter dem Rohrofen wurde kontinuierlich mit einem Thermoelement Typ K gemessen und definiert bei welcher Temperatur die Öltropfen zu Aschepartikeln umgesetzt wurden. Die Aerosolaustrittstemperatur des Rohrofens ist abhängig vom anliegenden Volumenstrom, der durch das erhitzte Quarzglasrohr (Innendurchmesser $d_i = 20$ mm, Länge $L = 0,75$ m) strömt und von der gewählten Temperatur des Rohrofens, welche ebenfalls für die Experimente konstant bleibt. Mit steigendem Volumenstrom fällt jene Aerosoltemperatur ab, da aufgrund der Expansion des Gases dieses schneller durch das konstante Volumen des Rohrofens strömt und sich daraus resultierend unter Beachtung der Kontinuitätsgleichung die Verweilzeit des Gases im Ofen reduziert. Bei einer Ofenbetriebstemperatur von $T_{\text{Ofen}} = 1200$ °C und einem Düsenvolumenstrom, der dem Ölnebelstrom entspricht, von $\dot{V}_{\text{Düse}} = 5$ Lmin⁻¹ sowie einer abgeschätzten Verweilzeit von $\tau \approx 2$ s betrug die Gastemperatur am Ofenausgang $T_{\text{Gas}} = 910$ °C.

Für die Einflussanalyse der beiden verfahrenstechnischen Betriebsparameter - Öltemperatur und Düsenvolumenstrom - auf die generierten Aschepartikeln wurden drei Motoröle mit unterschiedlichen Sulfatasgegehalten (SAG = 0,7 %, 2,6 %, 4,5 %) untersucht. Die Motoröle bestehen aus dem identischen Basisöl und unterscheiden sich durch die hinzugefügten chemischen Elemente, die zu variierten SAGs führen. Zur Erhöhung des SAGs der Motoröle wurden Calciumverbindungen als Additive hinzugefügt. Die chemische Zusammensetzung der Motoröle und deren physikalische Kenngrößen sind in Tabelle 3.1 aufgelistet.

Tabelle 3.1: Chemische Zusammensetzung und physikalische Kennwerte der verwendeten Motoröle für die Aschesynthese.

Öl	A	B	C
SAE-Klasse	0W-12	0W-12	0W-12
Dichte (T = 15 °C) / kgm ⁻³	860	860	880
Kin. Viskosität (T = 40 °C) / mm ² s ⁻¹	26,37	27,19	30,70
Kin. Viskosität (T = 100 °C) / mm ² s ⁻¹	5,47	5,64	6,29
Fließgrenze / °C	-39	-45	-45
Elemente			
Calcium / ppm	2167	8360	14400
Magnesium / ppm	15	63	102
Zink / ppm	< 5	< 5	< 5
Phosphat / ppm	674	662	656
Molybdän / ppm	164	165	156
Bor / ppm	214	211	190
Natrium / ppm	< 25	< 25	< 25
Chlor / ppm	10	< 10	11
Schwefel / wt%	1529	2089	2544
SAG / %	0,73	2,64	4,51

Für die Charakterisierung der Öltröpfen (Abb. 3.1, 1a) und der Aschepartikeln (Abb. 3.1, 2a) wurde die Partikelgrößenverteilung zum einen durch ein Scanning Mobility Particle Sizer (SMPS) für die submikrone Partikelgrößenfraktion (feine Fraktion) und zum anderen mit einem optischen Partikelzähler (englisch: *Optical Particle Counter*, OPC) für die grobe Partikelgrößenfraktion (grobe Fraktion) gemessen. Vor den Messungen wurden die Aerosole auf Umgebungstemperatur abgekühlt.

Die SMPS-Messungen wurden mit zwei SMPS-Messsystemen umgesetzt. Für die Messung der Öltröpfenverteilung wurde ein SMPS-Messsystem mit einem ^{85}Kr -Neutralisator, einem differentiellen Mobilitätsanalysator (englisch: *Differential Mobility Analyser*, DMA; Modell Vienna Long, Hauke) und einem Kondensationspartikelzähler (englisch: *Condensation Particle Counter*, CPC; Model 3756, TSI GmbH) verwendet.

Das SMPS-Messsystem kombiniert die Messung der elektrischen Mobilität mit der Einzelpartikelzählung, um die Konzentration von Nanopartikeln in 64 diskreten Größenkanälen zu bestimmen. Der Messbereich des SMPS liegt zwischen $d = 0,02 \mu\text{m} \dots 1,0 \mu\text{m}$ und die Scanzeit beträgt $t_{\text{scan}} = 180 \text{ s}$. Die Partikelgrößenverteilung der Aschepartikeln wurde mit einem SMPS 3936 gemessen, das aus einer Röntgenquelle, einem DMA 3082 sowie CPC 3756 aufgebaut ist (TSI GmbH). Nanopartikeln mit einem Durchmesser $d_p \leq 20 \text{ nm}$ wurden bei der Aschecharakterisierung nicht untersucht.

Die grobe Partikelgrößenfraktion wurde mit einem OPC Promo 2000 HP von PALAS GmbH in dem Partikelgrößenbereich von $d = 0,2 \mu\text{m} - 10 \mu\text{m}$ untersucht. Das Messprinzip basiert auf der Messung der Streulichtintensität, die ein Partikel bei der Durchströmung des beleuchteten Messvolumens abgibt. Auch bei diesem Messgerät wurde eine diskrete Auflösung von 64 Größenkanälen verwendet.

Für die optische und gravimetrische Analyse wurden die Aschepartikeln auf einem Glasfaserfiltermedium (MN 85/90BF, MACHERY-NAGEL GmbH and Co. KG) abgeschieden. Die Aufnahmen eines Rasterelektronenmikroskops (REM) wurden verwendet um sowohl die Form als auch die Oberfläche der Aschepartikeln zu untersuchen. Der Massenstrom wurde mithilfe definierter Beladungszeiten eines Filtermediums durch gravimetrische Messungen charakterisiert. Für die Analyse der elementaren Zusammensetzung der Aschepartikeln wurde eine energiedispersive Röntgenspektroskopie (englisch: *Energy Dispersive X-Ray Spectroscopy*, EDX) durchgeführt.

Zur Einflussanalyse der verfahrenstechnischen Betriebsparameter auf die generierten Aschepartikeln, die unabhängig von der Variierung des SAGs sind, wurde

- die Öltemperatur und
- der Düsenvolumenstrom

während der Zerstäubung des Motoröls variiert. Diese beiden Parameter beeinflussen die Zerstäubung des Motoröls und schlussfolgernd auch die synthetisierten Aschepartikeln, wodurch die Partikelgrößendichteverteilung der Aschepartikeln und somit auch deren Durchmesser verändert werden kann. Eine Variation dieser Prozessparameter stellt dabei eine einfache Methode dar. Die Öltemperatur wurde zwischen $T_{\text{Öl}} = 15^\circ\text{C} \dots 30^\circ\text{C}$ und der Düsenvolumenstrom $\dot{V}_{\text{Düse}}$

= 4 Lmin⁻¹ ... 7 Lmin⁻¹ variiert. Die Öltemperatur wurde so ausgewählt, dass der Ölnebelmassenstrom in dem verwendeten Rohröfen thermisch noch umgesetzt wurde und nur ein geringer Anteil an organischen Bestandteilen (siehe Kapitel 4.1) verblieb.

Für die Variation des Düsenvolumenstroms wurde vor dem Ofen ein Teil des Ölnebels mit einer Pumpe abgezogen (siehe Abb. 3.1, 2c), um eine Verringerung der Verweilzeit sowie der Umsetzungstemperatur aufgrund des höheren Volumenstroms im Ofen zu vermeiden. Durch dieses Vorgehen wurde die Verweilzeit im Rohröfen für die thermische Umsetzung konstant auf ca. $\tau \approx 2$ s gehalten und es konnte allein der Einfluss des Düsenvolumenstroms untersucht werden. Tabelle 3.2 gibt einen Überblick über die untersuchten Bereiche des Sulfataschegehalts, der Öltemperatur und des Düsenvolumenstroms.

Tabelle 3.2: Untersuchte Permutationen der Prozessparameter für die Experimente zur Aschesynthese.

Nr.	Sulfataschegehalt SAG	Öltemperatur $T_{\text{Öl}}$	Düsenvolumenstrom $\dot{V}_{\text{Düse}}$
1	0,7	15 °C	5 Lmin ⁻¹
2	2,6	15 °C	5 Lmin ⁻¹
3	4,5	15 °C	5 Lmin ⁻¹
4	4,5	15 °C	5 Lmin ⁻¹
5	4,5	20 °C	5 Lmin ⁻¹
6	4,5	30 °C	5 Lmin ⁻¹
7	4,5	15 °C	5 L min⁻¹
8	4,5	15 °C	6 L min⁻¹
9	4,5	15 °C	7 L min⁻¹

Aus den Ergebnissen der Aschecharakterisierung wurde ein Betriebspunkt für die weiteren Untersuchungen der Filtration sowie der Umlagerungsvorgänge im Modellfilterkanal festgelegt. Für diesen Betriebspunkt wurden zusätzliche Analysen der elementaren Zusammensetzung mittels optischer Emissionsspektrometrie mit induktiv gekoppeltem Plasma (englisch: *Inductively Coupled Plasma - Optical Emission Spectrometry*, ICP-OES) und eine thermogravimetrische Analyse (TGA) durchgeführt, die in Kapitel 4.1.3 vorgestellt werden. Bei der ICP-OES Analytik wird die Probenlösung, in dem das feste Probenmaterial gelöst ist, zerstäubt und in ein induktiv gekoppeltes Plasma, größtenteils ein Argonplasma, eingebracht, wo eine Temperatur zwischen 8000 K ... 10000 K vorliegt. Die in der Lösung enthaltenen Elemente werden bei diesen Temperaturen atomisiert und zu einer Lichtemission angeregt. Über ein optisches Gitter wird das emittierte Licht in die elementspezifischen Wellenlängen aufgespalten und die Lichtintensität mittels Photomultipliern detektiert [113].

3.1.2 Synthese der Rußpartikeln

Die reaktiven Partikeln - Rußpartikeln - wurden mit einem kommerziellen Rußgenerator (miniCAST 6204C, Jing Ltd.) hergestellt. Der Betriebspunkt wurde über die Propan-, Sauerstoff- sowie Stickstoffvolumenströme eingestellt. Das Prinzip der Rußerzeugung basiert auf der unvollständigen Verbrennung von Propangas mit Luft in einer Diffusionsflamme. Das Propangas (Brennstoff) wird zusammen mit Luft (Oxidationsmittel) und Stickstoffgas (Löschgas) in die Brennkammer geleitet, so dass das Propangas mit dem Sauerstoff der Luft verbrennen kann. Das entstehende Aerosol wird mit Stickstoffgas gelöscht, um eine weitere Verbrennung zu stoppen und die Rußpartikeln zu stabilisieren. Das Löschen mit dem Stickstoffgas führt bei Umgebungsbedingungen zu Kondensation von Wassertropfen im Aerosolstrom.

Mittels Rußcharakterisierung bei verschiedenen Kohlenstoff-Sauerstoff-Verhältnissen⁶ (C:O) wurde ein Betriebspunkt festgelegt, bei welchem der größtmögliche Massenstrom von $\dot{m}_{\text{Ruß}} = 40 \text{ mg h}^{-1}$ erzeugt werden kann.

3.1.3 Ascheersatzsystem - Glaskugeln

Um die Beladungszeit des Filterkanals zu verkürzen und ein völlig inertes Partikelsystem ohne reaktive Anteile zu verwenden, wurden Glaskugeln "5000 CP00 Spheriglass" (Potters Industries LLC) als Ascheersatzsystem eingesetzt.

Die Glaskugeldispersierung erfolgte mit einem Staubdispersierer SAG 410U (Topas GmbH). Die verwendeten Betriebsparameter des Staubdispersierers sind im Anhang A.1.3, Tabelle A.1 aufgelistet. Um die Partikelgrößenverteilung im Größenbereich von $d_p = 0,03 \mu\text{m} \dots 10 \mu\text{m}$ zu erfassen⁷, wurde die in Kapitel 3.1.1 beschriebenen OPC und SMPS Messsysteme verwendet. Die anzahlbasierte Partikelkonzentration sowie eine REM-Aufnahme der Glaskugeln ist in Abb. 3.2 dargestellt.

Die anzahlbasierte Partikelkonzentration der Glaskugeln, die auf den Logarithmus der Intervallbreite des Partikeldurchmessers bezogen ist, ist im Vergleich zu den Rußpartikeln breit verteilt und der Modalwert liegt bei $d_{\text{mod}} = 0,25 \mu\text{m}$. Dies ist mit dem primären Partikelgrößenbereich von Aschepartikeln [64] vergleichbar, weicht jedoch von den Herstellerangaben, die einen Größenbereich von $d_p = 4 \mu\text{m} \dots 20 \mu\text{m}$ angeben, ab. Der große Anteil an feinen Partikeln kann auf Verunreinigungen der verwendeten Glaskugeln, wie sie auf der REM-Aufnahme in Abb. 3.2 zu erkennen sind, zurückgeführt werden. Die feinen Partikeln können die Adhäsionskräfte in der Partikelschicht beeinflussen, was wiederum die Resuspension der Agglomerate beeinflusst.

⁶ Der Einfluss des C:O-Verhältnisses der Einstellungen des Rußgenerators sind im Anhang in Kapitel A.1.2 sowie in verschiedenen Literaturquellen wie z.B. Mamakos et al. [85], Moore et al. [90] und Zöllner und Brueggemann [137] dargestellt.

⁷ Größenbereich in Abb. 3.2 der beiden Messsysteme. SMPS: $d = 0,03 \mu\text{m} \dots 0,8 \mu\text{m}$; OPC: $d = 0,8 \mu\text{m} \dots 10 \mu\text{m}$

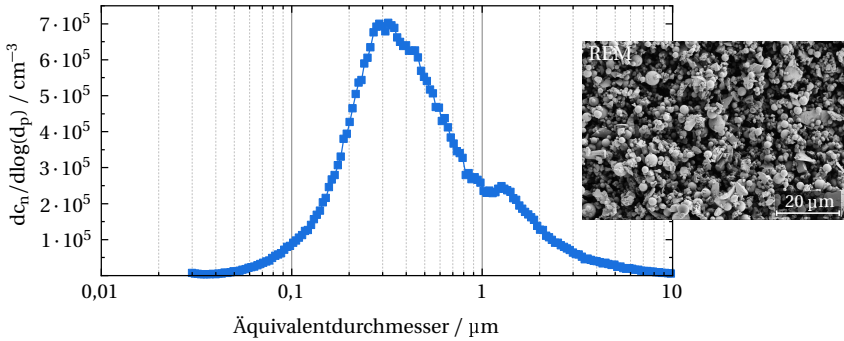


Abbildung 3.2: Anzahlbasierte Partikelgrößenverteilung gemessen mit SMPS- ($d = 0,03 \mu\text{m} \dots 0,8 \mu\text{m}$) und OPC-Messsystemen ($d = 0,8 \mu\text{m} \dots 10 \mu\text{m}$) und REM-Aufnahme der Glaskugeln "5000 CP00 Spherglass" nach [2].

3.2 Modellfilterkanal

Um die Umlagerungsvorgänge von Partikelstrukturen über die gesamte Kanallänge eines einzelnen Kanals eines Wandstromfilters in situ und mit hoher zeitlicher Auflösung abbilden und die Vorgänge während der Regeneration des Filters beobachten zu können, wurde ein Modellfilterkanal (MFK) aus Hochtemperaturredelstahl konstruiert. Dieser besteht aus einem einzelnen Ein- und Auslasskanal eines Wandstromfilters, die wechselseitig verschlossen sind.

Dadurch, dass der Einlasskanal nach oben durch eine Quarzglasscheibe und nicht durch das typische Filtermaterial verschlossen ist, kann die gesamte Länge des Einlasskanals eingesehen werden. Dies ermöglicht die in situ Beobachtung der Schichtbildung und der Umlagerungsvorgänge von reaktiven und inerten Partikelstrukturen sowie Mischungen aus diesen.

Der Modellfilterkanal ist aus drei Schichten aufgebaut - dem Auslasskanal, dem Einlasskanal sowie dem Niederhalter. Zwischen dem Ein- und Auslasskanal wird ein Sintermetallfilter eingebaut. Das Bauteil des Auslasskanals kann für die Experimente der Umlagerungsvorgänge von Partikelstrukturen mit Filterregeneration auf eine Heizplatte montiert werden. Das Konzept sowie zwei Schnittansichten durch den Kanal sind in Abb. 3.3 dargestellt.

Das Aerosol (bei der Filtration/Schichtbildung) bzw. die partikelfreie Luft (bei den Umlagerungsexperimenten) strömt in den Einlasskanal ein, wobei sich der Einlass von einem kreisförmigen Profil mit Durchmesser $d = 3 \text{ mm}$ auf eine quadratische Fläche mit Kantenlänge $a = 3 \text{ mm}$ vergrößert. Dadurch werden Wirbelbildungen im Eingangsbereich des Modellfilterkanals reduziert und eine homogenere Strömung im Filterkanal erzielt. Der MFK ist aus Hochtemperaturredelstahl 1.4841 gefertigt, wodurch der Kanal auf Temperaturen über $T = 600 \text{ }^\circ\text{C}$ erhitzt werden kann. Die Seitenwände und der Stopfen des Ein- und Auslasskanals werden nicht durchströmt. Die einzige durchströmte Ebene des MFKs bildet der Sintermetallfilter, der zwischen den Hälften des Ein- und Auslasskanal eingesetzt wird. Um die notwendige Dichtigkeit zwischen den beiden

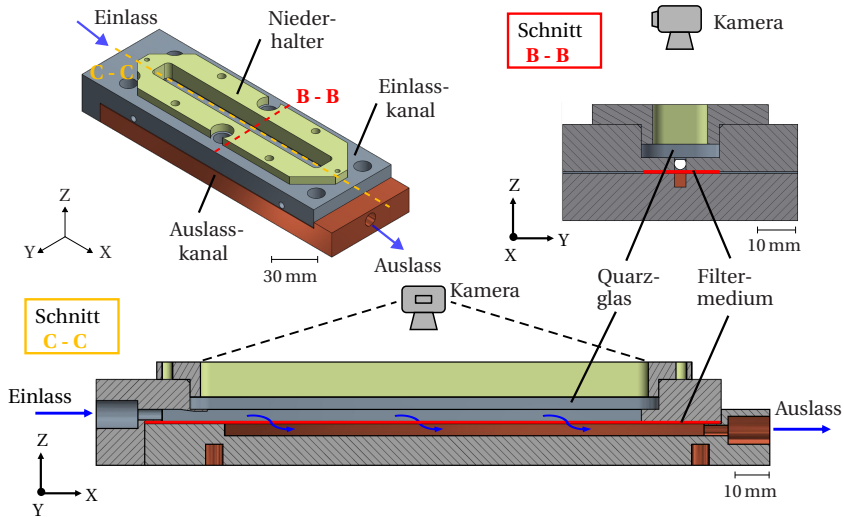


Abbildung 3.3: CAD-Zeichnung und schematische Schnitte durch den für dieses Forschungsprojekt speziell konstruierten Modellfilterkanal.

Modellhälften, sowie einen Formschluss mit dem eingelegten Filtermaterial zu erhalten, wurden die Komponenten mit Hochtemperaturschrauben verspannt. Dadurch findet ausschließlich in der Ebene des Sintermetallfilters die Filtration der reaktiven und inerten Partikeln statt, da das Aerosol gezwungen ist ebendiesen Filter zu durchströmen, um den MFK durch den Auslasskanal zu verlassen.

Der Vorgang der Filtration wird mit einer Hochgeschwindigkeitskamera (CP90-25P-M72, Optronis GmbH) senkrecht zum MFK durch das Quarzglas beobachtet. Als Lichtquellen dienen zwei LED-Panels (GSVitec, MultiLed G8, QT+G8) mit jeweils 12 LED pro Panel, einem Lichtstrom von $\phi = 12000 \text{ lm}$ und einer Leistung $P = 150 \text{ W}$. Die verwendeten Einstellungen der Hochgeschwindigkeitskamera sind in Tabelle 3.3 aufgelistet.

Tabelle 3.3: Betriebsparameter der Hochgeschwindigkeitskamera CP90-25P-M72 von Optronis GmbH.

Parameter	Wert
Belichtungszeit	1/100000 s
Objektiv	Zeiss Makro
Bildformat	5120 px x 200 px
Bildrate Regeneration	100 fps
Bildrate Transport	1000 fps

Der verwendete Sintermetallfilter ist ein Filtermaterial, das in herkömmlichen Partikelfiltern eingesetzt wird und besteht aus hochwärmfestem Chrom-Nickelstahl mit einem Abscheidegrad $> 99\%$ im Größenbereich der Anzahlkonzentration von $d_p = 20 \text{ nm} \dots 300 \text{ nm}$ [59]. Das Filtermaterial hat eine Porosität $\epsilon = 0,5$, eine mittleren Porengröße $d_{\text{pore}} = 8 \dots 12 \mu\text{m}$ und einen mittleren Initialdruckverlust von $\Delta p = 58 \text{ mbar}$ bei einer Strömungsgeschwindigkeit von $v = 13,1 \text{ m s}^{-1}$ am Kanaleinlass und einer Temperatur von $T = 22 \text{ }^\circ\text{C}$. Die Permeabilität wurde simulativ für ein Zweikanalmodell nach Hafen et al. [1] mit einem Wert von $K = 4,3 \times 10^{-12} \text{ m}^2$ bestimmt. Die Verwendung eines keramischen Filtermaterials aus z.B. Siliziumcarbid oder Codierit war aufgrund des Verspannens zwischen Ein- und Auslasskanal nicht möglich. Daher wurde in allen Experimenten auf das Filtermedium aus Sintermetall zurückgegriffen, so dass hier für alle Experimente ein gleichbleibender Einfluss gewährleistet ist und allein die verfahrenstechnischen Prozessparameter variiert wurden.

3.3 Filtration - Schichtbildung

Vor der in situ Beobachtung der Umlagerungsvorgänge von Partikelstrukturen im Modellfilterkanal wird eine Partikelschicht durch Filtration im Einlasskanal des MFKs hergestellt. Das Ziel ist eine homogene Partikelschicht aus den in Kapitel 3.1 vorgestellten Partikelsystemen, die wiederholbar produziert werden kann, herzustellen, um anschließend die Umlagerungsvorgänge von Partikelstrukturen im MFK untersuchen zu können. Die Experimente wurden für eine Variation an Partikelschichten aus reaktiven und inerten Partikeln durchgeführt. Der Versuchsaufbau für die Schichtbildung im MFK ist in Abb. 3.4 dargestellt.

Für die Filtration der reinen Aerosole (Asche- oder Rußpartikeln) wurde das gesamte generierte bzw. dispergierte Aerosol mit einer definierten Geschwindigkeit in den MFK geleitet. Um die Geschwindigkeit für alle Partikelsysteme konstant zu halten, wurde dem Rußaerosol $\dot{V}_{\text{Rußaerosol}}$, aber auch dem Ascheaerosol $\dot{V}_{\text{Ascheaerosol}}$, wie sie aus den jeweiligen Generatoren kommen, ein Teil an partikelfreier Luft \dot{V}_{Luft} vor dem Filterkanal hinzugefügt.

$$\tilde{V}_{\text{Rußaerosol}} = \dot{V}_{\text{Rußaerosol}} + \dot{V}_{\text{Luft}} \quad (3.1)$$

$$\tilde{V}_{\text{Ascheaerosol}} = \dot{V}_{\text{Ascheaerosol}} + \dot{V}_{\text{Luft}} \quad (3.2)$$

Für das Glaskugelaerosol $\tilde{V}_{\text{Glaskugelaerosol}}$, welches für die Filtration in den MFK geleitet wird, wurde die Geschwindigkeit verringert, in dem ein Teil des Aerosolstroms der Glaskugeln $\dot{V}_{\text{Glaskugelaerosol}}$ vor dem Filterkanal abgezogen wurde, wobei gilt:

$$\tilde{V}_{\text{Glaskugelaerosol}} = \dot{V}_{\text{Glaskugelaerosol}} - \dot{V}_{\text{Exzess}} \quad (3.3)$$

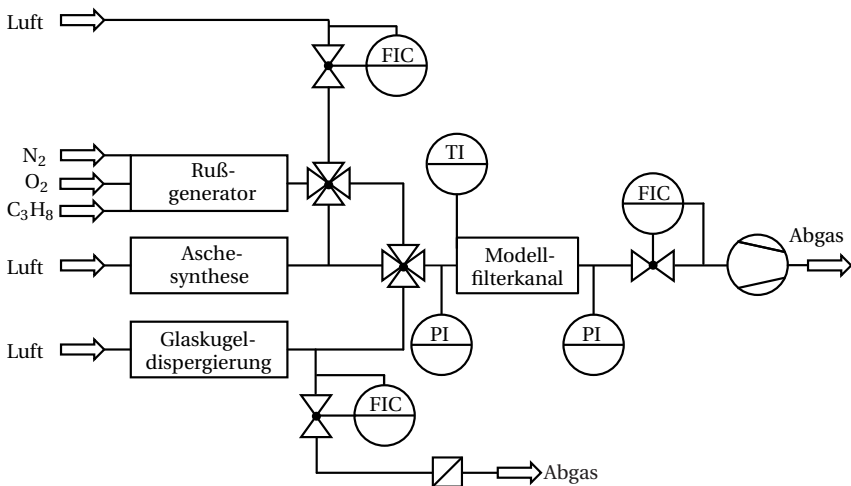


Abbildung 3.4: Versuchsaufbau für die Schichtbildung im MFK durch Filtration. Verwendung der Synthesemethoden und Partikelsysteme aus den Kapiteln 3.1.1 und 3.1.2. Der Aufbau der Aschesynthese ist in Abb. 3.1 zu finden.

Für die Partikelschichten aus reaktiven und inerten Partikeln wurde das reaktive und inerte Aerosol vor dem MFK gemischt, so dass dieses gemeinsam filtriert wird. Für die verschiedenen massenbasierten reaktiv-inert Verhältnisse wie auch für eine konstante Aerosolgeschwindigkeit durch den MFK wurden, wie bei den reinen Partikelsystemen aus einer Komponente, diese durch Abzug eines Teilstromes des reaktiven bzw. inerten Aerosols oder der Zuführung von partikelfreier Luft eingestellt. Die eingestellten Werte wurden so angepasst, dass die Aerosolgeschwindigkeit im MFK für die verschiedenen Partikelschichten konstant auf $v_{\text{Aerosol}} = 13,1 \text{ m s}^{-1}$ festgelegt wurde. Für diese Aerosolgeschwindigkeit zeigten Voruntersuchungen, dass bei allen drei Partikelsystemen (Aschepartikeln, Rußpartikeln und Glaskugeln) sowie den Mischsystemen (Mischung aus reaktiven und inerten Partikeln) keine Kanalverfüllung entsteht, sondern die Partikeln als Schicht auf dem Sintermetallfilter abgeschieden werden. Die erzeugten Schichtdicken der unterschiedlichen Partikelschichten sind in Kapitel 5 dargestellt. Die gewählte Aerosolgeschwindigkeit befindet sich in einem Geschwindigkeitsbereich zwischen $v = 10 \text{ m s}^{-1} \dots 80 \text{ m s}^{-1}$, die in der Literatur für die Durchströmung von Partikelfiltern angegeben wird [35].

Für die Untersuchungen der generierten Partikelschicht wurden Höhenmessungen mittels Laserrastermikroskops (englisch: *Laser Scanning Microscope, LSM*) durchgeführt. Dafür wurde die Partikelschicht an drei Stellen des Filtermediums entlang der Kanallänge - $X = 15 \text{ mm}$, $X = 62,5 \text{ mm}$ und $X = 110 \text{ mm}$ - mit einem scharfen Messer geteilt, die Partikeln weggeschoben, dass die entstandene Schnittkante unter dem LSM analysiert und die Schichtdicke gemessen

werden kann. Eine schematische Darstellung, wo die Messstellen der Schichtdicke auf dem Filtermedium waren, sind in Abb. 3.5 dargestellt. Die Messstellen sind für alle Partikelschichten identisch.

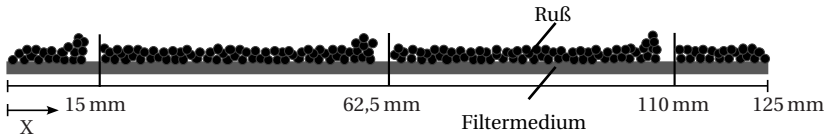


Abbildung 3.5: Schematische Darstellung der Probenvorbereitung für die Schichtdickenmessung mittels LSM. Die Partikeln wurden im MFK auf einem Sintermetallfilter abgeschieden.

Die Partikelschichten sind aus reaktiven und/oder inerten Partikeln aufgebaut, die in dieser Forschungsarbeit mithilfe des Reaktiv-Inert-Verhältnisses (RI-Verhältnis) definiert werden. Dabei ist der erste Wert immer der prozentuale, massenbasierte Anteil an Rußpartikeln, welche auf dem Filtermedium abgeschieden sind und vice versa für die Aschepartikeln. Die Untersuchungen wurden für die folgenden Partikelschichten, die massenbasiert auf dem Sintermetallfilter abgeschieden wurden, durchgeführt:

- 100 % reaktiv (RI = 100/0)
- 75 % reaktiv, 25 % inert (RI = 75/25)
- 50 % reaktiv, 50 % inert (RI = 50/50)
- 100 % inert (RI = 0/100)
- alternierende Filtration: inert - reaktiv/inert

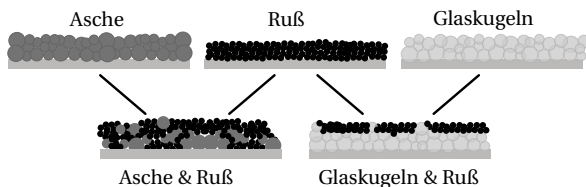


Abbildung 3.6: Generierte Partikelschichten auf Sintermetallfilter im MFK für die Untersuchungen der Umlagerungsvorgänge von Partikelstrukturen.

Es wurden rein inerte und reaktive Schichten, sowie Mischschichten aus reaktiven und inerten Partikeln hergestellt, die in Abb. 3.6 dargestellt sind. Zusätzlich wurde eine abwechselnde Filtration - eine Schicht aus Glaskugeln woraufhin eine Schicht aus einem reaktiv-inerten Aerosol folgt

- im MFK hergestellt, um ein Filtermedium zu simulieren, das schon einige Regenerationszyklen in einem Abgastrakt vollzogen hat. Dieser Schichtaufbau wurde für die Umlagerungsvorgänge ohne die Regeneration des MFKs verwendet. Die filtrierte Partikelmassen der verschiedenen Experimente werden im Ergebnisteil explizit angegeben. Die Partikelschichten wurden für alle Untersuchungen bei Umgebungstemperatur gebildet.

3.4 Umlagerungsvorgänge

Zu den Umlagerungsvorgängen gehören die Prozesse des Schichtaufbruchs, der Resuspension und des Transports von Partikelstrukturen, wobei Umlagerungsvorgänge auch ohne den vorgelegten Schichtaufbruch stattfinden können. Um zu evaluieren, welchen Einfluss der Schichtaufbruch auf die Resuspension und den Transport von Partikelstrukturen hat, werden Experimente mit und ohne die Regeneration des MFKs durchgeführt. Vor den Experimenten zu den Umlagerungsvorgängen von Partikelstrukturen wurde eine Partikelschicht mit unterschiedlichen Zusammensetzungen aus reaktiven und inerten Partikeln im MFK, wie im vorigen Kapitel 3.3 beschrieben, aufgebaut. Der folgende Abschnitt ist eingeteilt in die Umlagerungsvorgänge mit Filterregeneration (Kapitel 3.4.1) und ohne Filterregeneration (Kapitel 3.4.2).

3.4.1 Umlagerungsvorgänge von Partikelstrukturen ohne Filterregeneration - Resuspension und Transport

Die Experimente der Umlagerungsvorgänge von Partikelstrukturen ohne Filterregeneration sind dadurch klassifiziert, dass keine Regeneration des Filters während der Beobachtung der Resuspension und des Transports von Partikelstrukturen durchgeführt wurde. Bei diesen Experimenten wurde der MFK nach der Filtration mit partikelfreier Luft bei Umgebungstemperatur von $T_{\text{Umg}} \approx 22 \text{ °C}$ durchströmt. Dies hatte zur Folge, dass Resuspensionen von Partikelstrukturen aufgrund der Durchströmung des Filterkanals, und somit des Filtermaterials, erzwungen wurden. In diesem Fall wirken allein die von der Gasströmung induzierten Kräfte - die Widerstandskräfte und Lift-Kräfte - auf die Partikelschicht. Das Ziel dieser Untersuchungen war herauszufinden, ob Partikelstrukturen ohne die Regeneration des Filters, also ohne die Oxidation der reaktiven Partikeln, resuspendiert werden. Im realen Betrieb in Fahrzeugen stellen diese Experimente die Zeit zwischen den Regenerationszyklen oder nach dem Starten des Motors dar, wenn sich eine Partikelschicht aus reaktiven und inerten Partikeln in den Einlasskanälen aufgebaut bzw. der Beginn der Regenerationsphase ist, in welcher die Temperatur für eine ausreichende Oxidationsrate des Rußes noch nicht erreicht ist. Aus diesem Grund wurden diese Untersuchungen mit den Partikelschichten bestehend aus Aschepartikeln, Rußpartikeln und anschließend einer

Mischschicht aus reaktiven und inerten Partikeln durchgeführt. In Abb. 3.7 ist der Versuchsaufbau für die Experimente der Umlagerungsvorgänge von Partikelstrukturen ohne Filterregeneration dargestellt.

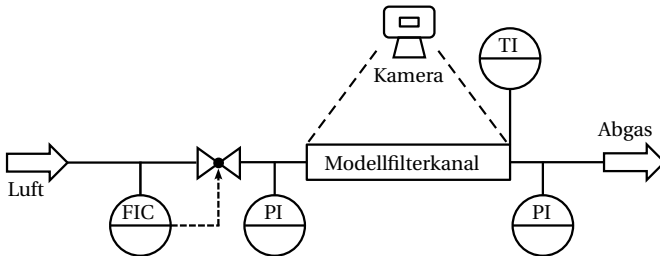


Abbildung 3.7: Versuchsaufbau der Umlagerungsvorgänge von Partikelstrukturen ohne Filterregeneration im MFK. Die Partikelschicht wurde mit dem in Abb. 3.4 gezeigten Versuchsaufbau hergestellt.

Die Regelung der Gasgeschwindigkeit durch den MFK wurde mit einem MFC kontrolliert. Bei der Einstellung der Geschwindigkeit steigt diese von Null bis zum Sollwert annähernd linear an. Dieser Vorgang dauert zwischen $t = 1 \text{ s} \dots 3 \text{ s}$, je nach eingestellter Gasgeschwindigkeit (Sollgeschwindigkeit). Abb. 3.8 zeigt die Geschwindigkeit des Gases über der Zeit t , vom Anfang der Beschleunigungsphase, Erreichen der Sollgeschwindigkeit bis zum Messende nach ungefähr 30 s.

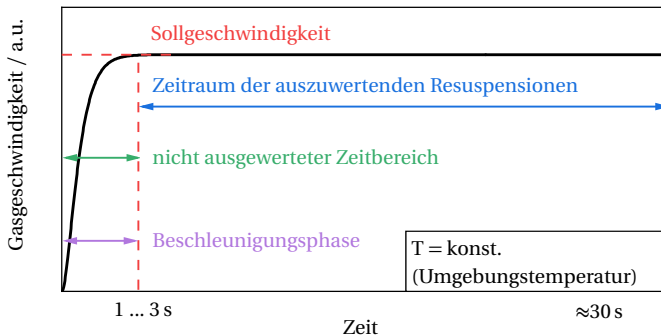


Abbildung 3.8: Verlauf der Gasgeschwindigkeit bis zum Erreichen der Sollgeschwindigkeit einer Regelung der Gasgeschwindigkeit mittels MFC nach [2].

Die Beschleunigungsphase ist hier mit der Ansprechzeit des MFCs gleichzusetzen. Da der Fokus in diesem Fall jedoch auf den Umlagerungsvorgängen aufgrund der Durchströmung des Filterkanals liegt, wird diese Ansprechzeit als Beschleunigungsphase des Gases durch den MFK definiert, bis in diesem eine konstante Gasgeschwindigkeit vorherrscht.

Ab dem Erreichen der Sollgeschwindigkeit, nach der Beschleunigungsphase, werden Umlagerungsvorgänge in dieser Forschungsarbeit evaluiert.

Die resuspendierten Partikelstrukturen wurden mithilfe der Hochgeschwindigkeitskamera im Einlasskanal verfolgt. Dafür wurde eine Bildrate von 1000 Hz verwendet. Die Strömungsgeschwindigkeit des Gases wurde für die Geschwindigkeit am Kanaleinlass bestimmt. Diese Geschwindigkeit nimmt aufgrund der Durchströmung des Filtermediums über die Kanallänge ab. Die Gasgeschwindigkeit wurde von Hafén et al. [48] für den verwendeten Modellfilterkanal simuliert. Im Allgemeinen kann eine lineare Abnahme der Gasgeschwindigkeit angenommen werden [78].

Schon während der Beschleunigungsphase des Gases können Partikelstrukturen resuspendiert werden, die für die Auswertungen in Kapitel 6.1 separat betrachtet werden.

Um jedoch allein den Einfluss der Gasgeschwindigkeit zu betrachten, wurde in einer weiteren Auswertung in Kapitel 6.1 nur die Resuspensionen der Partikelstrukturen betrachtet, wo die Sollgeschwindigkeit des Gases erreicht wurde, da ansonsten keine klare Zuordnung zwischen Gasgeschwindigkeit und Resuspensionsverhalten getroffen werden kann. In diesem Fall erfolgt die Auswertung der resuspendierten Partikelstrukturen erst ab dem Erreichen der Sollgeschwindigkeit.

3.4.2 Umlagerungsvorgänge von Partikelstrukturen mit Filterregeneration - Schichtaufbruch, Resuspension und Transport

Der Versuchsaufbau zur Untersuchung der Umlagerungsvorgänge von Partikelstrukturen mit Filterregeneration ist mit dem im vorigen Teilkapitel 3.4.1 gezeigten Aufbau vergleichbar. Der Unterschied besteht darin, dass der Modellfilterkanal mit heißer Luft durchströmt und zusätzlich von unten mit einer Heizplatte erhitzt wurde. In Abb. 3.9 ist der schematische Aufbau der Umlagerungsexperimente von Partikelstrukturen mit Filterregeneration dargestellt.

Partikelfreie Luft mit einer Sauerstoffkonzentration von $c_{O_2} = 21\%$ wurde mithilfe eines Rohrofens erhitzt und mit einer konstanten Strömungsgeschwindigkeit von $v_{Gas} = 60\text{ m s}^{-1}$ in den MFK geleitet, um nicht nur einzelne Umlagerungsvorgänge von Partikelstrukturen beobachten zu können. Um den Wärmeverlust zu reduzieren und den Filterkanal auf eine ausreichende Temperatur für die Regeneration zu erwärmen, wurde dieser mit der Heizplatte beheizt. Zu Beginn des Experiments hatte der Modellfilterkanal Umgebungstemperatur und wurde innerhalb von $t_{Reg} = 20\text{ min}$ auf eine Temperatur von $T = 500\text{ °C}$ erhitzt. Im Einlasskanal des MFK wurde am

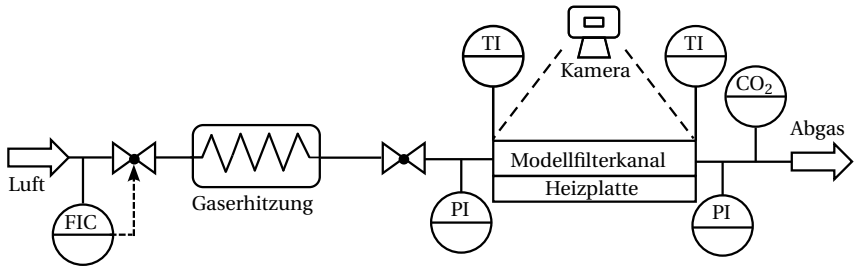


Abbildung 3.9: Versuchsaufbau der Umlagerungsvorgänge von Partikelstrukturen mit Filterregeneration im MFK. Die Partikelschicht wurde mit dem in Abb. 3.4 gezeigten Versuchsaufbau hergestellt nach [5].

Kanaleingang $X = 8$ mm und am Kanalende $X = 123$ mm, im sichtbaren Bereich des MFKs, jeweils die Temperatur mit einem Thermoelement Typ K gemessen (siehe Abb. 3.9).

Abb. 3.10 zeigt die Temperaturverläufe der Temperaturmessung am Kanal Anfang und Kanalende sowie deren Temperaturdifferenz für ein Regenerationsexperiment mit einer Regenerationstemporendtemperatur von $T_{\text{Reg}} = 570$ °C.

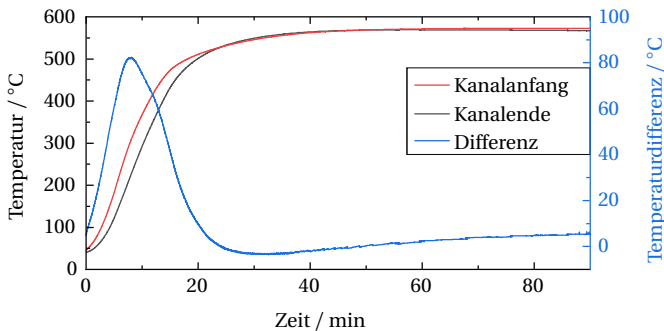


Abbildung 3.10: Beispielhafte Temperaturverläufe am Kanal Anfang und Kanalende im MFK während eines Regenerationsexperimentes mit einer Endtemperatur von $T_{\text{Reg}} = 570$ °C und einer Rußpartikelschicht. Messung erfolgte mit Thermoelementen des Typs K. Der MFK wurde mit Luft mit einer Geschwindigkeit $v_{\text{Gas}} = 60$ m s⁻¹ durchströmt nach [5].

Die größten Temperaturdifferenzen zwischen Kanal Anfang und Kanalende ergaben sich in der Aufheizphase des MFKs in den ersten $t_{\text{Reg}} = 20$ min der Experimentierzeit. Anschließend erreichte der MFK eine annähernd konstante Temperatur und die maximale Temperaturdifferenz zwischen Kanal Anfang und -ende betrug $\Delta T = 6,0$ °C. In den Ergebnissen der Umlagerungsvorgängen von Partikelstrukturen mit der Regeneration des MFKs (Kapitel 6.2) wird aus diesem Grund nur die Temperatur am Kanal Anfang aufgetragen.

Zusätzlich wurde der Druckverlust über den MFK sowie die CO_2 -Konzentration während den Regenerationsexperimenten gemessen. Der Schichtaufbruch und die anschließenden Resuspensionen von Partikelstrukturen wurden durch den Einlasskanal mit einer Hochgeschwindigkeitskamera über die gesamte Kanallänge beobachtet. Die Regenerationen wurden mit einer minimalen Bildrate von 100 Hz aufgezeichnet, da in dieser Phase noch keine Resuspensionen von Partikelstrukturen stattfanden. Nach der Aufheizphase oder, falls die erste Resuspension visuell schon vor dem Ende der Aufheizphase beobachtet worden war, wurde die Bildrate auf 1000 Hz erhöht, um die Transportprozesse über die Kanallänge beobachten zu können. Die geringere Bildrate zu Beginn der Experimente wurde gewählt, um die generierte Datenmenge zu reduzieren.

Die während eines Regenerationsexperiments ablaufenden Vorgänge können in zwei Zeitskalen eingeteilt werden:

- die Prozessskala und
- die Transportskala.

Die Prozessskala beschreibt die gesamte Regenerationszeit, die in diesen Untersuchungen mindestens $t_{\text{Reg}} = 50$ min, abhängig von den gewählten Prozessparametern, betrug. Die Transportskala dauert im Vergleich dazu nur wenige Millisekunden. Diese Skala beschreibt die Transportprozesse der resuspendierten Partikelstrukturen durch den Modellfilterkanal. Dadurch ist eine Hochgeschwindigkeitskamera mit einer hohen zeitlichen sowie räumlichen Auflösung für diese Untersuchungen unabdingbar.

Für die Untersuchungen wurde das Reaktiv-Inert-Verhältnis RI der Partikelschicht, die Regenerationstemperatur T_{Reg} und die Schichtdicke h der Partikelschicht variiert. Die Gasgeschwindigkeit v_{Gas} wurde für die hier gezeigten Experimente konstant gehalten. In Tabelle 3.4 sind die variierten Parameterbereiche aufgelistet.

Die gewählte Gasgeschwindigkeiten sowie die Regenerationstemperaturen befinden sich in realistischen und anwendungsnahen Bereichen für eine Regeneration in einem Partikelfilter ($T_{\text{Reg}} = 450^\circ\text{C} \dots 600^\circ\text{C}$ [68], $v_{\text{Gas}} = 10 \text{ m s}^{-1} \dots 80 \text{ m s}^{-1}$ [35]). Die angegebenen Regenerationstemperaturen beziehen sich auf die Regenerationsendtemperatur, wenn die konstante Temperatur T_{Reg} im MFK (nach der Aufheizphase) erreicht wurde.

Während der Aufheizphase des MFK ($T = 20^\circ\text{C} \dots 500^\circ\text{C}$) ändert sich die Strömungsgeschwindigkeit des Aersols im MFK. Dies wird durch die Temperaturerhöhung des Aerosol hervorgerufen, die das Gas expandieren lässt und das Gas nun - unter Betrachtung der Kontinuitätsgleichung - gezwungen ist, schneller zu strömen, um das zusätzliche Volumen durch den Filter zu bewegen. Aus diesem Grund bezieht sich die hier angegebene Strömungsgeschwindigkeit v_{Gas} auf die Eintrittsgeschwindigkeit im Einlasskanal, wenn dort die Regenerationstemperatur erreicht ist.

Tabelle 3.4: Untersuchte Parameter der Experimente zu den Umlagerungsvorgängen mit Filterregeneration.

Nr.	Regenerationstemperatur T_{Reg}	RI-Verhältnis RI	Schichtdicke h	Gasgeschwindigkeit v_{Gas}
1	480 °C	100/0	68 μm	60 m s^{-1}
2	570 °C	100/0	68 μm	60 m s^{-1}
3	600 °C	100/0	68 μm	60 m s^{-1}
4	570 °C	100/0	200 μm	60 m s^{-1}
5	570 °C	75/25	200 μm	60 m s^{-1}
6	570 °C	50/50	200 μm	60 m s^{-1}
7	570 °C	0/100	200 μm	60 m s^{-1}
8	570 °C	100/0	68 μm	60 m s^{-1}
9	570 °C	100/0	135 μm	60 m s^{-1}
10	570 °C	100/0	200 μm	60 m s^{-1}
11	570 °C	75/25	38 μm	60 m s^{-1}
12	570 °C	75/25	70 μm	60 m s^{-1}
13	570 °C	75/25	103 μm	60 m s^{-1}

Dabei ist zu beachten, dass die angegebene Gasgeschwindigkeit, mit welcher der MFK durchströmt wird, über die Kanallänge abnimmt⁸, weil sich die durchströmte Querschnittsfläche (die zunächst gleich der Kanalquerschnittsfläche ist) entlang des Kanals um die gesamte Fläche des eingespannten Filtermaterials erweitert, und dem Fluid somit mehr Fläche bietet den Volumenstrom zu verteilen.

Abweichende Parameter der verschiedenen Experimente werden im Ergebnisteil explizit erwähnt.

⁸ Siehe dazu Veröffentlichungen von z.B. Konstandopoulos et al. [78] und Basu et al. [19].

4 Partikelsynthese

Für eine definierte Schichtbildung und eine anschließende Untersuchung der Umlagerungsvorgängen von Partikelstrukturen im Modellfilterkanal, ist eine genaue Kenntnis über die Eigenschaften der abgeschiedenen Partikel in diesem notwendig. Im Folgenden werden die generierten Partikelsysteme - Asche- und Rußpartikeln - charakterisiert.

Das Zwischenziel ist ein stabiles und reproduzierbares Partikelsystem mit wohlbekanntem Eigenschaften zu erzeugen.

4.1 Charakterisierung der Aschepartikeln

Die Aschepartikeln, die in dieser Arbeit verwendet werden, werden wie in Kapitel 3.1.1 bereits beschrieben, im Labor hergestellt, dass die bei definierten Betriebsbedingungen generierten Partikeln anschließend im MFK abgeschieden werden können. Mit dieser Methode muss garantiert werden, dass sich die Partikeln in ihren Eigenschaften und der chemischen Zusammensetzung nicht von denen, die während des Betriebs eines Verbrennungsmotors entstehen, unterscheiden, was in diesem Kapitel untersucht wird. Um die Eigenschaften der Aschepartikeln, wie die Partikelgrößenverteilung und den Massenstrom, zu verändern, wurden die folgenden Parameter variiert:

- Sulfataschengehalt SAG des Öls,
- Öltemperatur $T_{\text{Öl}}$,
- Düsenvolumenstrom $\dot{V}_{\text{Düse}}$.

Im folgenden Abschnitt wird der Einfluss des SAGs, der Öltemperatur und des Düsenvolumenstroms auf die generierten Aschepartikeln charakterisiert. Das Ziel dieser Untersuchungen ist die Festlegung eines Betriebspunktes für die Experimente zu den Umlagerungsvorgängen von Partikelstrukturen, für welche Aschepartikeln mit charakterisierten Eigenschaften, wie Partikelgröße und chemische Zusammensetzung, generiert werden.

Teile der im folgenden Abschnitt diskutierten Ergebnisse sind in der Zeitschrift "Aerosol Science and Technology" von Thieringer et al. [4] veröffentlicht.

4.1.1 Einfluss des Sulfataschegehalts des Öls auf die Aschepartikeln

Analyse der Partikelgrößenverteilung der Öltropfen und Aschepartikeln

Für die Untersuchungen wurden drei verschiedene Motoröle mit einem identischen Basisöl und verschiedenen Anteilen an zugesetzten Additiven, hauptsächlich aus Calciumverbindungen, die zu einem Unterschied im SAG des Öls führen, verwendet. Die Elementzusammensetzung der Öle sind in Tabelle 3.1 aufgeführt. Die Prozessparameter der Öltemperatur und des Düsenvolumenstroms blieben während der Ölzerstäubung konstant, so dass der Einfluss des SAGs auf die generierten Öltropfen und Aschepartikeln untersucht werden kann. Abb. 4.1 veranschaulicht die anzahlbasierte Partikelgrößenverteilungen (englisch: *Particle Size Distribution*, PSD) der Öltropfen (a) und der Aschepartikeln (b) für die drei untersuchten Motoröle. Die PSD wurden in den beiden folgenden Größenbereichen gemessen⁹:

- $d_p = 0,02 \mu\text{m} \dots 1,0 \mu\text{m}$
- $d_p = 0,2 \mu\text{m} \dots 10,0 \mu\text{m}$,

die in den folgenden Abbildungen als feine (ungefüllte Symbole) und grobe Partikelfraktion (gefüllte Symbole) gekennzeichnet sind. Der Überschneidungsbereich der beiden Fraktionen befindet sich bei $d_p = 0,2 \mu\text{m} \dots 1,0 \mu\text{m}$.

Die Öltropfen liegen in einem Partikelgrößenbereich von $d_p = 0,03 \mu\text{m} \dots 9,0 \mu\text{m}$ (Abb. 4.1a) vor. Der Überschneidungsbereich ($d_p = 0,2 \mu\text{m} \dots 1,0 \mu\text{m}$) der feinen und groben Partikelfraktion zeigt eine gute Übereinstimmung der Ergebnisse an der oberen Messbereichsgrenze bei $d_p = 1,0 \mu\text{m}$. Ein steiler Konzentrationsabfall für Partikelgrößen $d_p < 0,3 \mu\text{m}$ wurde bei allen Messungen in der Grobfraktion beobachtet, was auf die abnehmende Zähleffizienz des OPC-Messsystems bei kleinen Partikeln zurückzuführen ist [56]. Die beiden Messgeräte (SMPS und OPC) beruhen auf unterschiedlichen Messprinzipien. Dies kann zu Unterschieden in den gemessenen Anzahlkonzentrationen führen, die besonders im Übergangsbereich ($d_p = 0,2 \mu\text{m} \dots 1,0 \mu\text{m}$) der beiden Geräte zu beobachten sind. Der Unterschied in den Messprinzipien muss bei den Vergleichen der SMPS- und OPC-Daten berücksichtigt werden.

Trotz der Differenz des SAGs in den Ölen werden vergleichbare PSD der Öltropfen generiert, was zeigt, dass der SAG keinen Einfluss auf die Zerstäubung des Öls und die Partikelgrößenverteilungen der resultierenden Öltropfen hat.

Nach der thermischen Umsetzung des Ölnebels weisen die PSD der Aschepartikeln Unterschiede in der Konzentration und in der Größe auf, was in Abb. 4.1b) dargestellt ist. In der groben Partikelfraktion ist die PSD der Aschepartikeln aus den Ölen mit SAG = 2,6 % und SAG = 4,5 % qualitativ vergleichbar. Im Größenbereich von $d_p = 0,6 \mu\text{m} \dots 2,0 \mu\text{m}$ wurden mehr Öltropfen mit

⁹ $d_p = 0,02 \mu\text{m} \dots 1,0 \mu\text{m}$: Messung mit SMPS-Messsystem, siehe Kapitel 3.1.1.
 $d_p = 0,2 \mu\text{m} \dots 10,0 \mu\text{m}$: Messung mit OPC-Messsystem, siehe Kapitel 3.1.1.

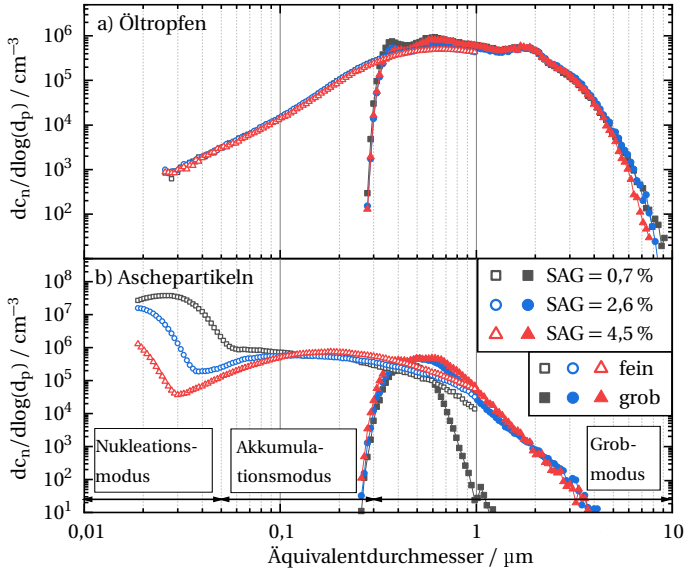


Abbildung 4.1: Anzahlbasierte Partikelgrößenverteilung der a) Öltropfen und b) Aschepartikeln bei variiertem SAG des Motoröls für die feine und grobe Partikelfraktion nach [4].
 Prozessparameter: $T_{O_2} = 15 \text{ }^\circ\text{C}$, $\dot{V}_{Düse} = 5 \text{ Lmin}^{-1}$, $T_{Ofen} = 1200 \text{ }^\circ\text{C}$, $T_{Gas} = 910 \text{ }^\circ\text{C}$.

dem Öl mit SAG = 4,5 % erzeugt.

Das Öl mit dem SAG = 0,7 % weist dagegen ein anderes Verhalten in der groben Partikelgrößenfraktion auf. Die Verteilung ist schmalere und die maximale Konzentration ist niedriger. Diese Ergebnisse wurden durch weitere Messungen bestätigt. Aufgrund des niedrigeren SAGs, entstehen kleinere Aschepartikeln.

In der Feinfraktion der gemessenen PSD der Aschepartikeln sind zwei Modi zu erkennen:

- der Nukleationsmodus - $d_p < 0,05 \mu\text{m}$ - und
- der Akkumulationsmodus - $0,05 \mu\text{m} < d_p < 1,0 \mu\text{m}$.

Burtscher [29], Rönkkö et al. [99] und Heikkilä et al. [55] haben diese beiden Modi ebenfalls bei Emissionsmessungen von Nutzfahrzeugmotoren beobachtet. Dabei könnten die kleinen Partikeln jedoch auch teilweise auf Ruß zurückgeführt werden, da in den Untersuchungen Abgas-aerosole verwendet wurden. Rönkkö et al. [99] zeigten, dass die PSD eines Dieselfahrzeugs mit

Schwerlastmotor von Partikeln im Größenbereich $d_p = 19 \text{ nm} \dots 35 \text{ nm}$ dominiert wird. In weiteren Studien, von z. B. Dorscheidt et al. [36] und Schwanzer et al. [107], die Partikelgrößenverteilungen auf Motorprüfständen mit einer aktiven Öleinspritzung mithilfe eines Mehrpunkteinspritzsystems vor dem OPF untersuchten, haben ebenfalls eine große Anzahl an Nanopartikeln gemessen. Die Messungen wurden in einem Partikelgrößenbereich von $d_p = 0,005 \mu\text{m} \dots 0,2 \mu\text{m}$ durchgeführt. Der Modalwert im Nukleationsmodus ist in diesen beiden Studien etwas kleiner und liegt bei $d_{\text{mod}} = 23 \text{ nm}$ [36] und $d_{\text{mod}} = 12 \text{ nm} \dots 17 \text{ nm}$ [107].

Vergleichbare Ergebnisse erzielten auch Rönkkö et al. [100] bei der Messung der PSD im Abgasstrang eines Lastkraftwagens (LKW) mit dieselbetriebenen Schwerlastmotor im Normalbetrieb. Die große Anzahl an Partikeln im Nukleationsmodus wurden auf hohe Werte der löslichen organischen Fraktion (englisch: *Soluble Organic Fraction*, SOF) zurückgeführt. Die gemessene PSD des dieselbetriebenen LKWs zeigte auch einige Partikeln im Akkumulationsmodus. Bei der motorischen Verbrennung entstehen jedoch nicht nur Aschepartikeln, sondern auch Rußagglomerate, die ebenfalls zu Nanopartikeln führen [125, 101].

Werden der Akkumulations- und Nukleationsmodus in Abb. 4.1b) betrachtet, ist ersichtlich, dass im Akkumulationsmodus die Partikelkonzentration mit zunehmendem SAG für Partikeln größer als $d_p = 0,2 \mu\text{m}$ ansteigt. Im Größenbereich des Nukleationsmodus ist ein gegenteiliges Verhalten der untersuchten Öle zu beobachten. Bei der thermischen Umsetzung entsteht eine signifikante Anzahl an Nanopartikeln, die bei der Öltropfenanalyse nicht gemessen wurden. Wie bereits oben erwähnt, könnten diese auf hohe SOF-Werte zurückzuführen sein [99].

Die Nanopartikeln können ebenfalls eine Folge des Temperaturgradienten zwischen dem Ofen, in dem die thermische Umwandlung stattfindet, und der Umgebung vor den Messinstrumenten sein. Für die Messungen der Partikelgrößenverteilungen wird das Aerosol nach der thermischen Umsetzung auf Umgebungstemperatur abgekühlt und in die Messgeräte geleitet. Dies kann zu einer homogenen Keimbildung aufgrund der Übersättigung der Gasphase führen [55]. Dieser Prozess fördert Anziehungskräfte zwischen den Molekülen, wie z. B. van der Waals-Kräfte, die zur Bildung von Molekülclustern führen [58]. Diese Cluster werden in Verbindung mit einem übersättigten Dampf stabil und wachsen durch Kondensation zu einem größeren Partikel an. Die Entstehung von submikronen Teilchen kann das Resultat dieses Prozesses sein, die anschließend in den Messgeräten gemessen werden [58, 55].

Das Aerosol wird von einer Temperatur am Ofenauslass von $T = 910^\circ\text{C}$ auf eine Umgebungstemperatur $T_{\text{Umg}} = 20^\circ\text{C}$ abgekühlt. Bei einer angenommenen Übersättigung von $S = 1,1$ und einer instantanen Abkühlung liegt der kritische Kelvin Radius für eine homogene Keimbildung bei $r_K = 78 \text{ nm}$. Bei einer Übersättigung von $S = 2,0$ sinkt der Kelvin Radius auf $r_K = 10 \text{ nm}$ bei der identischen Abkühlung. Aufgrund der starken Abkühlung vor den Messgeräten, ist es möglich, dass Tropfen durch eine homogene Keimbildung entstehen, die anschließend gemessen werden und einen Einfluss auf die Partikelgrößenverteilungen haben.

Neben der Keimbildung können Partikeln im submikronen Partikelgrößenbereich durch Mikroexplosionen während der thermischen Umwandlung gebildet werden, die durch das unterschiedlich schnelle Verdampfen der chemischen Komponenten in den Öltropfen entstehen [60]. Motoröl besteht hauptsächlich aus Kohlenwasserstoffen und den Additiven Magnesium

oder Calcium [46]. Die verschiedenen Kettenlängen der Kohlenwasserstoffe führen zu unterschiedlichen Verdampfungszeitpunkten. Je länger die Kettenlänge der Kohlenwasserstoffe ist, desto höher ist dessen Siedetemperatur, z.B. liegt der Siedepunkt von Tetradecan ($C_{14}H_{30}$) bei $T = 254\text{ °C}$ und von Tetracosan ($C_{24}H_{50}$) bei $T = 391\text{ °C}$ [81].

Ein weiterer Punkt ist der Wärmetransport während der Verdunstung vom Tropfeninneren an die Tropfenoberfläche während der Tropfen durch die Wärmequelle transportiert wird. Eine Komponente mit einem niedrigen Siedepunkt verdampft schneller und kann im Tropfeninneren des Tropfens eingeschlossen werden [110]. Innerhalb eines Tropfens nimmt die Temperatur während der Verweilzeit im Ofen von der Oberfläche zum Zentrum des Tropfens ab. Dadurch verdampfen die Komponenten an dessen Außenseite zuerst, wo mit der Zeit eine feste Ascheschale¹⁰ entsteht, während der Rest im Kern des Tropfens in einem flüssigem Zustand verbleibt und aufgrund des Wärmeübergangs weiter erhitzt wird [88]. Diese kontinuierliche Erhitzung des Inneren sorgt dafür, dass sich weitere Teile der Flüssigphase innerhalb der Schale erhitzen und verdampfen, bis der zunehmende Druck der angestauten Gase die Ascheschale aufsprengt [26]. Durch diesen Prozess kann der Muttertropfen in mehrere Töchtertropfen zerrissen werden [16, 18]. Infolgedessen nimmt die Anzahlkonzentration in den kleinen Partikelgrößen deutlich zu, während sie in den groben Partikelfraktionen nur minimal abnimmt. Botero et al. [26] und Avulapati et al. [16] konnten bereits zeigen, dass Kraftstofftropfen mit unterschiedlich flüchtigen Bestandteilen während der motorischen Verbrennung explodieren können.

Die Ursache für das Entstehen der Nanopartikeln während der thermischen Umsetzung kann in dieser Studie nicht vollständig geklärt werden und es können nur Hypothesen über die möglichen Prozesse während und nach der thermischen Umsetzung aufgestellt werden. Um die in dieser Arbeit gestellte Forschungsfrage zu beantworten, ist der dahinterstehende chemische und thermische Prozess der Umsetzung von Öltropfen zu Aschepartikeln nicht relevant, weswegen diese Untersuchungen nicht weiter verfolgt und keine weiteren Charakterisierungen der Nanopartikeln und der Untersuchung der aufgestellten Hypothesen durchgeführt wurden.

Analyse der Gesamtpartikelanzahlkonzentrationen und der durchschnittlichen Medianwerte der Öltropfen und Aschepartikeln

In Abb. 4.2 sind die Gesamtpartikelanzahlkonzentrationen (a) und der anzahlbasierte Medianwert (b) der erzeugten Öltropfen und Aschepartikeln in Abhängigkeit des SAGs der Motoröle dargestellt. Die Verbindungslinien zwischen den Datenpunkten dienen in dieser Abbildung sowie in den folgenden in Kapitel 4.1 als Orientierungshilfe und stellen keine Interpolationsgeraden dar.

¹⁰ Vgl. schematische Zeichnung der Ausfällung, Kapitel 2.1.1, Abb. 2.1 [88]

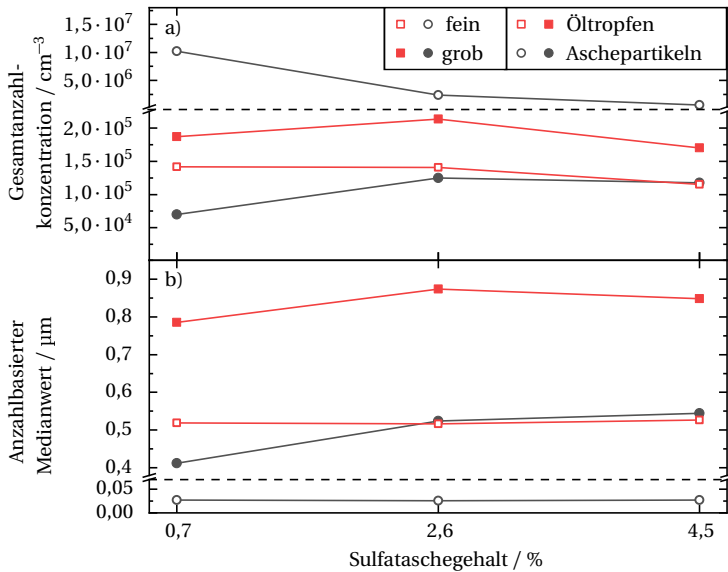


Abbildung 4.2: a) Gesamtanzahlkonzentration und b) anzahlbasierter Medianwert der Öltröpfen und Aschepartikeln bei variiertem SAG des Motoröls für die feine und grobe Partikelfraktion nach [4].
 Prozessparameter: $T_{\text{Öl}} = 15^\circ\text{C}$, $\dot{V}_{\text{Düse}} = 5 \text{ L}\cdot\text{min}^{-1}$, $T_{\text{Ofen}} = 1200^\circ\text{C}$, $T_{\text{Gas}} = 910^\circ\text{C}$.

Eine qualitativ vergleichbare Anzahlkonzentration an Öltröpfen wurde mithilfe des verwendeten Systems zerstäubt. Die Öltröpfenkonzentration ist in der Grobfraktion höher als in der Feinfraktion, bei den Aschepartikeln ist das gegenteilige Verhalten der Fall, was die Ergebnisse aus Abb. 4.1 bestätigt. Mit zunehmendem SAG des Öls wurden anzahlbasiert mehr Aschepartikeln in der Grobfraktion erzeugt (Abb. 4.2a), wobei die Gesamtanzahlkonzentration der Aschepartikeln aus den Ölen mit mittlerem und hohem SAG in der Grobfraktion vergleichbar sind. Wird das Verhältnis zwischen der Gesamtanzahlkonzentration der Aschepartikeln und der Öltröpfen ($F = c_{n,\text{Asche}} / c_{n,\text{Öl}}$) in der Grobfraktion bestimmt, ist zu erkennen, dass zwischen diesen beiden Messwerten ein Faktor von $F = 0,56$ für das Öl mit einem SAG = 2,6 % und ein Faktor von $F = 0,71$ für das Öl mit einem SAG = 4,5 % vorliegt. Das zeigt, dass bei einem hohen SAG zum einen die Verluste niedriger sind und zum anderen weniger Aschenanpartikeln entstehen, was durch die Gesamtanzahlkonzentration der Feinfraktion bestätigt wird.

Eine wiederkehrende Beobachtung dieser Ergebnisse ist ebenfalls, dass die Konzentration der Aschepartikeln in der Feinfraktion deutlich höher als die gemessene Gesamtanzahlkonzentration der Öltröpfen ist und mit der Erhöhung des SAGs des Öls abnimmt.

Der anzahlgewichtete Medianwert der Öltröpfen, in Abb. 4.2b) aufgetragen, bestätigt, dass die Zerstäubung durch den höheren SAG des Öls kaum beeinflusst wird. Der Medianwert der Grobfraktion liegt für die drei Öle zwischen $d_{\text{med}} = 0,78 \mu\text{m} \dots 0,88 \mu\text{m}$ und bei der Feinfraktion für

die drei Öle bei $d_{\text{med}} = 0,52 \mu\text{m}$. Ebenfalls ist erneut zu erkennen, dass die Größe der generierten Aschepartikeln vom SAG abhängig sind. Der Medianwert ebendieser in der Grobfraktion nimmt mit der Erhöhung des SAGs im Öl von $d_{\text{med}} = 0,41 \mu\text{m}$ (SAG = 0,7 %) auf $d_{\text{med}} = 0,53 \mu\text{m}$ (SAG = 4,5 %) zu, was auf den höheren Aschegehalt im Öl zurückzuführen ist, der bei der thermischen Umsetzung als fester anorganischer Rückstand zurückbleibt. Im Submikrometerbereich liegt der Medianwert bei ca. $d_{\text{med}} = 0,03 \mu\text{m}$, wobei kein Unterschied zwischen den Aschepartikeln aus Ölen mit unterschiedlichen SAG festgestellt werden konnte.

Ruß entsteht während der Synthese der Aschepartikeln nicht, was noch in den Folgenden Analysen der chemischen Elemente und den optischen Analysen mittels REM evaluiert wird.

Analyse der generierten Öl- und Aschemassenströme

Die gemessenen Ölmassenströme, Aschemassenströme und die berechneten Aschemassenströme sind in Abb. 4.3 dargestellt. Für die Berechnung wurde Formel 4.1 verwendet, die auf der Annahme beruht, dass nach der thermischen Umsetzung der Öltröpfchen allein der SAG des Motoröls als Feststoff zurückbleibt.

$$\dot{m}_{\text{Asche}} = \text{SAG} \cdot \dot{m}_{\text{Öl}} \quad (4.1)$$

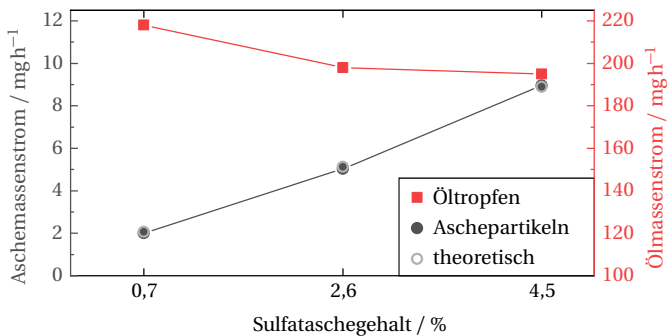


Abbildung 4.3: Experimentell ermittelter Massenstrom der Öltröpfchen und Aschepartikeln sowie berechneter Massenstrom der Aschepartikeln bei variiertem SAG des Motoröls nach [4].
 Prozessparameter: $T_{\text{Öl}} = 15 \text{ }^\circ\text{C}$, $\dot{V}_{\text{Düse}} = 5 \text{ Lmin}^{-1}$, $T_{\text{Ofen}} = 1200 \text{ }^\circ\text{C}$, $T_{\text{Gas}} = 910 \text{ }^\circ\text{C}$.

Die drei gemessenen Ölmassenströme variieren zwischen $\dot{m}_{\text{Asche}} = 196 \text{ mg h}^{-1}$ und $\dot{m}_{\text{Asche}} = 218 \text{ mg h}^{-1}$. Das Öl mit niedrigem Aschegehalt (SAG = 0,7 %) hat den größten Ölmassenstrom und weicht damit leicht von den Ölen mit höherem SAG ab. Der Massenstrom der Aschepartikeln bestätigt das erwartete Verhalten, dass mit zunehmendem SAG mehr anorganische Bestandteile im Öl enthalten sind und somit ein größerer Aschemassenstrom entsteht [46]. Die theoretische Abschätzung der Aschemassenströme bestätigt die experimentellen Daten.

Der höchste Aschemassenstrom von $\dot{m}_{\text{Asche}} = 8,9 \text{ mg h}^{-1}$ in diesen Experimenten (Prozessparameter: $T_{\text{Öl}} = 15^\circ\text{C}$, $\dot{V}_{\text{Düse}} = 5 \text{ Lmin}^{-1}$) wird bei einem SAG = 4,5 % erreicht.

Visuelle Analyse der Aschepartikeln mittels REM-Aufnahmen

Abb. 4.4 zeigt REM-Aufnahmen der erzeugten Aschepartikeln aus den Ölen mit dem niedrigsten und höchsten SAG von SAG = 0,7 % und SAG = 4,5 % bei zwei Vergrößerungen. Die Fasern auf den Bildern gehören zu dem verwendeten Glasfaserfiltermedium. Die Aschepartikeln sind sphärisch und haben eine raue Oberfläche.

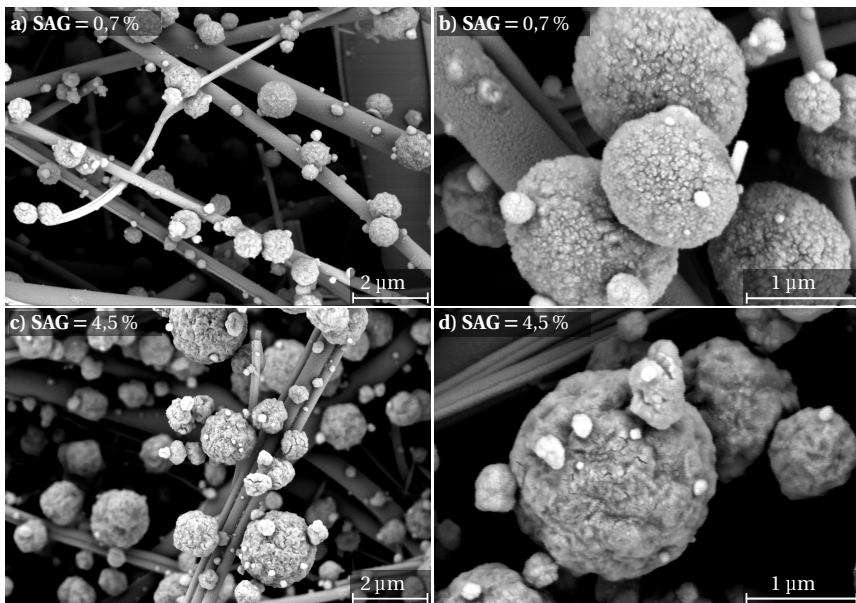


Abbildung 4.4: REM-Aufnahmen der generierten Aschepartikeln mit dem niedriggaschigen Motoröl SAG = 0,7 % (a,b) und hochgaschigen Motoröl SAG = 4,5 % (c,d) nach [4].
 Prozessparameter: $T_{\text{Öl}} = 15^\circ\text{C}$, $\dot{V}_{\text{Düse}} = 5 \text{ Lmin}^{-1}$, $T_{\text{Ofen}} = 1200^\circ\text{C}$, $T_{\text{Gas}} = 910^\circ\text{C}$.

Die Oberfläche der Aschepartikeln, die mit dem niedriggaschigen Öl (SAG = 0,7 %) hergestellt wurden, weist nur kleine Unebenheiten auf und kleinere Aschepartikeln haben sich an der Oberfläche der größeren Aschepartikeln während der Filtration auf dem Glasfaserfilter abgelagert. Wie aus der PSD (Abb. 4.1b) hervorgeht, wurden viele Partikeln mit einem Durchmesser $d_p < 50 \text{ nm}$ gemessen. Die Oberfläche der Aschepartikeln, die aus dem Öl mit einem SAG = 4,5 % hergestellt wurden, weisen im Vergleich mehr Krater auf und es wurden weniger kleine Partikeln

($d_p < 100 \text{ nm}$) auf deren Oberfläche abgeschieden. Aufgrund der Abscheidung der Partikeln auf einem Glasfaserfilter können die kleinen Partikeln während der Filtration durch Kollisionen auf den großen Partikeln abgeschieden worden sein. Jedoch können aufgrund der hohen Konzentration der kleinen Aschepartikeln und einer dadurch höheren Kollisionsrate diese auch schon in der Gasphase kollidieren und Agglomerate bilden, die sich anschließend auf dem Filter abscheiden. Das Verhältnis dieser beiden möglichen Vorgänge wurde in dieser Arbeit nicht weiter untersucht.

REM-Aufnahmen aus Studien von z.B. Ishizawa et al. [64] und Liati et al. [84] von Aschepartikeln aus einem regenerierten DPF zeigen ein qualitativ ähnliches Aussehen. Aufnahmen von Aschepartikeln aus realen Anwendungen liegen meist als Ascheagglomerate mit Agglomeratgrößen zwischen $d = 5 \text{ }\mu\text{m}$ und $d = 50 \text{ }\mu\text{m}$ vor [84, 102].

Analyse der elementaren Zusammensetzung der Aschepartikeln mittels EDX

Um die Zusammensetzung der Aschepartikeln zu analysieren und die Menge des Restkohlenstoffs zu evaluieren, wurden EDX-Analysen der Aschepartikeln durchgeführt. Zu diesem Zweck wurden Elementaranalysen einzelner Aschepartikeln, die auf dem Glasfaserfilter abgeschieden sind, gemessen. In Tabelle 4.1 sind die Ergebnisse der EDX-Analysen der Aschepartikeln aufgelistet.

Tabelle 4.1: Ergebnisse der EDX-Analysen der generierten Aschepartikeln aus Motorölen mit variierten SAG abgeschieden auf Glasfaserfiltern. Die Angaben sind in Massenprozent.

Prozessparameter: $T_{\text{Öl}} = 15 \text{ }^\circ\text{C}$, $\dot{V}_{\text{Düse}} = 5 \text{ Lmin}^{-1}$, $T_{\text{Ofen}} = 1200 \text{ }^\circ\text{C}$, $T_{\text{Gas}} = 910 \text{ }^\circ\text{C}$.

SAG	0,7 %	2,6 %	4,5 %
C / %	$12,00 \pm 2,38$	$9,60 \pm 0,30$	$12,60 \pm 1,42$
O / %	$43,10 \pm 1,14$	$43,63 \pm 0,81$	$42,33 \pm 4,70$
Ca / %	$10,66 \pm 3,95$	$18,87 \pm 1,91$	$33,25 \pm 4,02$
Mg / %	$0,17 \pm 0,04$	$0,13 \pm 0,01$	$0,12 \pm 0,09$
S / %	$0,61 \pm 0,77$	$1,20 \pm 0,50$	$2,49 \pm 0,23$
Na / %	$5,50 \pm 1,19$	$4,60 \pm 0,29$	$1,26 \pm 0,61$

Die Kohlenstoffrückstände in den erzeugten Aschepartikeln liegen in Massenprozent zwischen 9,6 % und 12,6 %. Die Analyse eines leeren Glasfaserfilters zeigt, dass dieser ca. 5 % Kohlenstoff enthält. Wenn der Kohlenstoffanteil des leeren Glasfaserfilters von dem gemessenen Kohlenstoffanteil der Aschepartikeln subtrahiert wird, sind immer noch ca. 5 % Kohlenstoff in der Asche enthalten, was auf eine nicht vollständige Umsetzung der Öltropfen und z.B. Carbonatreste, die während der Umsetzung der Öltropfen in Aschepartikeln entstehen, hinweist.

Um diese Ergebnisse zu verifizieren, wurden die mit Aschepartikeln beladenen Filtermedien $t = 60$ min lang bei $T = 600$ °C in einem Muffelofen erhitzt, um die verbleibenden kohlenstoffhaltigen Bestandteile der Aschepartikeln zu oxidieren. Der beladene Filter wurde vor und nach der thermischen Behandlung gewogen, um den Restkohlenstoffgehalt in der abgeschiedenen Asche zu ermitteln. Die Ergebnisse zeigten, dass die Gesamtmasse um ca. 8 % reduziert wurde, was in guter Übereinstimmung mit den Ergebnissen der EDX-Analyse steht. Der gemessene Anteil an elementarem Sauerstoff liegt nahezu konstant bei 43 %.

Die chemischen Bestandteile der Aschepartikeln - Ca, Mg, Na, S und Si - variieren ebenfalls in Abhängigkeit des SAGs. Mit höherem SAG steigt der Prozentsatz des chemischen Elements Calcium und verdoppelt sich annähernd zwischen den untersuchten Motorölen, was auf den Additivzusatz Calcium im Öl zurückzuführen ist (siehe Kapitel 3.1.1, Tabelle 3.1). Dies lässt die Schlussfolgerung zu, dass in der Asche mehr Calciumsulfat CaSO_4 vorhanden ist [46]. Der geringe Magnesiumanteil in den Aschepartikeln lässt sich durch die geringe Menge an Magnesium im Öl erklären.

Das gleiche Verhalten spiegelt sich bei dem Schwefelgehalt in den Aschepartikeln wider. Dieser steigt mit zunehmendem SAG und ist auf die unterschiedlichen Schwefelgehalte in den verwendeten Ölen zurückzuführen. Die gemessenen Elemente Ca, Mg, S und Na wurden auch in Analysen von motorischen Aschepartikeln von z.B. Givens et al. [46], Zarvalis et al. [132] und Liati et al. [84] nachgewiesen.

Der Natriumanteil auf dem Filtermedium sinkt mit zunehmendem SAG. Im verwendeten Öl sind nur geringe Mengen an Na vorhanden (siehe Tabelle 3.1). Der Rückgang des Natriumanteils in den EDX-Messungen kann auf die stärkere Beladung, also eine dickere Partikelschicht, auf dem Glasfaserfilter aufgrund des höheren Massenstroms an Aschepartikeln bei höherem SAG zurückgeführt werden. Infolgedessen sind weniger Glasfasern sichtbar, was die EDX-Messungen der Aschepartikeln beeinflussen kann. Bei EDX-Messungen eines unbeladenen Glasfaserfilters wurden etwa 9 % Natrium gemessen.

Die Ergebnisse der EDX-Messungen müssen kritisch hinterfragt werden, da in den Glasfaserfiltern verschiedene Elemente enthalten sind, die die Elementkonzentration der Aschepartikeln verfälschen könnten. Die erwarteten Trends der Zusammensetzung der Aschepartikeln, können jedoch trotzdem sehr gut abgebildet werden. Die fehlenden Anteile der Auswertungen sind hauptsächlich auf das Element Silizium zurückzuführen, aus dem die Glasfaserfilter hergestellt sind. Zusätzliche Messungen mit leeren Filtern haben gezeigt, dass einige von ihnen große Mengen anderer Elemente, die auch in Aschepartikeln vorkommen, wie z.B. Kohlenstoff und Natrium, enthielten.

Aufgrund der kritischen Betrachtung der EDX-Ergebnisse wurden die Messungen für den am Ende dieses Kapitels ausgewählten Betriebspunkt für die folgenden Experimente der Umlagevorgänge von Partikelstrukturen mit einem Schüttgut aus Aschepartikeln unter Mikrowellenaufschluss wiederholt. In diesem Fall wird der Einfluss des Glasfaserfilters ausgeschlossen. Die Ergebnisse werden in Kapitel 4.1.3 vorgestellt.

4.1.2 Einflüsse der Öltemperatur und des Düsenvolumenstroms auf die Konzentration und den Durchmesser der Aschepartikeln

Neben der vorangegangenen Variation des SAGs der Öle ist auch anzunehmen, dass die Prozessparameter der Öltemperatur $T_{\text{Öl}}$ und des Düsenvolumenstroms $\dot{V}_{\text{Düse}}$ selbst einen Einfluss auf die erzeugten Öltröpfen und schlussfolgernd auch auf die Aschepartikeln nehmen. Aus diesem Grund wird deren Einfluss auf ebendiese im folgenden Abschnitt diskutiert und es wird darauf eingegangen, inwiefern sich die Öltemperatur und der Düsenvolumenstrom auf

- die Gesamtanzahlkonzentrationen c_{ges}
- die Medianwerte d_{med} sowie
- die Massenströme \dot{m}

der Öltröpfen und Aschepartikeln auswirken.

Da das Motoröl mit einem SAG von $\text{SAG} = 4,5\%$ im vorigen Kapitel die vielversprechendsten Ergebnisse erzielte, um eine schnelle Beladung des MFKs zu gewährleisten, werden die nachstehenden Experimente lediglich mit ebendiesem Öl und mit einer Variation der Öltemperatur auf die drei Werte von $T_{\text{Öl}} = 15\text{ °C}$, 20 °C und 30 °C bei Düsenvolumenströmen im Bereich von $\dot{V}_{\text{Düse}} = 4\text{ Lmin}^{-1} \dots 7\text{ Lmin}^{-1}$ durchgeführt. Bei der Evaluation der Massenströme der Öltröpfen und Aschepartikeln werden nur die Ergebnisse der Düsenvolumenströme von $\dot{V}_{\text{Düse}} = 4\text{ Lmin}^{-1} \dots 6\text{ Lmin}^{-1}$ dargestellt, da der Ölmassenstrom bei $\dot{V}_{\text{Düse}} = 7\text{ Lmin}^{-1}$ zu hoch für eine genaue gravimetrische Analyse sowie eine vollständige thermische Umsetzung mit dem verwendeten System war. Zum einen führte die verkürzte Beladungszeit der Filter zu Schwankungen im Massenstrom und zum anderen waren nach der thermischen Umsetzung die nicht umgesetzten Ölbestandteile deutlich auf dem Filtermedium zu erkennen, weswegen eine gravimetrische Analyse, aber auch die Verwendung dieses Betriebspunktes für die anschließenden Umlagerungsvorgänge nicht zielführend gewesen wäre.

4.1.2.1 Einfluss der Öltemperatur und des Düsenvolumenstroms auf die Öltröpfen

Mit den variierten Prozessparametern der Öltemperatur und des Düsenvolumenstroms ergaben sich für die Öltröpfen die a) Gesamtanzahlkonzentrationen, b) die anzahlbasierten Medianwerte und c) die Massenströme, wie sie in Abb. 4.5 zu sehen sind. Hierbei sind bei der Gesamtanzahlkonzentration und dem anzahlbasierten Medianwert die Ergebnisse der OPC- (gefüllte Symbole, grobe Partikelgrößenfraktion), wie auch der SMPS-Messungen (ungefüllte Symbole, feine Partikelgrößenfraktion) dargestellt. Auch hier dienen die Verbindungslinien zwischen den Datenpunkten als Orientierungshilfen.

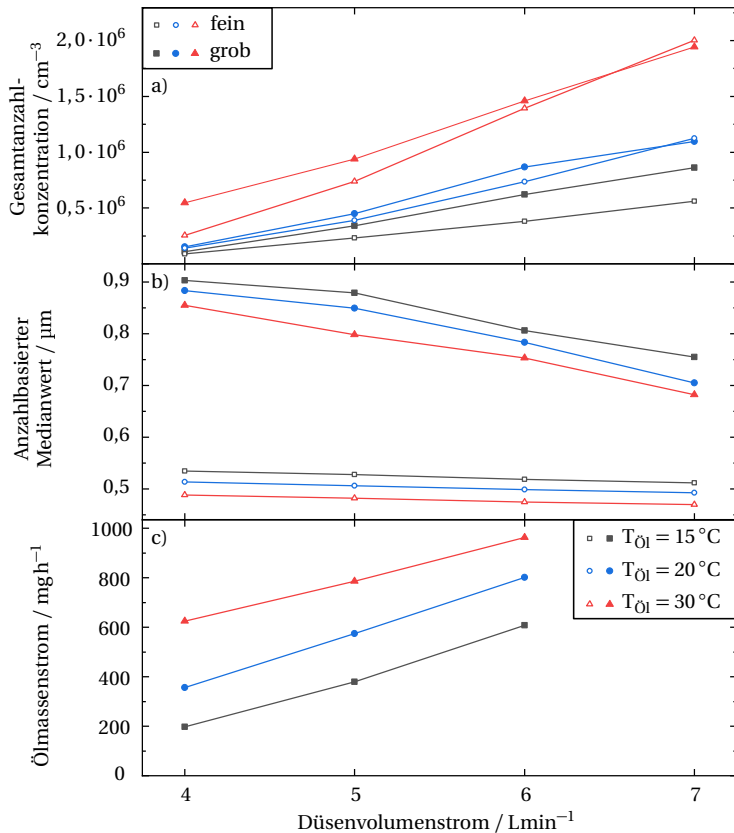


Abbildung 4.5: a) Gesamanzahlkonzentration, b) anzahlbasierter Medianwert der Öltröpfen für die feine und grobe Partikelfraktion und c) Massestrom bei variierter Öltemperatur des Motoröls und Düsenvolumenstroms nach [4].
 Prozessparameter: SAG = 4,5 %, $T_{Öl}$ = variiert, $\dot{V}_{Düse}$ = variiert, T_{Ofen} = 1200 °C, T_{Gas} = 910 °C.

Die kombinierte Erhöhung des Düsenvolumenstroms und der Öltemperatur resultiert in einem Anstieg der Gesamanzahlkonzentration sowohl in der feinen als auch in der groben Partikelfraktion, was bedeutet, dass mehr Öl zerstäubt wird, wie der steigende Ölmassestrom in Abb. 4.5 c) ebenfalls bestätigt. Die Gesamanzahlkonzentration der feinen Partikelgrößenfraktion nimmt zwischen den Düsenvolumenströmen von $\dot{V}_{Düse} = 4\text{Lmin}^{-1}$ und $\dot{V}_{Düse} = 7\text{Lmin}^{-1}$ und bei einer Öltemperatur von $T_{Öl} = 15^\circ\text{C}$ um einen Faktor von 6,4 und bei einer Öltemperatur von $T_{Öl} = 30^\circ\text{C}$ um einen Faktor von 7,8 zu.

Es zeigt sich auch, dass sich die Öle bei den drei Temperaturen über den Bereich des Düsenvolumenstroms unterschiedlich verhalten. Die Gesamtanzahlkonzentrationen des Öls mit einer Temperatur von $T_{Öl} = 15^\circ\text{C}$ bei einem Düsenvolumenstrom von $\dot{V} = 4 \text{ Lmin}^{-1}$ haben in der groben und feinen Partikelfraktion eine vergleichbare Gesamtanzahlkonzentration, steigen proportional mit dem Düsenvolumenstrom an und divergieren, wobei die Gesamtanzahlkonzentration der Grobfraktion stets über der Gesamtanzahlkonzentration der Feinfraktion ist.

Auch bei einer Öltemperatur von $T_{Öl} = 20^\circ\text{C}$ liegen die anzahlbasierten Partikelkonzentrationen bei dem kleinsten Düsenvolumenstrom auf einem vergleichbaren Wert, steigen anschließend an, wobei die Konzentration der Grobfraktion bis zu einem Düsenvolumenstrom von $\dot{V}_{\text{Düse}} = 6 \text{ Lmin}^{-1}$ über der Feinfraktion ist. Bei einem Düsenvolumenstrom von $\dot{V}_{\text{Düse}} = 7 \text{ Lmin}^{-1}$ ergibt sich dann der Unterschied, dass die Gesamtanzahlkonzentration der Feinfraktion über der Grobfraktion liegt, was darauf schließen lässt, dass die höhere zugeführte kinetische Energie, durch die Erhöhung des Düsenvolumenstroms, die Zerstäubung von einzelnen, kleinen Tropfen bei den gewählten Temperaturen begünstigt. Dies ist ebenfalls bei der höchsten Temperatur von $T_{Öl} = 30^\circ\text{C}$ zu erkennen, hierbei ist jedoch auch schon ein Unterschied bei dem niedrigsten Düsenvolumenstrom zu erkennen, da zwischen den Gesamtanzahlkonzentrationen der Fein- und Grobfraktion ein Faktor von 2,1 liegt.

Der anzahlbasierte Medianwert, in Abb. 4.5 b) visualisiert, nimmt mit steigendem Düsenvolumenstrom und steigender Öltemperatur ab, die durchschnittliche Größe der Öltropfen wird dementsprechend kleiner. Bei einem Düsenvolumenstrom von $\dot{V}_{\text{Düse}} = 7 \text{ Lmin}^{-1}$ reduziert sich der Öltropfendurchmesser von der niedrigsten zur höchsten Öltemperatur von $d_p = 0,76 \mu\text{m}$ auf $d_p = 0,68 \mu\text{m}$. Aufgrund der unterschiedlichen Messbereiche der verwendeten Messgeräte sind die Medianwerte der SMPS-Messungen, also der feinen Partikelgrößenfraktion, schlussfolgernd kleiner und die Differenz zwischen den drei Öltemperaturen bei einem konstanten Düsenvolumenstrom liegt zwischen $\Delta d_{\text{med}} = 0,02 \mu\text{m} \dots 0,03 \mu\text{m}$.

Die Änderung der Gesamtanzahlkonzentration, der Medianwerte und des Massenstroms der Öltropfen kann auf die sich ändernde Viskosität des Öls bei einer Erhöhung der Temperatur zurückgeführt werden. Die Viskosität von Motoröl nimmt mit steigender Temperatur ab. Hemmat Esfe et al. [57] und Severa et al. [109]¹¹ zeigten, dass der Abfall der Viskosität bei Temperaturen zwischen $T = 0^\circ\text{C} \dots 35^\circ\text{C}$ deutlich größer ist, als bei höheren Temperaturen ($T = 40^\circ\text{C} \dots 65^\circ\text{C}$, Stoffsystem: Al_2O_3 / Motoröl). Dieses Verhalten basiert auf der Reduktion der intermolekularen Wechselwirkung und führt zu einer Reduzierung der Ölviskosität [57]. Im vorliegenden Fall werden bei steigender Öltemperatur und einem konstanten Luftvolumenstrom mehr Öltropfen generiert, da es immer weniger kinetischer Energie bedarf, um die Bindungsenergie der Ölmoleküle untereinander zu überwinden und dementsprechend einzelne, kleine Tropfen aus dem Gesamtverbund der Flüssigkeit zu lösen. Das hat zur Folge, dass sich verstärkt kleine Tropfen bilden bei gleichzeitig höherem erzeugtem Gesamtmassenstrom. Im Umkehrschluss erhöht sich dabei

¹¹ Severa et al. [109] untersuchten die sich ändernde Viskosität in einem Temperaturbereich von $T = -5^\circ\text{C} \dots 115^\circ\text{C}$.

die Gesamtanzahlkonzentration, da sich mehr Öltropfen im gleichen Volumenelement des Aerosols befinden. Insbesondere der Abfall der Viskosität im Bereich von $T = 0^\circ\text{C} \dots 35^\circ\text{C}$ wie er bei Hemmat Esfe et al. [57] beschrieben wird, fällt mit den hier gezeigten Experimenten zusammen.

4.1.2.2 Einfluss der Öltemperatur und des Düsen volumenstroms auf die Aschepartikeln

Der Einfluss des Düsen volumenstroms auf die Gesamtanzahlkonzentration und den anzahlbasierten Medianwert der generierten Aschepartikeln in Abhängigkeit von der Öltemperatur ist in Abb. 4.6 dargestellt. Die Daten beruhen auf den identischen Prozessparametern, wie sie auch bei der Generierung des Ölnebels verwendet wurden.

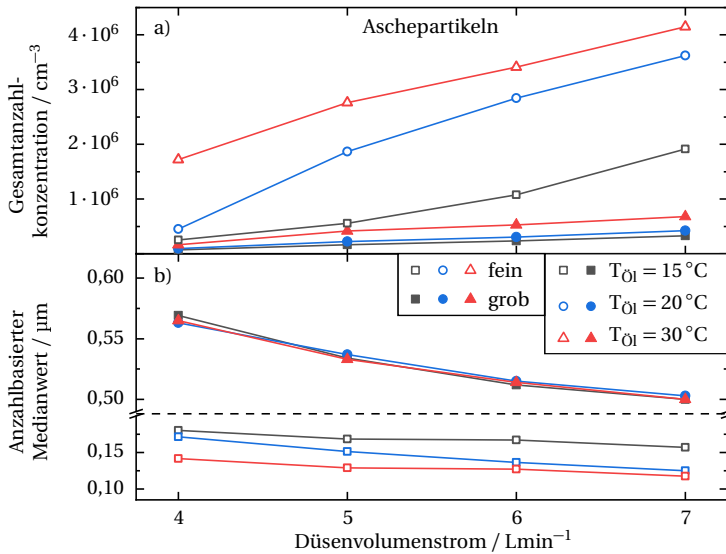


Abbildung 4.6: a) Gesamtanzahlkonzentration und b) anzahlbasierter Medianwert der Aschepartikeln bei variiertem Öltemperatur des Motoröls und Düsen volumenstrom für die feine und grobe Partikelfraktion nach [4]. Prozessparameter: SAG = 4,5 %, $T_{\text{Öl}}$ = variiert, $\dot{V}_{\text{Düse}}$ = variiert, $T_{\text{Ofen}} = 1200^\circ\text{C}$, $T_{\text{Gas}} = 910^\circ\text{C}$.

Die Erhöhung der Öltemperatur und des Düsen volumenstroms führt zu einer Erhöhung der Gesamtanzahlkonzentration der Aschepartikeln in der Grob- und Feinfraktion. Dieses Verhalten war aufgrund der zuvor gezeigten Ergebnisse der Öltropfen zu erwarten (vgl. Abb. 4.5 a).

Die Ergebnisse zeigen auch, dass, je höher die Öltemperatur ist, desto größer ist die Differenz der Gesamtanzahlkonzentrationen zwischen Grob- und Feinfraktion gleicher Öltemperaturen.

Dabei liegt die Feinfraktion stets über der Grobfraktion. Bei der Betrachtung der Öltropfen, wie im vorigen Kapitel gezeigt, war dies noch umgekehrt. Erklärungen für die Entstehung der kleinen Partikeln, durch z.B. Mikroexplosionen, wurden in Kapitel 4.1.1 erläutert.

Der Vergleich der Gesamtanzahlkonzentrationen an Öltropfen (Abb. 4.5 a) und Aschepartikeln (Abb. 4.6 a) der Grobfraktion lässt erkennen, dass eine geringere Aschepartikelkonzentration vorliegt. Diese Abnahme der groben Partikeln könnte auf Partikelverluste in den Leitungen aufgrund der Trägheitsabscheidung von Partikeln mit $d_p > 1 \mu\text{m}$ sowie thermophoretischer Abscheidung aufgrund des Temperaturgradienten nach der Aschegenerierung zurückgeführt werden.

Der anzahlbasierte Medianwert (Abb. 4.6 b) weist ein vergleichbares Verhalten zu den Öltropfen (Abb. 4.5 a) auf: Die Partikeln in den Grobfraktionen aller drei untersuchten Öltemperaturen liegen in übereinstimmenden Größenbereichen, wobei hier die Medianwerte der untersuchten Öltemperaturen und Düsenvolumenströme nahezu übereinander liegen. Mit der Erhöhung des Düsenvolumenstroms sinkt der Medianwert von z.B. $d_{\text{med}} = 0,57 \mu\text{m}$ bei $\dot{V}_{\text{Düse}} = 4 \text{ Lmin}^{-1}$ auf $d_{\text{med}} = 0,50 \mu\text{m}$ bei $\dot{V}_{\text{Düse}} = 7 \text{ Lmin}^{-1}$.

Auch in der feinen Partikelfraktion nimmt der Medianwert mit dem Düsenvolumenstrom ab. Bei einem Düsenvolumenstrom von $\dot{V}_{\text{Düse}} = 4 \text{ Lmin}^{-1}$ sinkt der Medianwert der Feinpartikelfraktion von $d_{\text{med}} = 0,18 \mu\text{m}$ bei $T_{\text{Öl}} = 15 \text{ °C}$ auf $d_{\text{med}} = 0,14 \mu\text{m}$ bei $T_{\text{Öl}} = 30 \text{ °C}$ ab. Bei dem höchsten Volumenstrom von $\dot{V}_{\text{Düse}} = 7 \text{ Lmin}^{-1}$ ergibt sich ein Faktor von 1,3 zwischen der höchsten und der niedrigsten Öltemperatur.

Insgesamt zeigen diese Daten, dass je höher die Öltemperatur ist, desto kleiner ist der anzahlbasierte Medianwert. Das identische Verhalten ist auf die Erhöhung des Düsenvolumenstroms anzuwenden.

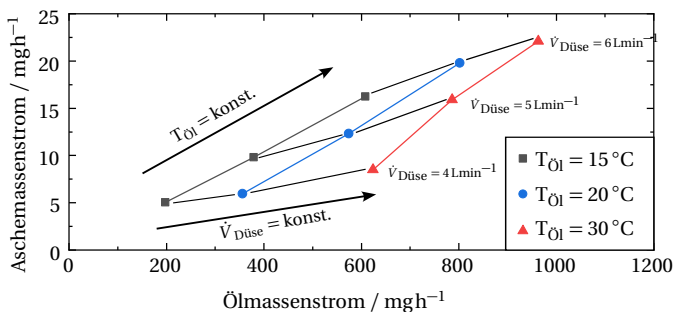
In Kombination: aus der Erhöhung von Düsenvolumenstrom und Öltemperatur ist zu erkennen, dass die zuvor erzeugten Öltropfen im allgemeinen zu kleineren Aschepartikeln umgesetzt werden. Dies liegt zum einen an der thermischen Umsetzung der Öltropfen zu Aschepartikeln, wodurch eine große Anzahl von Öltropfen der Grobfraktion zu Aschepartikeln in der Feinfraktion umgesetzt werden, da nur SAG des Öls als Aschepartikel verbleibt. Zum anderen an der Viskositätsänderung des Motoröls, wodurch mehr kleine Öltropfen während der Zerstäubung erzeugt werden. Nach diesen Daten hat die Öltemperatur einen geringeren Einfluss auf die Medianwerte der Aschepartikeln und einen höheren Einfluss auf die Gesamtanzahlkonzentration der entstehenden Partikeln.

Die Ergebnisse des Aschemassenstroms bestätigen die vorigen Daten und sind in Tabelle 4.2 aufgelistet. Je höher die Öltemperatur und der Düsenvolumenstrom in dem untersuchten Parameterbereich gewählt wird, desto mehr Öl wird zerstäubt, der Ölmassenstrom steigt an und schlussfolgernd entsteht ein größerer Aschemassenstrom.

Zusammenfassend zeigen die Ergebnisse, dass der Einfluss des Düsenvolumenstroms größer ist als der Einfluss der Öltemperatur auf die Aschepartikeln, was in Abb. 4.7 grafisch durch die Korrelation zwischen Öl- und Aschemassenstrom dargestellt ist.

Tabelle 4.2: Gravimetrisch bestimmte Massenströme der generierten Aschepartikeln bei variiertem Öltemperatur und Düsen-
volumenstrom.Prozessparameter: SAG = 4,5 %, $T_{\text{Öl}}$ = variiert, $\dot{V}_{\text{Düse}}$ = variiert, $T_{\text{Ofen}} = 1200\text{ }^{\circ}\text{C}$, $T_{\text{Gas}} = 910\text{ }^{\circ}\text{C}$.

$\dot{V}_{\text{Düse}}$	4 L min ⁻¹	5 L min ⁻¹	6 L min ⁻¹
$T_{\text{Öl}} = 15\text{ }^{\circ}\text{C}$	5,0 mg h ⁻¹	9,8 mg h ⁻¹	16,2 mg h ⁻¹
$T_{\text{Öl}} = 20\text{ }^{\circ}\text{C}$	6,0 mg h ⁻¹	12,3 mg h ⁻¹	19,8 mg h ⁻¹
$T_{\text{Öl}} = 30\text{ }^{\circ}\text{C}$	8,5 mg h ⁻¹	15,9 mg h ⁻¹	22,1 mg h ⁻¹

**Abbildung 4.7:** Korrelation zwischen den gravimetrisch bestimmten Öl- und Aschemassenströmen im Zusammenhang mit der
Öltemperatur und dem Düsenvolumenstrom.Prozessparameter: SAG = 4,5 %, $T_{\text{Öl}}$ = variiert, $\dot{V}_{\text{Düse}}$ = variiert, $T_{\text{Ofen}} = 1200\text{ }^{\circ}\text{C}$, $T_{\text{Gas}} = 910\text{ }^{\circ}\text{C}$.

Mit der Erhöhung der Öltemperatur nimmt der Aschemassenstrom im Verhältnis zum Ölmassestrom nur leicht zu. Bei einer Erhöhung des Düsenvolumenstroms steigt dieser jedoch deutlich stärker an.

Durch den erhöhten Aschemassenstrom ist es möglich, einen Partikelfilter schneller für experimentelle Untersuchungen zu beladen. Die Öltemperatur sollte dafür mit dem verwendeten Versuchsstand auf $T_{\text{Öl}} = 30\text{ }^{\circ}\text{C}$ und der Düsenvolumenstrom auf $\dot{V}_{\text{Düse}} = 6\text{ Lmin}^{-1}$ eingestellt werden, da hier eine annähernd vollständige thermische Umsetzung der Öltropfen in Aschepartikeln gewährleistet werden kann.

Die Erkenntnisse aus diesem Kapitel wurden in den folgenden Untersuchungen verwendet, um sich für einen Betriebspunkt der Aschegenerierung zu entscheiden und mit diesem die folgenden Experimente der Umlagerungsvorgänge durchzuführen. Dieser Betriebspunkt wird im folgenden Kapitel definiert und in den Ergebnissen der Umlagerungsvorgängen von Partikelstrukturen mit der Regeneration des MFKs in Kapitel 6.2 verwendet.

4.1.3 Gewählter Betriebspunkt der Aschesynthese

Die Einflussanalysen des SAGs, der Öltemperatur und des Düsenvolumenstroms verfolgten mehrere Ziele: Zum einen die Generierung möglichst vieler Aschepartikeln, also eines möglichst großen Aschemassenstroms, und zum anderen eine möglichst vollständige thermische Umsetzung mit nur einem geringen Restanteil an organischen Bestandteilen. Aus den gewonnenen und diskutierten Erkenntnissen der vorherigen Kapitel wurde ein Betriebspunkt für die Experimente zu den Umlagerungsvorgängen von Partikelstrukturen mit Filterregeneration ausgewählt, die in Kapitel 6.2 evaluiert werden.

Im Folgenden wird der geeignetste Betriebspunkt aus den vergangenen Experimenten zusammengefasst. Die resultierenden Prozessparameter sind in Tabelle 4.3 aufgelistet.

Tabelle 4.3: Prozessparameter des ausgewählten Betriebspunktes der Aschesynthese für die folgenden Untersuchungen der Umlagerungsvorgänge mit Filterregeneration.

Parameter	Werte
SAG	4,5 %
$T_{\text{Öl}}$	30 °C
$\dot{V}_{\text{Düse}}$	6 Lmin ⁻¹
T_{Ofen}	1200 °C
T_{Gas}	910 °C

Partikelgrößenverteilungen und elektronenmikroskopische Untersuchungen

Die anzahlbasierte PSD der generierten Aschepartikeln auf einem Sintermetallfilter vor der Regeneration (a) und dazugehörige REM-Aufnahmen der Aschepartikeln vor und nach der Regeneration (b und c) sind in Abb. 4.8 dargestellt.

Wie aus den vorherigen Kapiteln hervorgeht, liegen die Aschepartikeln als breite anzahlbasierte Partikelgrößenverteilung vor. Die Partikeln haben eine sphärische Geometrie mit einer rauen Oberfläche. Um den Einfluss der Regeneration auf die Aschepartikeln zu analysieren, wurden die Aschepartikeln nach einem Regenerationsexperiment mittels REM-Aufnahmen erneut optisch analysiert. Die Aschepartikeln vor und nach der Regeneration, also nach der Erhitzung auf eine Regenerationstemperatur von $T_{\text{Reg}} = 570 \text{ °C}$ für eine Regenerationszeit von $t_{\text{Reg}} = 180 \text{ min}$, weisen keine visuellen Veränderungen auf, was erste Hinweise darauf gibt, dass nur geringe Restbestandteile organischen Materials in den Aschepartikeln unmittelbar nach der thermischen Umsetzung im Ofen vorhanden sind. Das bedeutet, dass während der Regenerationsexperimente keine Oxidation von Komponenten der Aschepartikeln stattfindet und die Asche somit als inertes Partikelsystem eingeordnet werden kann.

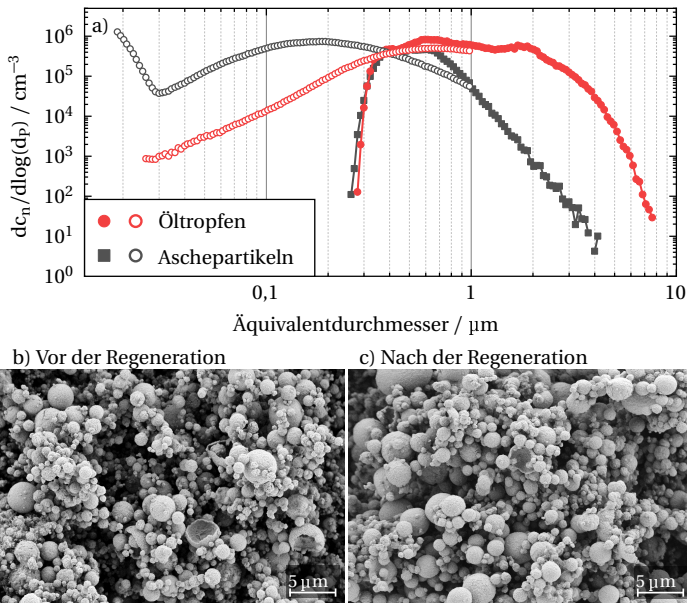


Abbildung 4.8: a) Anzahlbasierte Partikelgrößenverteilung der Öltröpfen und Aschepartikeln des ausgewählten Betriebspunktes für Experimente der Umlagerungsvorgänge von Partikelstrukturen und REM-Aufnahmen der Aschepartikeln abgeschieden auf einem Sintermetallfilter b) vor und c) nach deren Regeneration im MFK. Prozessparameter: $T_{\text{O}_1} = 30^\circ\text{C}$, $\dot{V}_{\text{Düse}} = 6 \text{ Lmin}^{-1}$, $T_{\text{Ofen}} = 1200^\circ\text{C}$, $T_{\text{Gas}} = 910^\circ\text{C}$.

Thermogravimetrische Analyse

Um die These eines inerten Partikelsystems zu überprüfen, wurde für den ausgewählten Betriebspunkt eine dynamische, nicht-isotherme thermogravimetrische Analyse (TGA) der Aschepartikeln bei einer konstanten Heizrate von $\beta = 6 \text{ K min}^{-1}$ und Sauerstoffkonzentration von $c_{\text{O}_2} = 21\%$ durchgeführt. Diese O_2 -Konzentration ist dieselbe, wie sie auch in den Regenerationsexperimenten verwendet wurde. Das Verfahren ist vergleichbar mit dem, das in den Veröffentlichungen von Hagen et al. [51] oder Koch et al. [74] vorgestellt wurde.

Ziel dieses Experiments ist es die Massenabnahme der Aschepartikeln in Abhängigkeit der Temperatur zu studieren. Die differentielle Massenabnahme da/dT , siehe Kap. 2.1.2, die auch als Umsatzrate interpretiert werden kann, gibt dabei einen Aufschluss über die Oxidation organischer Komponenten, sofern diese in die Aschepartikeln eingebunden sind. Die genannte Größe ist auf den Maximalwert der Umsatzrate und der CO_2 -Konzentration normiert, die während der Reaktion gebildet wird und in Abb. 4.9 dargestellt.

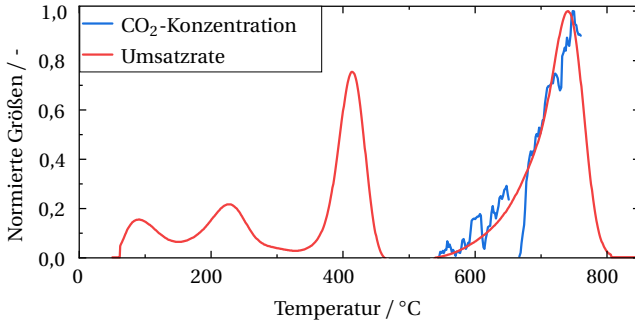


Abbildung 4.9: Normiertes, experimentell ermitteltes TGA-Profil der Aschepartikeln am definierten Betriebspunkt bei $c_{\text{CO}_2} = 21\%$, $c_{\text{N}_2} = 79\%$ und einer Heizrate $\beta = 6 \text{ K min}^{-1}$ und normierte CO_2 -Konzentration. Die Größen sind auf den gemessenen Maximalwert normiert. Prozessparameter: $\text{SAG} = 4,5\%$, $T_{\text{O1}} = 30^\circ\text{C}$, $\dot{V}_{\text{Düse}} = 6 \text{ Lmin}^{-1}$, $T_{\text{Ofen}} = 1200^\circ\text{C}$, $T_{\text{Gas}} = 910^\circ\text{C}$.

Die differentielle Massenabnahme zeigt im Verlauf der Oxidation des Aschebetriebspunktes vier temperaturabhängige Maxima in einem Bereich zwischen $T = 90^\circ\text{C} \dots 750^\circ\text{C}$. Die Maximaltemperatur T_{max} , in diesem Experiment bei $T_{\text{max}} = 741^\circ\text{C}$, wird häufig zur Angabe der Reaktivität gegenüber der Oxidation verwendet, wobei ein niedriges T_{max} mit einer hohen Reaktivität verbunden ist und umgekehrt [93, 52].

Die Maxima der TGA bei den Temperaturen unter $T = 470^\circ\text{C}$ entstehen durch die Desorption und/oder die Verdampfung von flüchtigen organischen Bestandteilen. Dies ist bspw. auch bei Koch et al. [75] der Fall, die Partikeln aus einem 4-Zylinder GDI-Motor auf ihre Reaktivität untersucht haben. Diese Maxima müssen jedoch hier nicht weiter diskutiert werden, da die parallel mittels Fourier-Transformations-Infrarot-Spektroskopie (FTIR) gemessene CO_2 -Konzentration (siehe Abb. 4.9) bestätigen, dass in diesem Temperaturbereich keine Oxidation organischer Komponenten der Aschepartikeln stattfindet, da kein CO_2 detektiert wurde. Das Produktgas der Oxidation, CO_2 , wird erst ab einer Temperatur von $T = 515^\circ\text{C}$ gemessen.

Eine signifikante Oxidation organischer Komponenten, die in die Ascheagglomerate eingebunden sind, beginnt erst bei Temperaturen von größer $T = 600^\circ\text{C}$. Diese Oxidation könnte auch auf eine potenzielle Carbonat-Zersetzung (z.B. Magnesiumcarbonat) in den Aschepartikeln hindeuten. Dies bestätigen auch die der Umsatzrate folgende CO_2 -Konzentration. Der Anstieg der Umsatzrate links vom Maximum bei einer Temperatur von $T_{\text{max}} = 741^\circ\text{C}$ ist dabei auf den Anstieg der Oxidationsrate mit steigender Temperatur zurückzuführen [52], ganz so, wie es in Kap. 2.1.1 theoretisch gezeigt wurde.

Aufgrund dieser Ergebnisse sowie weiteren Analysen des Einflusses der Regenerationstemperatur auf die Partikeloxidation bzw. auf den Schichtaufbruch im MFK (siehe Kapitel 6.2.2) wurde die Regenerationstemperatur auf $T_{\text{Reg}} = 570^\circ\text{C}$ für die Experimente zu den Umlagerungsvorgängen von Partikelstrukturen mit Filterregeneration festgelegt. Somit kann eine potentielle

Oxidation kohlenstoffhaltiger Strukturen, die in die Ascheagglomerate eingebunden sind, ausgeschlossen werden.

Elementanalyse mittels ICP-OES

In Kapitel 4.1.1 wurden die Aschepartikeln mittels EDX analysiert. Dabei wurde deutlich, dass der verwendete Glasfaserfilter große Mengen an Elementen beinhaltet, die auch Bestandteil der Aschepartikeln sind und die Ergebnisse deswegen kritisch betrachtet werden mussten. Aus diesem Grund wurde für die Aschepartikeln des gewählten Betriebspunktes eine weitere Elementanalyse mittels ICP-OES durchgeführt. In Tabelle 4.4 sind die Ergebnisse dieser Elementanalyse der Aschepartikeln beim gewählten Betriebspunkt aufgelistet.

Tabelle 4.4: Elementanalyse der Aschepartikeln mittels ICP-OES und vorherigem Mikrowellenaufschluss.

Element	Al	Ca	Mg	Na	P	S	Si	Ti	Zn
Werte / gkg⁻¹	0,18	277,37	3,99	0,38	192,49	30,61	0,42	0,79	0,25

Die Ergebnisse der Elementanalyse zeigen, dass auch in diesem Fall der größte Anteil in der Asche auf dem Element Calcium basiert. Im Allgemeinen sind die Ergebnisse in hervorragender Übereinstimmung mit den im Öl vorhandenen chemischen Elementen (vgl. Tabelle 3.1). Nach Calcium sind die im Motoröl am häufigsten vorkommenden Elemente Phosphor und Schwefel, was auch in den generierten Aschepartikeln in einer großen Menge nachgewiesen wurde. Wie schon in Kapitel 4.1.1 diskutiert, sind in der Asche während der thermischen Umsetzung Verbindungen aus Calcium und Schwefel entstanden.

Zusammenfassend kann der ausgewählte Betriebspunkt zur Erzeugung der Aschepartikeln als inertes Partikelsystem verwendet werden, da während der Regenerationsexperimente in dem ausgewählten Temperaturbereich keine Oxidation organischer Bestandteile der Aschepartikeln stattfindet und auch die Partikelgröße und die elementare Zusammensetzung mit Asche aus der motorischen Verbrennung vergleichbar ist.

4.2 Charakterisierung der Rußpartikeln

Um Partikelschichten aus reaktiven und inerten Partikeln im Modellfilterkanal zu generieren, ist es ebenfalls wichtig die reaktiven Partikeln zu charakterisieren. Für deren Charakterisierung wurden verschiedene C:O Verhältnisse während der Rußsynthese im Rußgenerator getestet. Die Variation der Verhältnisse ist im Anhang in Kapitel A.1.2 dargestellt.

In diesem Kapitel wird auf den ausgewählten Betriebspunkt des Rußgenerators eingegangen. Die Betriebsparameter des Rußgenerators sind in Tabelle 4.5 aufgelistet.

Tabelle 4.5: Verwendete Betriebsparameter des Rußgenerators für die Herstellung der Rußpartikeln.

Gas	Volumenstrom / Lmin ⁻¹
Propan	0,05
Stickstoff	2,0
Oxidationsluft	1,0
Mischgas (Stickstoff)	0,0
Verdünnungsluft	0,0

Partikelgrößenverteilungen und elektronenmikroskopische Untersuchungen

Die anzahlbasierte Partikelgrößenverteilung sowie eine REM-Aufnahme der Rußpartikeln sind in Abb. 4.10 dargestellt.

Die anzahlbasierte PSD der Rußpartikeln ist schmal verteilt und der anzahlbasierte Modalwert der Rußagglomerate liegt bei $d_{\text{mod}} = 85$ nm. Die Verteilung bezieht sich nicht auf die Primärpartikeln des Rußes, die eine Partikelgröße von $d_p = 20$ nm ... 40 nm vorweisen, sondern auf die gemessenen Agglomerate, die während bzw. auch nach der Generierung im Rußgenerator entstehen und auch in der REM-Aufnahme in Abb. 4.10 b) deutlich zu erkennen sind.

Messungen der Rußpartikelgrößen aus dem Abgasaerosol von Diesel- und Ottomotoren wurden z.B. von Fissan et al. [40], Liati et al. [84], Zöllner und Brüggemann [137] und Koch et al. [75] untersucht und liegen in einem vergleichbaren Partikelgrößenbereich.

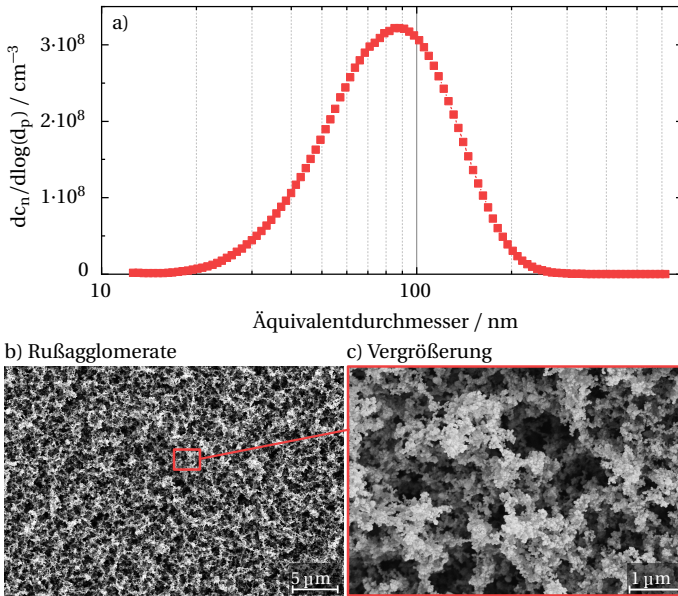


Abbildung 4.10: a) Anzahlbasierte Partikelgrößenverteilung der Rußpartikel des gewählten Betriebspunktes des Rußgenerators aus Tabelle 4.5, b) REM-Aufnahmen der abgeschiedenen Rußpartikel auf einem Sintermetallfilter und c) dessen Vergrößerung nach [2].

Thermogravimetrische Analyse

Die Verwendung einer einzigen Rußart gewährleistet eine konstante Reaktivität über alle durchgeführten Experimente in dieser Forschungsarbeit. Um die Reaktivität der Rußpartikel zu bestimmen, wurde, vergleichbar zu Kapitel 4.1.3, ein dynamisches, nicht-isothermes TGA-Experiment mit einer konstanten Heizrate von $\beta = 5 \text{ K min}^{-1}$ und der in den Regenerationsexperimenten verwendeten Sauerstoffkonzentration von $c_{\text{O}_2} = 21 \%$ durchgeführt. Vergleichbar zu den TGA-Untersuchungen der Aschepartikel erlaubt die differentielle Massenabnahme $d\alpha/dT$ eine Analyse der Temperaturabhängigkeit der Oxidation. Somit können Rückschlüsse über die Reaktionsfreudigkeit des Rußsystems in Abhängigkeit der Regenerationstemperatur, die in den Experimenten zu den Umlagerungsvorgängen von Partikelstrukturen bei $T_{\text{Reg}} = 570^\circ\text{C}$ konstant gehalten wurden, abgeschätzt werden. Die Ergebnisse des normierten, experimentell ermittelten TGA-Profiles der Rußpartikel, zwei Einzeloxidationsprofile der Reaktivitätsklassen und die normierte CO_2 -Konzentration sind in Abb. 4.11 aufgetragen.

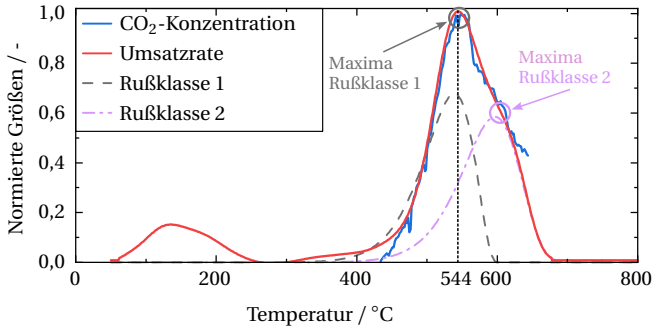


Abbildung 4.11: Normiertes, experimentell ermitteltes TGA-Profil der am Betriebspunkt generierten Rußpartikeln, zwei Einzeloxidationsprofile der Reaktivitätsklassen bei $c_{O_2} = 21\%$, $c_{N_2} = 79\%$ und einer Heizrate $\beta = 5 \text{ K min}^{-1}$ und die normierte CO_2 -Konzentration. Die Größen sind auf den gemessenen Maximalwert normiert.

Die differentielle Massenabnahme (Umsatzrate) der Rußpartikeln weist zwei Maxima bei $T_1 = 136^\circ\text{C}$ und $T_{\max} = 544^\circ\text{C}$ auf. Das Maximum der niedrigen Temperatur ist erneut auf die Desorption/Verdampfung von VOC zurückzuführen. Auch in diesem Fall wird nicht das Oxidationsprodukt - CO_2 - gemessen. Die Temperatur der maximalen Oxidationsrate liegt schlussfolgernd bei $T_{\max} = 544^\circ\text{C}$. Der Anstieg links vom Temperaturmaximum ist dabei auf den Anstieg der Oxidationsrate mit steigender Temperatur und der Abfall, rechts vom Maximum, ist auf den Verbrauch des Rußes während des nicht-isothermen Experimentes zurückzuführen [52].

Bei einer genauen Betrachtung des Profils der differentiellen Massenabnahme ist zu erkennen, dass dieses in zwei Reaktivitätsklassen eingeteilt werden kann, d.h. die Umsatzrate besitzt zwischen $T = 400^\circ\text{C} \dots 700^\circ\text{C}$ zwei Maxima, die ineinander übergehen. Die Maxima der beiden Rußklassen sind im Profil der Umsatzrate in Abb. 4.11 markiert. Zusätzlich sind die jeweiligen Einzelsatzprofile der beiden Rußklassen als gestrichelte Linien eingezeichnet. Diese Überlagerung von Oxidationsprofilen von zwei Rußklassen wurde im Kontext von motorischen Rußpartikeln mehrfach beobachtet [50, 74, 75]. Die Grundlagen der numerischen Anpassung dieser Profile können in Hagen et al. [50] nachgelesen werden und beruhen auf multipler nicht-linearer Regression basierend auf dem Levenberg-Marquardt-Algorithmus. Als Ergebnis dieses Vorgehens werden nicht exklusiv die beiden Reaktivitätsklassen erhalten, sondern auch deren kinetische Parametersätze, die in Tabelle 4.6 aufgeführt sind.

Die im TGA-Profil zu geringeren Temperaturen verschobene Rußklasse ist als reaktiver zu bewerten, weist ein $T_{\max,1} = 539^\circ\text{C}$ und eine Aktivierungsenergie von $E_A = 130 \text{ kJ mol}^{-1}$ auf. Die Aktivierungsenergie der vergleichsweise unreaktiven Klasse ist um $\Delta E_A = 14 \text{ kJ mol}^{-1}$ erhöht, was sich in einer Zunahme von $T_{\max,2}$ äußert. Sowohl die Temperaturen der maximalen Umsatzrate als auch die abgeleiteten Aktivierungsenergien sind in Übereinstimmung mit im Verbrennungsmotor synthetisierten Rußpartikelsystemen [38, 74, 75].

In Kap. 2.1.2 wurde ein globalkinetischer Ansatz zur Beschreibung der Oxidation von Rußpartikeln vorgestellt. Unter Zuhilfenahme der kinetischen Parametersätze können die Oxidationszeiten bei einer isothermen Regeneration im MFK bei $T_{\text{Reg}} = 570\text{ °C}$ für die beiden Rußklassen abgeschätzt werden. Dabei wird davon ausgegangen, dass die beiden Rußklassen, die gemäß der Analyse von Tab. 4.6 ungefähr in einem Massenverhältnis von 1:1 entstehen ($w_{\text{Ruß}}$ entspricht hier dem Massenanteil), unabhängig voneinander oxidieren, was gemäß Hagen et al. [50] eine gerechtfertigte Annahme ist. Die Zeitskalen für die Oxidation ist nach Erreichen der Regenerationstemperatur für die reaktive Rußklasse mit ungefähr zehn Minuten und für die unreaktive Rußklasse mit ungefähr vierzig Minuten anzugeben und damit in hervorragender Übereinstimmung mit den im späteren Verlauf vorgestellten Regenerationsexperimenten im MFK.

Tabelle 4.6: Kinetische Parameter für die Anpassung der experimentellen TGA-Experimente und Temperatur der maximalen Umwandlung T_{max} .
Prozessparameter: $c_{\text{O}_2} = 21\%$, $c_{\text{N}_2} = 79\%$, $\beta = 5\text{ K min}^{-1}$

	$w_{\text{Ruß}} / \%$	$k_{0,\text{ox}} / \text{K}^{-1}$	$E_{\text{A}} / \text{kJ mol}^{-1}$	$n / -$	$T_{\text{max}} / \text{°C}$
Rußklasse 1	50	$5,5 \cdot 10^7$	130	0,8	539
Rußklasse 2	50	$1,0 \cdot 10^7$	144	1,0	597

Zusammenfassend sind die Rußpartikeln des ausgewählten Betriebspunktes in Bezug auf ihre Primärpartikelgröße, Agglomeratgröße und Reaktivität mit Rußpartikeln aus der motorischen Verbrennung vergleichbar. Auch die TGA-Ergebnisse bestätigen die ausgewählte Temperatur der Regenerationsexperimente von $T_{\text{Reg}} = 570\text{ °C}$, da in diesem Bereich beide Rußklassen eine ausreichend hohe Oxidationsrate aufweisen.

5 Filtration - Schichtbildung mit reaktiven und inerten Partikeln

Nachdem die reaktiven und inerten Partikeln synthetisiert und zwei Betriebspunkte festgelegt wurden, folgt im nächsten Schritt die Filtration dieser Partikeln im MFK. Das Ziel ist eine homogene Partikelschicht zu erzeugen, die als Grundlage für die anschließenden experimentellen Untersuchungen der Umlagerungsvorgänge dienen sollen. Dafür werden die Aerosole in den MFK geleitet und eine massenbasierte Abscheidung der Partikeln auf dem Sintermetallfilter durchgeführt.

Die Filtration der Aerosole im MFK wurde zum einen in situ beobachtet und zum anderen wurde zeitgleich der Druckverlust über dem Filterkanal gemessen. Hierbei werden in der folgenden Abb. 5.1

- der **Druckverlustverlauf** während der Filtration der Aerosole mit unterschiedlichen Reaktiv-Inert-Verhältnissen - RI = 100/0, 75/25, 50/50, 0/100 -, wie sie auch in Kapitel 6.2.3 für die Umlagerungsvorgänge mit Regeneration verwendet werden,
- eine **visuelle Auswertung** von definierten Beladungszeitpunkten des Filtermediums mit Rußpartikeln mittels Bildaufnahmen und
- **Zeichnungen des schematischen Querschnitts durch die Filterwand** bei definierten Beladungszeitpunkten, die in der Druckverlustkurve markiert sind,

dargestellt.

Die Aerosolgeschwindigkeit am Kanaleinlass war bei allen Untersuchungen mit $v_{\text{Aerosol}} = 13,1 \text{ m s}^{-1}$ konstant. Bei dieser Geschwindigkeit zeigten erste Untersuchungen, dass sich die Partikeln als Schicht im Filterkanal (Depositionsmuster der Schichtbildung von reaktiven und inerten Partikeln) ablagern und nicht das Depositionsmuster der Kanalverfüllung bilden. Das Depositionsmuster der Kanalverfüllung bildet sich ab Aerosolgeschwindigkeiten von $v_{\text{Aerosol}} = 18,0 \text{ m s}^{-1}$, bei welcher die Partikeln während der Filtration bis an das Kanalende des Einlasskanals transportiert werden.

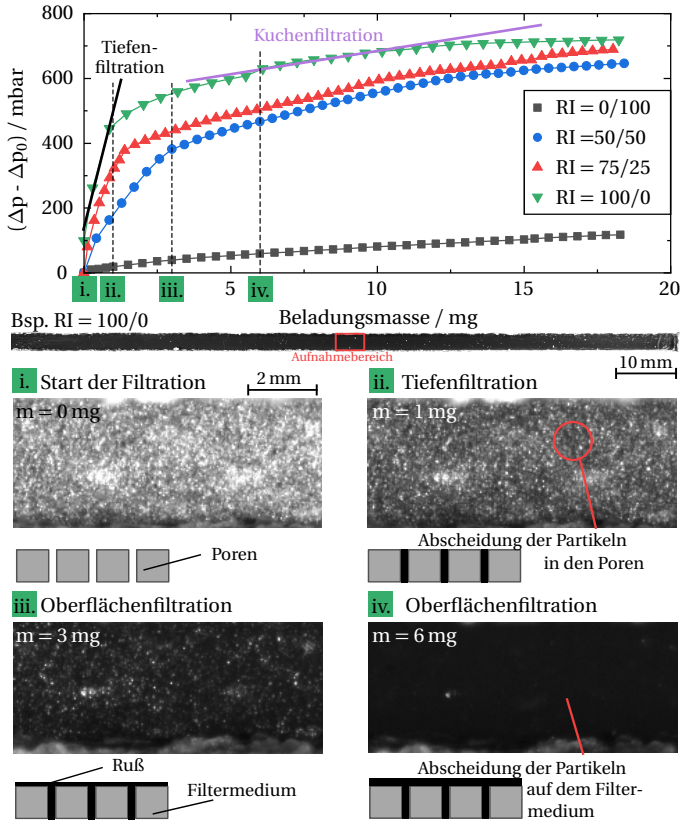


Abbildung 5.1: Druckverlust über der Beladungsmasse während der Filtration von Aerosolen mit Unterschieden im RI-Verhältnis im MFK und Bilder i. - iv.: Ausschnitte von Aufnahmen der verschiedenen Beladungszeitpunkte während der Filtration eines Aerosols mit RI = 100/0 und schematische Zeichnungen der Filtrationsstufen auf einem Sintermetallfilter.

Prozessparameter: RI = variiert, $v_{\text{Aerosol}} = 13,1 \text{ m s}^{-1}$, $T = 20^\circ\text{C} \dots 25^\circ\text{C}$

Der Druckverlustverlauf bei dem der Anfangsdruckverlust des unbeladenen Filters Δp_0 subtrahiert wurde, zeigt bei den unterschiedlichen RI-Verhältnissen jeweils zwei aufeinanderfolgende Filtrationsbereiche:

- die Tiefenfiltration und
- die Oberflächen- / Kuchenfiltration.

Im Zusammenhang mit dem Druckverlust und der visuellen Auswertung kann die Filtration in vier zeitlich abhängige Schritte eingeteilt werden, die sich auch auf die gezeigten Aufnahmen in Abb. 5.1 beziehen:

i. Start der Filtration

ii. Während der initialen Filtration werden die Partikeln hauptsächlich in der Filterwand abgeschieden, was zu einer Änderung von deren Mikrostruktur führt und in einem steilen Anstieg des Druckverlustes während der Anfangsbeladung resultiert [30]. Aufnahme (1) zeigt, dass die Poren des Filtermediums mit Rußpartikeln gefüllt sind, was durch die schwarzen Punkte im Filtermedium sichtbar wird und als schematische Zeichnung, neben der Aufnahme visualisiert ist.

iii. Sobald sich keine Partikeln mehr in der Filterwand ablagern, beginnt die Kuchenfiltration bei welcher sich die Partikeln auf der Kanalwand - im Einlasskanal - abscheiden. Diese Filtrationsstufe zeichnet sich durch eine geringere Steigung des Druckverlustes aus und die Partikeln lagern sich um die schon gefüllten Poren an und weiten diese mit fortschreitender Zeit (Bild 2) aus bis das Filtermedium vollständig mit Partikeln bedeckt ist (Bild 4).

iv. Bei einer Rußbeladung von $m = 6 \text{ mg}$ ist das Filtermedium nicht mehr sichtbar und vollständig mit Rußpartikeln bedeckt, währenddessen steigt der Druckverlust weiter an. Der Anstieg des Druckverlustes ist dabei von der Dicke und Permeabilität der Partikelschicht abhängig [68]. Dadurch sind für die unterschiedlichen RI-Verhältnisse auch die Steigungen im Bereich der kuchenbildenden Filtration verschieden. In diesen Experimenten und nach einer Beladungsmasse von $m = 18 \text{ mg}$ ist zu erkennen, dass der Druckverlustanstieg in diesem Bereich nicht linear ist. Dies deutet auf eine inhomogene Schichtbildung hin, was im folgenden Abschnitt noch näher betrachtet wird.

Die grundlegende Einteilung der beiden, auch hier gesehenen Filtrationsbereiche - die Tiefen- und Kuchenfiltration -, die jeweils einen charakteristischen Anstieg des Druckverlustes verursachen, sind seit vielen Jahren bekannt und wurde von Autoren wie Tien and Payatakes [123], Tien and Bai [122] und Zhang et al. [133] sowie Suresh et al. [120] und Yamaguchi et al. [131] veröffentlicht.

Die hier gezeigten Ergebnisse, die mit dem für diese Forschungsarbeit konstruierten MFK erzielt wurden, bestätigen, dass die grundlegende Filtration sowie die dabei entstehende Partikelschicht ein geeignetes Modellsystem darstellt, um die in dieser Arbeit gewonnenen Ergebnisse auf einen Partikelfiter zu übertragen.

Zwar sind bei allen untersuchten Filtrationen der unterschiedlichen RI-Verhältnissen die Filtrationsbereiche im Druckverlustverlauf zu erkennen, jedoch unterscheiden sie sich in ihren Steigungen.

Je höher der Rußanteil des Aerosols ist, desto steiler ist der Druckverlustanstieg im Bereich der Tiefenfiltration. Die kleineren Rußagglomerate von $d = 85 \text{ nm}$ werden zunächst durch Diffusionsabscheidung in den Poren des Sintermetallfilters abgeschieden. Die größeren Aschepartikeln, die in einer breiten Partikelgrößenverteilung (siehe Kapitel 4.1.3) vorliegen, befinden sich im Übergangsbereich zwischen Diffusions- und Trägheitsabscheidung. Die Wahrscheinlichkeit, dass sich die Aschepartikeln auf dem Filtermedium abscheiden, ist aufgrund ihrer Größe erhöht, wodurch der Druckverlust langsamer ansteigt und global betrachtet eine geringere Steigung hat. Zusätzlich wird während der Rußgenerierung Wasserdampf gebildet, welcher die relative Feuchtigkeit des Aerosols auf bis zu $\varphi = 95 \%$ erhöht, was ebenfalls zu einem steileren Anstieg des Druckverlustes führt [27] und den Unterschied zur Filtration mit Aschepartikeln darstellt.

Im Bereich der kuchenbildenden Filtration ist zu erkennen, dass dieser Bereich, nicht wie in der Theorie beschrieben, linear ansteigt, sondern sich stetig einem Grenzwert annähert. Dieses Verhalten kann auf eine inhomogene Schichtbildung im Filterkanal hindeuten, was im folgenden durch Schichtdickenmessungen noch untersucht wird. Des Weiteren wird der Volumenstrom durch den MFK, wie in Kapitel 3.3 beschrieben, mithilfe einer Pumpe und eines MFCs geregelt. Durch diesen Versuchsaufbau kann der Druckverlust nicht weiter linear ansteigen, da der Druckverlust über dem Filter sich an die Leistungsgrenze der Pumpe annähert und die maximale Beladungsmasse dadurch limitiert ist. Mit fortschreitender Filtrationszeit wird schlussfolgernd ein Druckverlustgrenzwert, was die abfallende Steigung der Druckverlustkurven der Experimente im Bereich der kuchenbildenden Filtration erklärt.

Analyse der Schichtdicken von Partikelschichten mit unterschiedlichen RI-Verhältnissen

Die Aerosole mit Unterschieden im RI-Verhältnis wurden massenbasiert im MFK abgeschieden, weswegen die Dicke der erzeugten Partikelschichten variieren. Für die schon im vorherigen Abschnitt gezeigten RI-Verhältnisse und einer Beladungsmasse von $m = 18 \text{ mg}$ sind die Schichtdicken über die Kanallänge in Abb. 5.2 aufgetragen. Die Messungen wurden an drei Stellen auf dem beladenen Sintermetallfilter, wie in Kapitel 3.3 vorgestellt, durchgeführt.

Über die gesamte Kanallänge weisen die abgeschiedenen Partikelschichten für die untersuchten RI-Verhältnisse nur geringfügige Schwankungen auf.

Mit steigendem, massenbasierten Rußanteil wird die Partikelschicht im MFK dicker. Dabei liegen die reine Ascheschicht ($RI = 0/100$) sowie die Mischschichten ($RI = 50/50$ und $RI = 75/25$) in einem Größenbereich zwischen $h = 70 \text{ }\mu\text{m}$... $103 \text{ }\mu\text{m}$. Die vollständig reaktive Partikelschicht mit $RI = 100/0$ besitzt eine durchschnittliche Schichtdicke von $h = 200 \text{ }\mu\text{m}$ und liegt damit um einen Faktor von ca. 2,3 über den anderen Partikelschichten. Die Schichten aus reaktiven und inerten Partikeln sowie deren Mischschichten wurden massenbasiert im MFK abgeschieden. Dabei haben die Partikeleigenschaften, wie die Partikelgröße (vgl. Kapitel 4) und die Partikeldichte einen

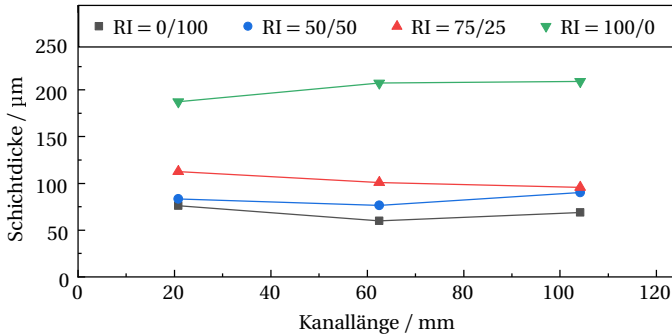


Abbildung 5.2: Schichtdicken der Partikelschichten mit unterschiedlichen RI-Verhältnissen.
 Prozessparameter: RI = variiert, $v_{\text{Aerosol}} = 13,2 \text{ m s}^{-1}$, $T = 20^\circ \text{C} \dots 25^\circ \text{C}$, $m = 18 \text{ mg}$

Einfluss auf die dabei entstehende Schichtdicke. Die Dichte der Aschepartikeln liegt mit durchschnittlichen Werten zwischen $\rho_{\text{Asche}} = 2500 \text{ kg m}^{-3} \dots 3000 \text{ kg m}^{-3}$ von einem einzelnen Aschepartikel [132] deutlich über der Dichte von Rußpartikeln aus der dieselmotorischen Verbrennung, die von Park et al. [97] mit $\rho_{\text{Ruß}} = 1700 \text{ kg m}^{-3} \dots 1800 \text{ kg m}^{-3}$ von einem Rußagglomerat bestimmt wurde. Eine geringere Partikeldichte führt somit bei einer konstanten Partikelmasse zu einem größeren Volumen, was sich auf den Wert der Schichtdicke auswirkt.

Wie in Abb. 5.1 gezeigt, ist der Druckverlust der Rußschicht höher als der Druckverlust der anderen filtrierten Partikelschichten. Im Zusammenhang mit dem Druckverlust aus Abb. 5.1 folgt, dass der Druckverlust mit steigender Schichtdicke höher ist, auch unabhängig von der Zusammensetzung der Partikelschicht. Gleichzeitig steht die Schichtdicke im direkten Zusammenhang zur Partikeldichte der einzelnen abgeschiedenen Partikeln, d.h. je geringer die Partikeldichte ist, desto dicker wird, bei einer massenbasiert Abscheidung, die Partikelschicht.

Dabei muss beachtet werden, dass ebenfalls die Permeabilität der Partikelschicht eine wichtige Rolle beim Anstieg des Druckverlust spielt. Durch den Verschluss der Poren aufgrund der Rußpartikeln wird die Durchlässigkeit des Filtermediums reduziert. Die Rußagglomerate mit einem Modalwert von $d = 85 \text{ nm}$ werden zu Beginn der Filtration durch Diffusionsabscheidung hauptsächlich in den Poren des Filtermediums abgeschieden. Die größeren Aschepartikeln, welche sich im Übergangsbereich zwischen Diffusions- und Trägheitsabscheidung befinden, werden hingegen bevorzugt auf dem Filtermedium und nicht in dessen Poren abgelagert. Die genaue Permeabilität der unterschiedlichen Partikelschichten wurde in dieser Arbeit nicht bestimmt.

Visuelle Analyse der Partikelschichten mit Unterschieden im RI-Verhältnis mittels REM-Aufnahmen

Für einen zusätzlichen visuellen Eindruck sind in Abb. 5.3 REM-Aufnahmen der unterschiedlichen Partikelschichten, die im MFK gebildet wurden, vergleichend dargestellt. Die Aufnahmen wurden in der Mitte des Einlasskanals nach einer Kanallänge von $X = 62,5$ mm gemacht.

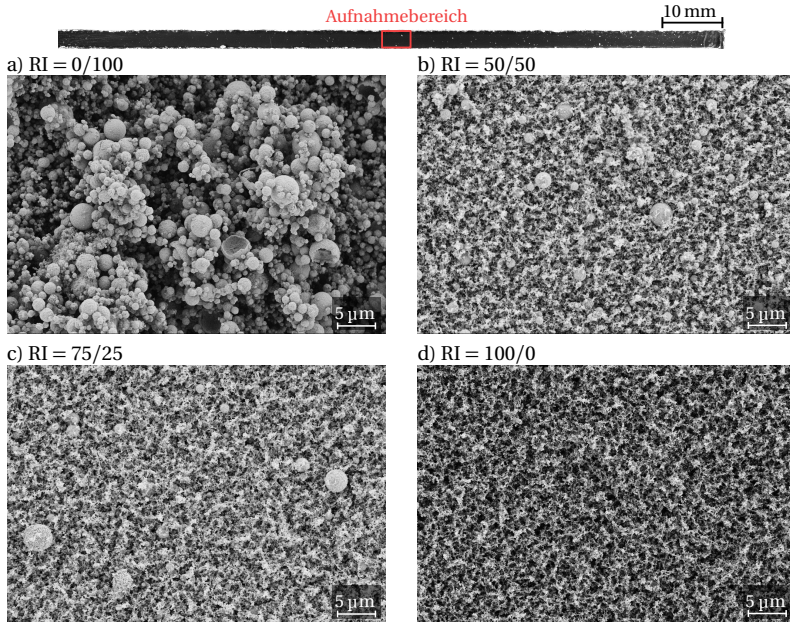


Abbildung 5.3: REM-Aufnahmen der Partikelschichten auf Sintermetallfilter mit variiertem RI-Verhältnis. Aufnahmen wurden aus der Mitte des Einlasskanals nach $X = 62,5$ mm aufgenommen. Prozessparameter: $m = 18$ mg, $v_{\text{Aerosol}} = 13,1$ m s⁻¹, $T = 20$ °C ... 25 °C.

Die visuelle Auswertung der Asche- und Rußpartikeln, wie in Abb. 5.3 a) und d) erneut gezeigt, ist schon aus Kapitel 4.1.3 und 4.2 bekannt - die Aschepartikel liegen als einzelne, sphärische Partikel und die Kohlenstoffnanopartikel des Rußes als Agglomerate vor.

Bei den gemischten Partikelschichten mit $RI = 50/50$ (b) und $RI = 75/25$ (c) sind die Aschepartikeln innerhalb des Rußbettes eingeschlossen und es sind nur wenige Aschepartikeln in der obersten Partikelschicht zu erkennen. Eine anschließende Oxidation der Rußpartikeln bei 570 °C in einem Muffelofen bestätigt, dass das abgeschiedene Reaktiv-Inert-Verhältnis mit dem theoretisch bestimmten Verhältnis übereinstimmt. Die Aschepartikeln wurden schlussfolgernd in den

unteren Schichten abgeschieden und allein der massenbasiert Inertanteil blieb nach der Regeneration des Filters auf dem Filtermedium zurück.

Analyse des Einflusses der abgeschiedenen Partikelmasse auf die Schichtdicke einer Rußschicht

Die Schichtdicke hängt ebenfalls von der filtrierten Partikelmasse ab. Zusätzlich zu den untersuchten RI-Verhältnissen ist in Abb. 5.4 der Einfluss der filtrierten Rußmasse auf die Schichtdicke einer Partikelschicht mit RI = 100/0 dargestellt.

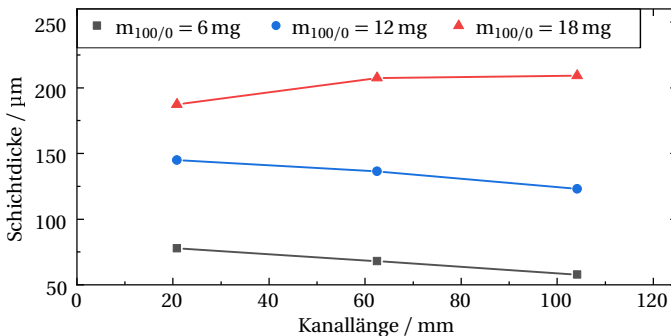


Abbildung 5.4: Schichtdicken der Partikelschicht nach der Filtration von variierten Rußmassen.
 Prozessparameter: RI = 100/0, $v_{\text{Aerosol}} = 13,1 \text{ m s}^{-1}$, $T = 20^\circ\text{C} \dots 25^\circ\text{C}$, $m = \text{variiert}$

Wie zu erwarten, nimmt die Schichtdicke mit der Erhöhung der filtrierten Masse zu. Innerhalb der Kanallänge weisen die beiden dünneren Rußpartikelschichten ($h = 60 \mu\text{m}$ bei $m = 6 \text{ mg}$, $h = 135 \mu\text{m}$ bei $m = 12 \text{ mg}$) eine Abnahme der Schichtdicke zum Kanalende zwischen 15,1 % und 25,7 % auf. Aufgrund der geringeren abgeschiedenen Partikelmasse wird die Beladungszeit - die Zeit währenddessen der MFK mit dem definierten Aerosol durchströmt wird - reduziert. Bensaïd et al. [21] beschrieben in ihren Untersuchungen, dass zu Beginn des Filtrationsprozesses in einem Partikelfilter das Strömungsprofil des Aerosols vergleichbar mit dem einer Gasströmung ist, da die Partikeln vom Gas getragen werden und vernachlässigbare Trägheitseffekte aufweisen [21]. Das bedeutet, dass zu Beginn der Filtration die Partikeln am Kanaleinlass abgeschieden werden, da hier eine höhere Strömungsgeschwindigkeit herrscht, welche über die Kanallänge abnimmt [19]. Das Aerosol passiert schlussfolgernd direkt am Anfang des Einlasskanals die Filterwand, so dass in diesem Bereich vermehrt Partikeln abgeschieden werden. Nach der beginnenden Rußablagerung erhöht sich der viskose Widerstand der Gasdurchgangsgeschwindigkeit im Anfangsbereich des Einlasskanals - also durch die Filterwand - und die Ablagerung der Partikeln verschiebt sich stetig in Richtung des Kanalstopfens, da nun in diesem Bereich das Gas vermehrt die Filterwand durchströmt [21].

Mit fortschreitender Filtrationszeit entsteht eine Partikelschicht im MFK, die eine geringere Differenz der Schichtdicke zwischen Kanal Anfang und Kanalende, wie die Ergebnisse der Schichtdicken bei einer Beladung von $m = 18 \text{ mg}$ in Abb. 5.4 zeigen, aufweist. Hierbei ist die Partikelschicht zwar am Kanal Anfang etwas dünner - die Abweichung zwischen Kanal Anfang und Kanalende beträgt in diesem Fall 11,6 % und liegt innerhalb der Standardabweichung.

6 Umlagerungsvorgänge von Partikelstrukturen

Nachdem nun die reaktiven und inerten Partikeln als Schicht im Modellfilterkanal abgeschieden wurden, wird der Fokus des folgenden Kapitels auf die Umlagerungsvorgänge von Partikelstrukturen und die Analyse der entstehenden Depositionsmuster in Abhängigkeit der Aerosol- und Betriebsbedingungen gelegt. Es wird untersucht, ob Partikelstrukturen umgelagert und bis an das Kanalende transportiert werden. So kann mit der Zeit aus der abgeschiedenen Partikelschicht das Depositionsmuster der Kanalverfüllung entstehen, wobei nur die inerten Partikeln im Filter verbleiben. Die reaktiven Partikeln oxidieren, auch während und nach einem Umlagerungsvorgang, weiter und werden somit aus dem Filter entfernt, dass keine Analyse des Depositionsmusters für diese Fälle stattfindet.

Für die Untersuchungen ist es, aufgrund der Verwendung des für diese Forschungsarbeit konstruierten Modellfilterkanals, bei welchem der komplette Einlasskanal mit einer Hochgeschwindigkeitskamera beobachtet werden kann, möglich die Umlagerung von Partikelstrukturen in situ zu verfolgen. Durch dieses Vorgehen können nicht nur die Zeitpunkte sowie Orte der Resuspensionen bestimmt, sondern auch die Größe und die Flugbahn der resuspendierten Partikelstrukturen im Einlasskanal und die entstehenden Aschedepositionsmuster analysiert werden. Zusätzlich werden Einflüsse der Prozessparameter, wie der Strömungsgeschwindigkeit oder Regenerationstemperatur, untersucht.

Ziel ist die Umlagerungsvorgänge zum einen zu beobachten und zum anderen Zusammenhänge zwischen den variierten Prozessparametern und den dabei resultierenden Resuspensionen von Partikelstrukturen und deren Transport zu untersuchen. Dabei wird zuerst auf die Umlagerungsvorgänge (Resuspension und Transport) von Partikelstrukturen ohne die Regeneration des MFKs (Kapitel 6.1) und anschließend auf die Unterschiede zu den Umlagerungsvorgängen (Schichtaufbruch, Resuspension und Transport) von Partikelstrukturen während der Regeneration des MFKs (Kapitel 6.2) eingegangen.

6.1 Umlagerungsvorgänge von Partikelstrukturen ohne Filterregeneration - Resuspension und Transport

In einem ersten Schritt wird in diesem Kapitel die Resuspension und der Transport von reaktiv-inerten Partikelstrukturen beobachtet, um erste Erkenntnisse zu sammeln, ob allein durch die Durchströmung des MFKs Partikelstrukturen resuspendiert und entlang des Kanals transportiert werden.

Zuerst werden die Resuspension und der Transport bei konstanter Strömungsgeschwindigkeit von reaktiv-inerten Partikelstrukturen (Kapitel 6.1.1) analysiert bevor diese bei variierter Strömungsgeschwindigkeit (Kapitel 6.1.2) untersucht werden. Alle Experimente wurden bei Umgebungstemperatur durchgeführt und die Vorgehensweise ist in Kapitel 3.4.1 beschrieben. Für die Partikelschichten wurde in diesem Fall das Ascheersatzsystem der Glaskugeln verwendet. Diese stellen eine Alternative zu den generierten Aschepartikeln dar, da sie eine schnelle Beladung des Filterkanals gewährleisten. Die Glaskugeln wurden zusammen mit den Rußpartikeln nach dem Schema aus Abb. 3.4 abgetrennt.

Die Ergebnisse geben einen qualitativen Überblick über Resuspensions- und Transportvorgänge von Partikelstrukturen im MFK während dessen Durchströmung mit partikelfreier Luft. Mögliche Kollisionen der Partikelstrukturen mit der Kanalwand können durch die Aufnahmen der Hochgeschwindigkeitskamera ausgewertet werden. Es kann jedoch keine definitive Aussage getroffen werden, ob Kollisionen mit dem Filtermedium und damit zusammenhängende Ablösungen von einzelnen Partikeln und Agglomeraten aus der Partikelschicht oder Ablösungen von einzelnen Partikeln aus den resuspendierten Strukturen stattgefunden haben.

Für die Auswertung wurde der Äquivalentdurchmesser der Projektionsfläche der Partikelstruktur direkt vor der Resuspension - zum Zeitpunkt $t_{\text{Res}} = 0 \text{ s}$ - angegeben. Mithilfe der Aufnahmen der Hochgeschwindigkeitskamera wird validiert, ob Partikelstrukturen resuspendiert und diese bis an das Kanalende transportiert werden. Dies dient als erster Schritt, um mögliche Prozesse in einem Partikelfilter zu charakterisieren und eine grundlegende Beobachtung der Resuspension und des Transports von reaktiv-inerten Partikelstrukturen zu analysieren.

Auszüge aus den in diesem Kapitel gezeigten Ergebnissen wurden in der Zeitschrift "Separations" von Thieringer et al. [2] veröffentlicht.

6.1.1 Resuspension und Transport von Partikelstrukturen bei konstanter Strömungsgeschwindigkeit

Für eine erste Analyse der Resuspension und des Transports von Partikelstrukturen bei einer konstanten Strömungsgeschwindigkeit von $v_{\text{Gas}} = 25 \text{ m s}^{-1}$ wurde eine Partikelschicht aus Rußpartikeln und Glaskugeln im MFK gebildet. Die Gesamtbeladung der beiden Partikelsysteme betrug $m = 200 \text{ mg}$. Die Experimente wurden bei Umgebungstemperatur von $T_{\text{Umg}} = 20 \text{ °C}$ durchgeführt und die Reynoldszahl¹² der Gasströmung liegt mit $Re = 5600$ im turbulenten Bereich. Aufgrund dieser Turbulenz können am Kanaleinlass Wirbel entstehen, die zu einer Inhomogenität in der Partikelschicht führen. Dadurch lagern sich Glaskugeln in diesem Bereich verstärkt ab, so dass die Partikelschicht am Kanaleinlass eine Glaskugelansammlung vorweist.

Visuelle Analyse der Resuspension und des Transports einer Partikelstruktur

In Abb. 6.1 ist die Bildersequenz der Resuspension und des anschließenden Transports einer Partikelstruktur mit einem flächengewichteten Äquivalentdurchmesser von $d = 343 \text{ µm}$ bei den im vorigen Abschnitt genannten Betriebsbedingungen und der Zeit $t = 0 \text{ s}$ dargestellt. Die Zeitdifferenz zwischen den einzelnen Bildern beträgt $\Delta t = 0,004 \text{ s}$. Für eine bessere Visualisierung wurde die resuspendierte Partikelstruktur weiß eingefärbt.

Die am Kanalanfang entstandene Glaskugelansammlung - dem inhomogenen Bereich der Partikelschicht - führt dazu, dass sich allein in diesem Bereich Partikelstrukturen ablösen. Insgesamt lösen sich in der Zeit von $t = 0,02 \text{ s}$, in welcher Umlagerungen während des Experimentes stattfinden, $N = 10$ Partikelstrukturen mit einem Äquivalentdurchmesser $d > 100 \text{ µm}$ bei einer Gasgeschwindigkeit von $v_{\text{Gas}} = 25 \text{ m s}^{-1}$ am Kanaleinlass ab. Kleinere Partikelstrukturen werden in dieser Auswertung aufgrund der Kameraauflösung nicht betrachtet, da hier keine sichere Aussage getroffen werden kann, ob es sich um abgelöste Partikelstrukturen im Filterkanal handelt. Die gezeigte Beispielpartikelstruktur, die in Abb. 6.1 a), c) und d) rot eingekreist ist, löst sich ebenfalls in dem Bereich der Glaskugelansammlung ab. Eine Vergrößerung der Glaskugelansammlung ist in Abb. 6.1 b) dargestellt. Die Partikelstrukturen werden in diesem Bereich des Einlasskanals gelöst, da dort die Gasgeschwindigkeit am größten ist, dadurch die Lift-Kräfte ihr Maximum erreichen und die Adhäsionskräfte zwischen den Partikeln und dem Filtermedium übersteigen. Wie z.B. Konstandopoulos and Johnson [76] zeigten, nimmt die Gasgeschwindigkeit entlang des Einlasskanals eines Wandstromfilters ab, wodurch auch die Lift-Kräfte sinken, durch welche Partikeln und Partikelstrukturen abgelöst werden.

Die Gesamtzeit von der Resuspension der Partikelstruktur bis zu deren Aufprall am Kanalende beträgt $0,02 \text{ s}$. Selbst bei einer moderaten Geschwindigkeit für einen Partikelfilter¹³ findet der

¹² Die Reynoldszahl ist das Verhältnis zwischen Trägheitskraft und Reibungskraft und gibt an, ob eine Strömung im turbulenten oder laminaren Bereich liegt. Bei der Durchströmung eines Rohres mit einem Fluid liegt die kritische Reynoldszahl bei $Re_{\text{krit}} = 2300$. Wenn $Re < Re_{\text{krit}}$ liegt eine laminare Strömung, bei $Re > Re_{\text{krit}}$ kann eine turbulente Strömung vorliegen. Dabei gibt die kritische Reynoldszahl jedoch nur einen Übergangsbereich zwischen laminarer zu turbulenter Strömung an [116].

¹³ Nach Dittler [35] liegen die Geschwindigkeiten in einem DPF zwischen $v = 10 \text{ m s}^{-1} \dots 80 \text{ m s}^{-1}$.

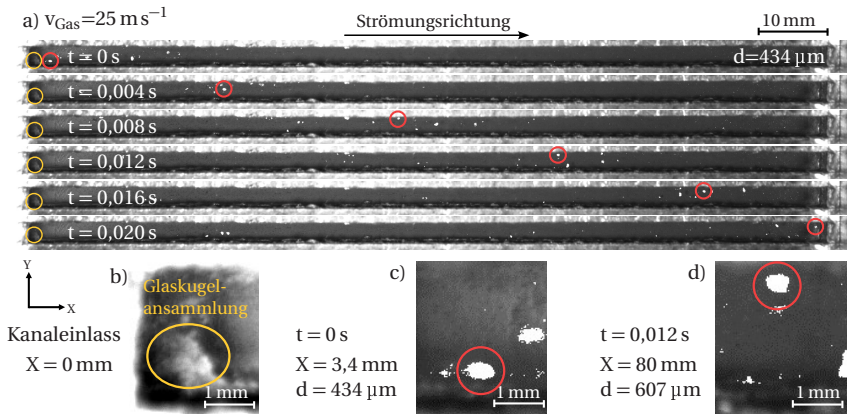


Abbildung 6.1: a) Bildersequenz der resuspendierten Partikelstruktur und deren Transport durch den MFK bei einer Strömungsgeschwindigkeit von $v_{\text{Gas}} = 25 \text{ m s}^{-1}$ und Umgebungstemperatur sowie b) Vergrößerung der Glaskugelansammlung am Kanaleinlass (Für eine bessere Sichtbarkeit wurde für diese Vergrößerung der Bildkontrast erhöht), c) resuspendierte Partikelstruktur nach $t_{\text{Res}} = 0 \text{ s}$ und d) nach $t_{\text{Res}} = 0,012 \text{ s}$, $d = 434 \text{ }\mu\text{m}$, $RI = 10/90$, $m = 200 \text{ mg}$, $T =$ Umgebungstemperatur nach [2].

Transport in einem Bruchteil einer Sekunde statt. Während des Transports rotiert die gezeigte reaktiv-inerte Partikelstruktur, was in einem Vergleich in Abb. 6.1 c) und d) dargestellt ist und der flächengewichtete Äquivalentdurchmesser bestätigt. Diese Rotation hat Auswirkungen auf die Geschwindigkeit und Flugbahn. Nicht nur die Rotation, sondern auch die Position der Partikelstruktur im Einlasskanal (X-Y-Z-Position) sowie die Form der Partikelstruktur bestimmen ihre Beschleunigung oder Abbremsung und auch ihre Trajektorie.

Analyse der Geschwindigkeit und Flugbahn von Partikelstrukturen

Aus diesem Grund wurden für die resuspendierte Partikelstruktur aus Abb. 6.1 sowie zwei weitere resuspendierte Strukturen die Geschwindigkeiten (a) und Flugbahnen (b) entlang der Kanallänge bestimmt und in Abb. 6.2 aufgetragen. Die analysierten Partikelstrukturen unterscheiden sich in ihren flächengewichteten Äquivalentdurchmessern, die mithilfe der abgebildeten Projektionsfläche berechnet wurden, zwischen $d = 379 \text{ }\mu\text{m} \dots 434 \text{ }\mu\text{m}$ zu Beginn der Ablösung bei $t = 0 \text{ s}$. Die Formen der einzelnen Strukturen, direkt vor der Resuspension zum Zeitpunkt $t_{\text{Res}} = 0 \text{ s}$, sind zusätzlich in Abb. 6.2 unter der Legende und den dazugehörigen Äquivalentdurchmessern dargestellt. Die resuspendierten Partikelstrukturen erfahren während des Transports keine Kollisionen und es ist währenddessen auch keine Ablösung von einzelnen Partikeln der resuspendierten Struktur zu erkennen.

Die Geschwindigkeiten der Partikelstrukturen steigen nach der Resuspension am Kanalbeginn an und erreichen in den ersten 25 % der Kanallänge ihre Maximalgeschwindigkeit. Nach einer Kanallänge von $X = 30 \text{ mm}$ beträgt die Maximalgeschwindigkeit der Partikelstruktur

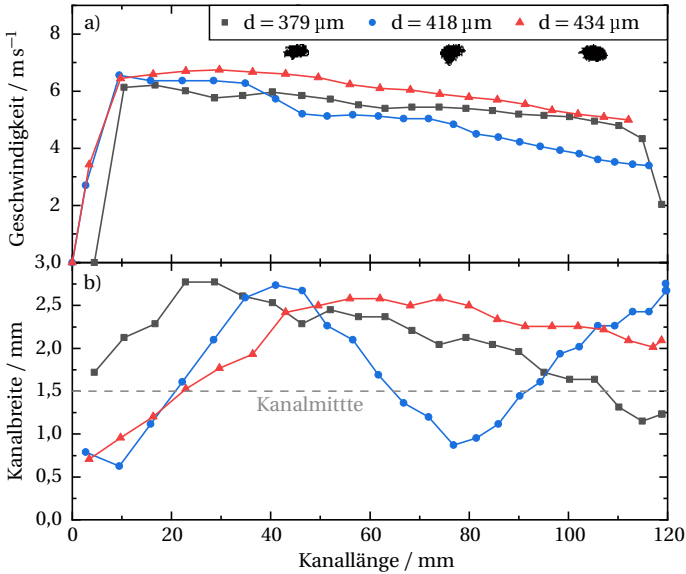


Abbildung 6.2: a) Geschwindigkeit und b) Flugbahn der resuspendierten Partikelstruktur entlang des Einlasskanals bei einer Strömungsgeschwindigkeit von $v_{\text{Gas}} = 25 \text{ m s}^{-1}$ am Kanaleinlass. Die Partikelschicht ist aus Glaskugeln und Ruß, wie in Abb. 3.6 gezeigt, aufgebaut mit $\text{RI} = 10/90$, $m = 200 \text{ mg}$, $T = \text{Umgebungstemperatur}$ nach [2].

mit $d = 434 \mu\text{m}$ $v_{\text{max}} = 6,7 \text{ m s}^{-1}$. Anschließend reduzieren sich die Geschwindigkeiten der Partikelstrukturen stetig bis sie am Kanalende mit dem Stopfen kollidieren und dort abgeschieden werden. Die nur langsame Geschwindigkeitsabnahme der Struktur mit einem flächengewichteten Äquivalentdurchmesser von $d = 434 \mu\text{m}$ bestätigt die visuelle Auswertung aus Abb. 6.1 a), dass die Partikelstruktur während des Transportes weder mit der Kanalwand noch mit der Partikelschicht kollidiert. Durch eine Kollision würde die Geschwindigkeit der Partikelstruktur abrupt sinken.

Wie schon oben erwähnt, hängen die erreichten Geschwindigkeiten der Partikelstrukturen nicht nur, wie nach dem Newton'schen Gesetz definiert, von deren Masse, sondern auch von ihrer Örtlichkeit im Einlasskanal ab. Ferner ist die beschleunigende Strömungswiderstandskraft zu berücksichtigen, die u.a. von der unregelmäßigen Form der Partikelstrukturen, der daraus resultierenden angeströmten Querschnittsfläche sowie dem Strömungswiderstandskoeffizienten (c_W -Wert) abhängt, die sich bei Rotation ständig verändern [86]. Dies wird an dem Vergleich der beiden Partikelstrukturen mit einem Äquivalentdurchmesser von $d = 379 \mu\text{m}$ und $d = 418 \mu\text{m}$ deutlich. Nach der Resuspension erreichen beide Partikelstrukturen innerhalb der ersten $X = 10 \text{ mm}$ der Kanallänge eine Geschwindigkeit von über $v = 6,0 \text{ m s}^{-1}$. Dabei wird die kleinste Partikelstruktur in der oberen Hälfte der Kanalbreite resuspendiert und in Richtung der Kanalwand transportiert. Aufgrund der Wandnähe und der sich dort ausbildenden Grenzschicht, die

eine Änderung des Strömungsfeldes und schlussfolgernd eine Verringerung der Strömungsgeschwindigkeit des Gases mit sich zieht [28], wird die Struktur abgebremst, was an der verringerten Geschwindigkeit dieser zu erkennen ist.

Das identische Verhalten ist bei der Partikelstruktur mit einem Äquivalentdurchmesser von $d = 418 \mu\text{m}$ zu erkennen. Hier ist der Abfall der Geschwindigkeit deutlich zwischen einer Kanallänge von $X = 35 \text{ mm}$ und $X = 46 \text{ mm}$ sichtbar. In diesem Bereich befindet sich die Partikelstruktur ebenfalls in Wandnähe bei einer Kanalbreite von $Y = 2,74 \text{ mm}$. Anschließend werden beide Partikelstrukturen in die Richtung der Kanalmitte transportiert. In diesem Bereich ist die Strömungsgeschwindigkeit des Gases aufgrund der Kernströmung am höchsten und die Geschwindigkeiten der Partikelstrukturen reduzieren sich nur leicht. Aufgrund eines erneuten Richtungswechsels bei einer Kanallänge von $X = 77 \text{ mm}$ der Partikelstruktur mit mittlerer Größe $d = 418 \mu\text{m}$ ist deren Geschwindigkeit geringer als die Geschwindigkeit der kleinsten Struktur. Dabei muss die Örtlichkeit mit beachtet werden. Simulationen, die die Gasströmung in einem Zweikanalmodell modellierten, bestätigen, dass die Gasgeschwindigkeit von der Position im Filterkanal (X-, Y- und Z-Richtung) abhängig ist und mit der Kanallänge (X-Richtung) abnimmt [2]. Dadurch können auch kleinere Strukturen, die rein physikalisch betrachtet eine geringere Geschwindigkeit haben müssten, aufgrund deren Flugbahn eine schnellere Geschwindigkeit erreichen. Zusammenfassend werden jedoch alle evaluierten Partikelstrukturen bis an das Kanalende transportiert und dort vom Stopfen abrupt abgebremst.

Durch diese Ergebnisse wird deutlich, dass die erreichte Geschwindigkeit der resuspendierten Strukturen im direkten Zusammenhang mit deren Flugbahn durch den Einlasskanal stehen und nicht nur von dessen Größe abhängen. Schlussfolgernd kann von der Geschwindigkeitskurve eine grobe Abschätzung der Position der Partikelstrukturen in der Kanalbreite durchgeführt werden.

Analyse der Stopp-Distanzen der resuspendierten Partikelstrukturen

Aus den bisherigen Auswertungen ist ersichtlich, dass die Partikelstrukturen bis an das Kanalende transportiert werden. In Abb. 6.3 wurden für die evaluierten Strukturen die Stopp-Distanzen für deren erreichte Maximalgeschwindigkeit (vgl. Abb. 6.2) berechnet und als Punkte eingetragen. Zusätzlich wurden Kurven für drei konstante Geschwindigkeiten v_0 in Abhängigkeit vom Durchmesser dargestellt.

Diese vereinfachte Abschätzung der Stopp-Distanz beruht darauf, dass ein Partikel mit einer Geschwindigkeit v_0 in ein ruhendes Gas gegeben wird. Daraus kann berechnet werden, wie weit es transportiert wird, bis es aufgrund der Widerstandskraft zum stoppen kommt [58]. Eine genaue Erklärung der Stopp-Distanz ist in Kapitel 2.3.2 zu finden.

Dieser Parameter stellt für diese Untersuchungen einen unteren Grenzwert dar, da bei diesen Experimenten das Gas, welches durch den Filterkanal strömt, nicht ruhend ist. Dabei wird die folgende Randbedingung eingeführt:

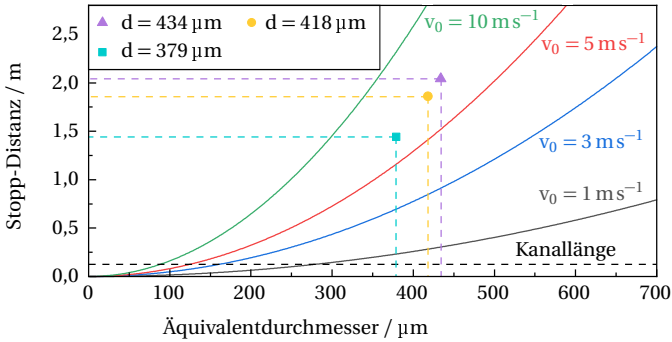


Abbildung 6.3: Stopp-Distanz nach Hinds [58] für verschiedene Geschwindigkeiten v_0 und Stopp-Distanzen der resuspendierten Partikelstrukturen aus Abb. 6.2 für deren Maximalgeschwindigkeit nach [2].

- Wenn die Stopp-Distanz größer als die Kanallänge ist, werden die resuspendierten Partikelstrukturen bis an den Stopfen des Einlasskanals transportiert und dort abgelagert.

Dabei dürfen die Partikelstrukturen jedoch weder mit der Kanalwand noch mit dem Filtermedium bzw. der Partikelschicht auf diesem kollidieren. Die Berechnung basiert auf sphärischen Partikeln mit den angegebenen flächengewichteten Äquivalentdurchmessern.

Die berechneten Stopp-Distanzen bestätigen, dass alle resuspendierten Partikelstrukturen bis über das Kanalende transportiert werden würden, selbst wenn das Gas in Ruhe ist. Das kleinste Agglomerat mit $d = 379 \mu\text{m}$ weist eine Stopp-Distanz von $s_{\text{Stopp}} = 1,4 \text{ m}$ auf, was mehr als der elf-fachen Kanallänge entspricht. Auch die beiden größeren Partikelstrukturen liegen mit $s_{\text{Stopp}} = 1,9 \text{ m}$ und $s_{\text{Stopp}} = 2,0 \text{ m}$ deutlich über der Kanallänge.

In bewegter Luft, wie in den gezeigten Experimenten, ist bei den Partikelstrukturen mit einer konvektiven Weiterbewegung zu rechnen, wodurch die Stopp-Distanz in den Experimenten über der hier berechneten Stopp-Distanz liegt.

Zusätzlich sind in Abb. 6.4 die Stopp-Distanzen der evaluierten Partikelstrukturen in Abhängigkeit von deren Axialgeschwindigkeit (X-Richtung) entlang der Kanallänge des Einlasskanals dargestellt.

Die ausgewertete Stopp-Distanz in Abhängigkeit der Axialgeschwindigkeit bestätigen, dass über den kompletten Transport der Strukturen im Einlasskanal die Stopp-Distanzen deutlich über der Kanallänge liegen. Eine vorherige Ablagerung, vor dem Ende des Einlasskanals, findet schlussfolgernd nur durch Kollisionen mit der Kanalwand oder anderen Partikelstrukturen statt.

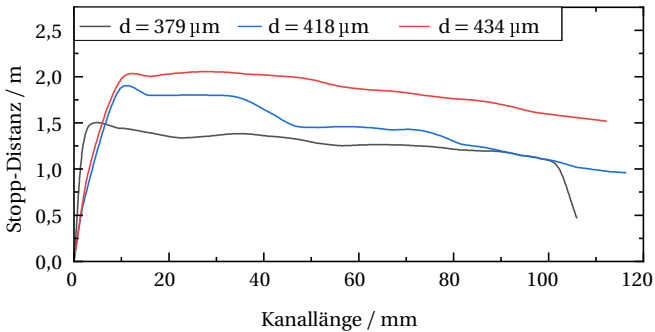


Abbildung 6.4: Stopp-Distanzen nach Hinds [58] der resuspendierten Partikelstrukturen in Abhängigkeit der Axialgeschwindigkeit der resuspendierten Partikelstrukturen.

6.1.2 Resuspension und Transport von Partikelstrukturen bei variiertem Strömungsgeschwindigkeit

Analyse der Geschwindigkeiten und Flugbahnen von Partikelstrukturen

Wie schon eingangs erwähnt, liegen die Strömungsgeschwindigkeiten in einem Partikelfilter in einem Größenbereich zwischen $v = 10 \text{ m s}^{-1} \dots 80 \text{ m s}^{-1}$ [35]. Die Strömungsgeschwindigkeit durch einen Partikelfilter hängt von der Motorlast und dem damit zusammenhängenden Abgasmassenstrom ab. Dabei gibt es Unterschiede, ob im Teillastbetrieb oder Vollastbetrieb gefahren wird. Aus diesem Grund wird im folgenden Teilkapitel der Einfluss der Strömungsgeschwindigkeit des Gases auf die Resuspension von Partikelstrukturen untersucht. Die Re-Zahlen der Gasströmung liegen auch bei diesen Experimenten im turbulenten Bereich zwischen $Re = 5600 \dots 10000$, die mit der Grundlage der Kanengeometrie des Einlasskanals (siehe Kapitel 3.2), den ausgewerteten Gasgeschwindigkeiten dieses Teilkapitels ($v_{\text{Gas}} = 25 \text{ m s}^{-1}, 36 \text{ m s}^{-1}, 45 \text{ m s}^{-1}$) und der kinematischen Luftviskosität bei Umgebungstemperatur bestimmt wurden. Dabei werden erneut die Geschwindigkeiten der resuspendierten Strukturen, deren Flugbahn und Größe analysiert.

In der folgenden Abb. 6.5 werden die Geschwindigkeiten sowie die Flugbahnen von resuspendierten Partikelstrukturen bei drei Strömungsgeschwindigkeiten von $v_{\text{Gas}} = 25 \text{ m s}^{-1}, 36 \text{ m s}^{-1}, 45 \text{ m s}^{-1}$ verglichen. Zusätzlich zu den Kurven sind die Größen sowie die Formen der resuspendierten Strukturen nach deren Resuspension im Einlasskanal dargestellt.

In Voruntersuchungen wurden Geschwindigkeiten von $v_{\text{Gas}} < 25 \text{ m s}^{-1}$ analysiert, um die Grenze für Resuspensionen von Partikelstrukturen zu untersuchen. Erste, einzelne Resuspensionen konnten ohne die Regeneration der Partikelschicht ab einer Gasgeschwindigkeit von $v_{\text{Gas}} = 15 \text{ m s}^{-1}$ detektiert werden.

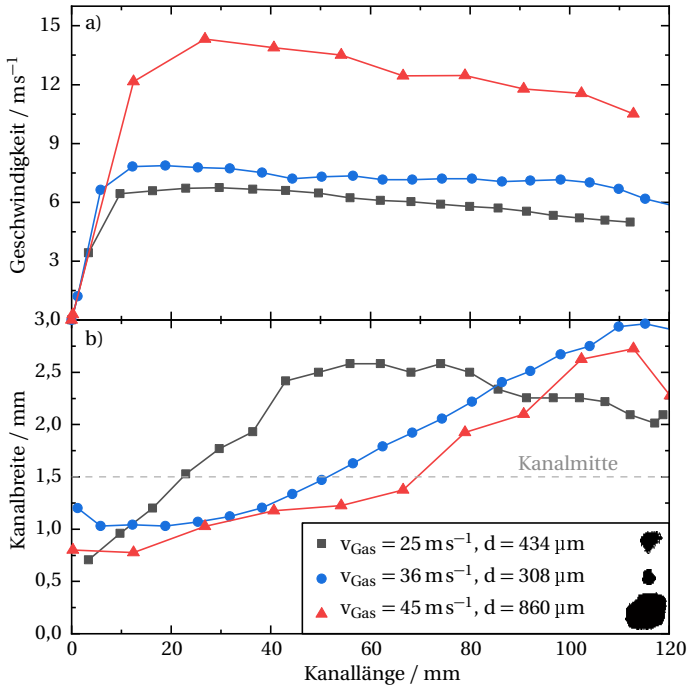


Abbildung 6.5: a) Geschwindigkeiten und b) Flugbahnen von resuspendierten Partikelstrukturen bei variierten Strömungsgeschwindigkeiten am Kanaleinlass nach [2].

Prozessparameter: $RI = 10/90$, $v_{\text{Gas}} = \text{variiert}$, $T = \text{Umgebungstemperatur}$, $m = 200 \text{ mg}$

Der qualitative Kurvenverlauf der Geschwindigkeiten der resuspendierten Partikelstrukturen über der Kanallänge ist für die evaluierten Strukturen vergleichbar. Mit zunehmender Strömungsgeschwindigkeit steigt die Geschwindigkeit der resuspendierten Partikelstrukturen an. Was bei der Auswertung zu beachten ist, sind die unterschiedlichen Größen sowie Formen der Partikelstrukturen, die einen Einfluss auf die Geschwindigkeit sowie deren Flugbahnen haben. Dies wird in dieser Studie jedoch nicht genauer ausgewertet.

Auch bei den Gasgeschwindigkeiten von $v_{\text{Gas}} = 36 \text{ m s}^{-1}$ und $v_{\text{Gas}} = 45 \text{ m s}^{-1}$ wird die Maximalgeschwindigkeit bis ca. 25 % der Kanallänge erreicht. Die Maximalgeschwindigkeit der Partikelstruktur bei einer Gasgeschwindigkeit von $v_{\text{Gas}} = 45 \text{ m s}^{-1}$ am Kanaleinlass beträgt $v_{\text{max}} = 14,3 \text{ m s}^{-1}$ und wird nach einer Kanallänge von $X = 27 \text{ mm}$ erzielt. Die Partikelstruktur bei $v_{\text{Gas}} = 36 \text{ m s}^{-1}$ ist deutlich kleiner als die beiden anderen. Die hier erreichte Maximalgeschwindigkeit der Partikelstruktur ist deutlich geringer, was neben der niedrigeren Gasgeschwindigkeit durch Größe, Form, Masse und eventuell Rotation der Partikelstruktur verursacht werden kann.

Die Flugbahnen der resuspendierten Partikelstrukturen zeigen Abb. 6.5 b). Auch in diesem Fall

resuspendieren die Partikelstrukturen in der unteren Hälfte der Kanalbreite an der Glaskugelan-sammlung. Die Partikelstrukturen werden über die Kanalmitte transportiert und in der oberen Kanalhälfte am Stopfen des Einlasskanals abgeschieden. In diesem Fall wurde keine weitere Analyse der Stopp-Distanz durchgeführt, da schon bei einer Gasgeschwindigkeit von $v_{\text{Gas}} = 25 \text{ m s}^{-1}$ die Stopp-Distanz die Kanallänge deutlich überschritten hatte (vgl. Abb. 6.3 und Abb. 6.4).

Analyse der Resuspensionen von Partikelstrukturen

Die Gasgeschwindigkeit hat nicht nur einen Einfluss auf die Geschwindigkeit der resuspendierten Partikelstrukturen, sondern auch auf deren Größe. Abb. 6.6 zeigt die flächengewichteten Äquivalentdurchmesser der resuspendierten Strukturen im Zusammenhang mit der Gasgeschwindigkeit. Die während der Beschleunigungsphase des Gases resuspendierten Partikelstrukturen (ca. $t = 1 \text{ s}$) sind in dieser Auswertung als ungefüllte Symbole dargestellt. Bei diesen Resuspensionen ist die Gasgeschwindigkeit, die zur Ablösung der Partikelstrukturen geführt hat v_{Res} unter der Zielgeschwindigkeit v_{Gas} des jeweiligen Experimentes. Die Darstellung der Beschleunigungsphase und die Erklärung der Auswertung wurde in Abb. 3.8 dargestellt.

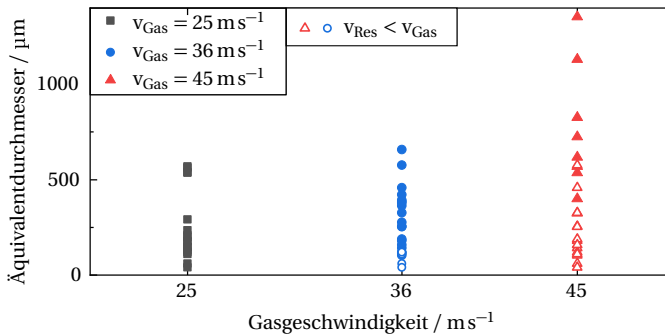


Abbildung 6.6: Äquivalentdurchmesser der resuspendierten Partikelstrukturen in Abhängigkeit der Strömungsgeschwindigkeit des Gases. Die Auswertung der gefüllten Symbole erfolgte erst, wenn die Sollgeschwindigkeit des Gases erreicht wurde, vgl. Abb. 3.8 nach [2].
Prozessparameter: $RI = 10/90$, v_{Gas} = variiert, T = Umgebungstemperatur, $m = 200 \text{ mg}$.

Mit steigender Strömungsgeschwindigkeit werden größere Partikelstrukturen resuspendiert. Es liegt auf der Hand, dass die Kräfte, die durch das strömende Gas verursacht werden, umso größer werden, je höher die Strömungsgeschwindigkeit durch den Partikelfilter ist. Liegt dort eine turbulente Gasströmung vor, was die Re-Zahl ($Re = 5600 \dots 10000$) bestätigt, dann sind die Partikeln an der Oberfläche der Partikelschicht der turbulenten Grenzschicht ausgesetzt. Die Adhäsionskraft zwischen den Partikeln wirkt also eine stetige Lift-Kraft, verursacht durch die Gasströmung entgegen, welche durch den Einlasskanal strömt. Dieser quasistatische Ansatz geht davon aus,

dass die Lift-Kräfte bei einer ausreichend hohen Gasgeschwindigkeit die Adhäsionskräfte zwischen den Partikeln an der Oberfläche der Partikelschicht überwinden und eine Resuspension bewirken [136], was die Ergebnisse in Abb. 6.6 erklärt.

Bei allen drei Gasgeschwindigkeiten lösen sich die Partikelstrukturen innerhalb des ersten Drittels des Einlasskanals $X = 0 \text{ mm} \dots 40 \text{ mm}$, hauptsächlich von Inhomogenitäten in der Partikelschicht ab. Diese befinden sich am Kanaleinlass, wie in Abb. 6.1 in der Beispielsequenz gezeigt, oder auch an der Kanalwand, wo sich einzelne Partikelstrukturen während der Filtration abgelagert haben. Auch hier werden die Partikelstrukturen aufgrund der höheren Strömungsgeschwindigkeit am Kanaleinlass resuspendiert, da in den hinteren Kanalbereichen $X > 50 \text{ mm}$ die Lift-Kräfte, die durch die Strömung verursacht werden nicht ausreichen, um die Adhäsionskräfte zwischen den Partikeln und dem Filtermedium zu überwinden.

Grundsätzlich nimmt die Anzahl an resuspendierten Partikelstrukturen mit der Erhöhung der Gasgeschwindigkeit zu, wenn sich die Strukturen auch in einer resuspensionsfähigen Größe befinden. Hierbei ist jedoch zu beachten, dass auch schon vor dem Erreichen der Zielgeschwindigkeiten bei z.B. einer Gasgeschwindigkeit von $v_{\text{Gas}} = 45 \text{ m s}^{-1}$ Partikelstrukturen resuspendiert werden (ungefüllte Symbole). Dabei wird nochmal deutlich, dass kleinere Partikelstrukturen, welche in einer resuspensionsfähigen Größe vorliegen, eine geringere Lift-Kraft für Ihre Ablösung und zusammenhängend eine geringere Strömungsgeschwindigkeit benötigen, um resuspendiert zu werden, was auch die gezeigten Ergebnisse in Abb. 6.6 bestätigen. Eine Erklärung zum Vorgehen dieser Auswertung sowie eine graphische Darstellung dazu ist in Kapitel 3.4.1 erläutert und in Abb. 3.8 gezeigt.

Analyse der erneuten Ablagerung einer resuspendierten Partikelstruktur am Kanalstopfen

Die evaluierten Partikelstrukturen werden bis an das Kanalende transportiert. In Abb. 6.7 ist eine Bildersequenz des Aufpralls am Kanalende einer beispielhaften, resuspendierten Partikelstruktur bei einer Strömungsgeschwindigkeit von $v_{\text{Gas}} = 45 \text{ m s}^{-1}$ dargestellt. Die Geschwindigkeit der Partikelstruktur vor der Ablagerung am Kanalende beträgt $v = 10,5 \text{ m s}^{-1}$ (vgl. Abb. 6.5). Für eine bessere Visualisierung wurde die Partikelstruktur weiß eingefärbt.

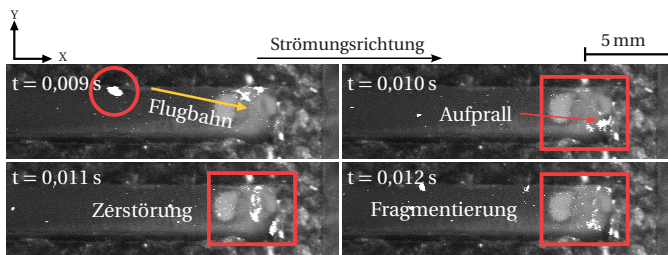


Abbildung 6.7: Visualisierung des Aufpralls einer resuspendierten Partikelstruktur am Kanalstopfen bei einer Strömungsgeschwindigkeit des Gases von $v_{\text{Gas}} = 45 \text{ m s}^{-1}$.
 Prozessparameter: $RI = 10/90$, $v_{\text{Gas}} = 45 \text{ m s}^{-1}$, $T = \text{Umgebungstemperatur}$, $m = 200 \text{ mg}$.

Die Partikelstruktur prallt gegen den Stopfen des Kanals, wird zerstört und dabei in einzelne Fragmente zerteilt, die am Stopfen abgelagert werden. Dort ist auch schon eine Glaskugelansammlung zu erkennen, die von vorherigen Umlagerungen stammen und in der weiteren zeitlichen Entwicklung das Depositionsmuster der Kanalverfüllung (vgl. Abb. 2.5) ausbilden. Werden diese Erkenntnisse auf einen Partikelfilter übertragen, können auch zwischen den Regenerationszyklen, während das Abgasaersol filtriert wird, Umlagerungsvorgänge stattfinden. Die Voraussetzungen dabei sind eine ausreichend hohe Strömungsgeschwindigkeit von mindestens $v_{\text{Gas}} = 15 \text{ m s}^{-1}$ sowie Inhomogenitäten in der Partikelschicht, von welcher einzelne Strukturen resuspendiert werden können.

Im folgenden Kapitel werden die Erkenntnisse der Umlagerungsvorgänge während der Regeneration des MFKs erweitert, um das Verständnis des gesamten Prozesses, der in einem Partikelfilter stattfindet, zu erweitern.

6.2 Umlagerungsvorgänge von Partikelstrukturen mit Filterregeneration - Schichtaufbruch, Resuspension und Transport

Nachdem im vorigen Kapitel die Umlagerungsvorgänge im MFK ohne dessen Regeneration betrachtet wurde, wird im folgenden Kapitel untersucht, wie die Regeneration des Partikelfilters sich auf die Resuspension und den Transport von Partikelstrukturen auswirkt. Für diese Untersuchungen wird der Modellfilterkanal erhitzt, so dass die abgeschiedenen, reaktiven Partikeln oxidieren und der Filter regeneriert wird. Dieses Vorgehen ist an eine aktive Regeneration, wie sie standardmäßig in Kraftfahrzeugen stattfindet, angelehnt. Das Besondere und Einzigartige in dieser Forschungsarbeit ist, dass zum ersten Mal die Regeneration über die komplette Kanalänge eines Partikelfilters in situ mit hoher zeitlicher und räumlicher Auflösung beobachtet wird und darauf basierend eine Analyse erfolgt.

Dieser Abschnitt beginnt mit der Regeneration des MFKs und legt den Grundstein für die folgenden Parametervariationen. In den folgenden Kapiteln werden der Einfluss

- der Regenerationstemperatur T_{Reg} ,
- des Reaktiv-Inert-Verhältnisses RI und
- die Dicke der Partikelschicht h

auf die Regeneration des Partikelfilters und den damit zusammenhängenden Umlagerungsvorgängen analysiert.

Auszüge aus dem Kapitel der Umlagerungsvorgänge mit Filterregeneration wurden in dem Journal "Emission Control Science and Technology" von Thieringer et al. [5] publiziert.

6.2.1 Regeneration des Filterkanals - Exemplarischer Ablauf

Im folgenden Experiment wird die Regeneration des MFKs im Detail betrachtet. Dazu wird im ersten Teilabschnitt der Fokus auf die visuelle Auswertung gelegt bevor die Messdaten der drei nachstehenden Prozessparameter analysiert und in Zusammenhang mit der visuellen Auswertung gebracht werden:

- die Temperatur im Filterkanal
- der Druckverlust über dem Filterkanal und
- die CO_2 -Konzentration stromabwärts des Filterkanals.

Anschließend wird der Schichtaufbruch durch die Regeneration des MFKs, d.h. die dabei entstehenden Strukturgrößen und deren Resuspension sowie Transport durch den Einlasskanal ausgewertet.

Wie in Kapitel 3.4.2 bereits erwähnt wurde, wird der MFK über die gesamte Experimentdauer mit einer Hochgeschwindigkeitskamera beobachtet, um etwaige Schichtaufbrüche, Resuspensionen und anschließende Transporte von Partikelstrukturen optisch zu erfassen.

Vor dem Regenerationsexperiment wurde der MFK bereits mit einer Rußschicht (vgl. Kapitel 3.3) beladen. Die Regeneration selbst wurde mit den in Tabelle 6.1 aufgelisteten Bedingungen durchgeführt.

Tabelle 6.1: Betriebsparameter für das Experiment zu den Umlagerungsvorgängen von Partikelstrukturen während der Regeneration des MFKs.

Parameter	
RI-Verhältnis	$\text{RI} = 100/0$
Rußgesamtmasse	$m = 18 \text{ mg}$
Schichtdicke	$h = 200 \mu\text{m}$
Regenerationstemperatur	$T_{\text{Reg}} = 570 \text{ }^\circ\text{C}$
Gasgeschwindigkeit	$v_{\text{Gas}} = 60 \text{ m s}^{-1}$

Für dieses Experiment, wie auch für die folgenden, wurden Asche- und Rußpartikeln mit unterschiedlichen RI-Verhältnissen auf dem Filtermedium abgeschieden. Auch die Strömungsgeschwindigkeit¹⁴ blieb bei allen Untersuchungen in dem Kapitel 6.2 konstant bei $v_{\text{Gas}} = 60 \text{ m s}^{-1}$ und wird auf den Kanaleinlass sowie eine Regenerationstemperatur von $T_{\text{Reg}} = 570 \text{ °C}$ bezogen. Die einzige Abweichung von dieser Gasgeschwindigkeit findet in Kapitel 6.2.2 statt, da in diesem Kapitel die Regenerationstemperatur und somit auch die Gasgeschwindigkeit verändert wird. Bei Voruntersuchungen hatte sich gezeigt, dass sich bei einer Strömungsgeschwindigkeit von $v_{\text{Gas}} = 30 \text{ m s}^{-1}$ nur ca. 30 % der Anzahl der resuspendierten Partikelstrukturen im Vergleich zur höheren Gasgeschwindigkeit von $v_{\text{Gas}} = 60 \text{ m s}^{-1}$ ereignet haben. Um jedoch Erkenntnisse über den Resuspensionsort zu erhalten, wurde die Strömungsgeschwindigkeit erhöht und für die Experimente konstant gehalten. Bei der verwendeten Gasgeschwindigkeit liegt die Re-Zahl mit $Re = 2280$ knapp unter der kritischen Re-Zahl von $Re_{\text{krit}} = 2300$ [116] und kann dadurch dem Übergangsbereich zwischen laminarer und turbulenter Strömung zugeordnet werden. Bei einer Gasgeschwindigkeit von $v_{\text{Gas}} = 10 \text{ m s}^{-1}$ wurde trotz Regeneration und Schichtaufbruch keine Resuspensionen detektiert. Die Ergebnisse zu den Untersuchungen des Einflusses der Strömungsgeschwindigkeit auf die Umlagerungsvorgänge mit der Regeneration des MFKs sind im Anhang Kapitel A.2.3 nachzulesen.

Visuelle Analyse des Regenerationsexperimentes

Abb. 6.8 zeigt zum einen die chronologische Entwicklung des Schichtaufbruchs der Rußschicht (a) und zum anderen einzelne, vergrößerte Ausschnitte des Filtermediums zu definierten Regenerationszeiten für eine verbesserte Vergleichbarkeit (b).

Zu Beginn des Regenerationsexperimentes bei dem Zeitpunkt $t_{\text{Reg}} = 0 \text{ min}$ und einer Temperatur von $T_{\text{Reg}} = 24 \text{ °C}$ ist eine geschlossene, homogene Rußschicht auf dem Filtermedium vorhanden. Die weißen Reflexionen auf den Aufnahmen sind auf Partikeln zurückzuführen, die auf dem Quarzglas liegen, das den MFK nach oben verschließt.

Nach $t_{\text{Reg}} = 10 \text{ min}$ und der Erwärmung des Kanals auf $T_{\text{Reg}} = 291 \text{ °C}$ ist eine Rauchentwicklung zu erkennen, die sich als grauer Schleier in den Aufnahmen zeigt. Die Partikelschicht weist in diesem Zeitraum noch keine visuellen Veränderungen auf.

Der Schichtaufbruch dieses Experimentes zeigt sich nach $t_{\text{Reg}} = 22,2 \text{ min}$ bei einer Temperatur im Einlasskanal von $T_{\text{Reg}} = 517 \text{ °C}$, wo schon eine ausreichend hohe Oxidationsgeschwindigkeit des Rußes erreicht ist (vgl. Kapitel 4.2, Abb. 4.11) und hauptsächlich die reaktivere Rußklasse 1 oxidiert wird.

Der visuelle Schichtaufbruch ist als der Zeitpunkt definiert, bei dem zum ersten Mal das Filtermedium durch die Partikelschicht sichtbar wird, die Partikelschicht schlussfolgernd aufricht

¹⁴ Die angegebene Gasgeschwindigkeit im kompletten Kapitel 6.2 bezieht sich auf die Regenerationsendtemperatur des jeweiligen Experiments und am Kanaleinlass. In diesem Experiment schlussfolgernd für eine Regenerationstemperatur von $T_{\text{Reg}} = 570 \text{ °C}$.

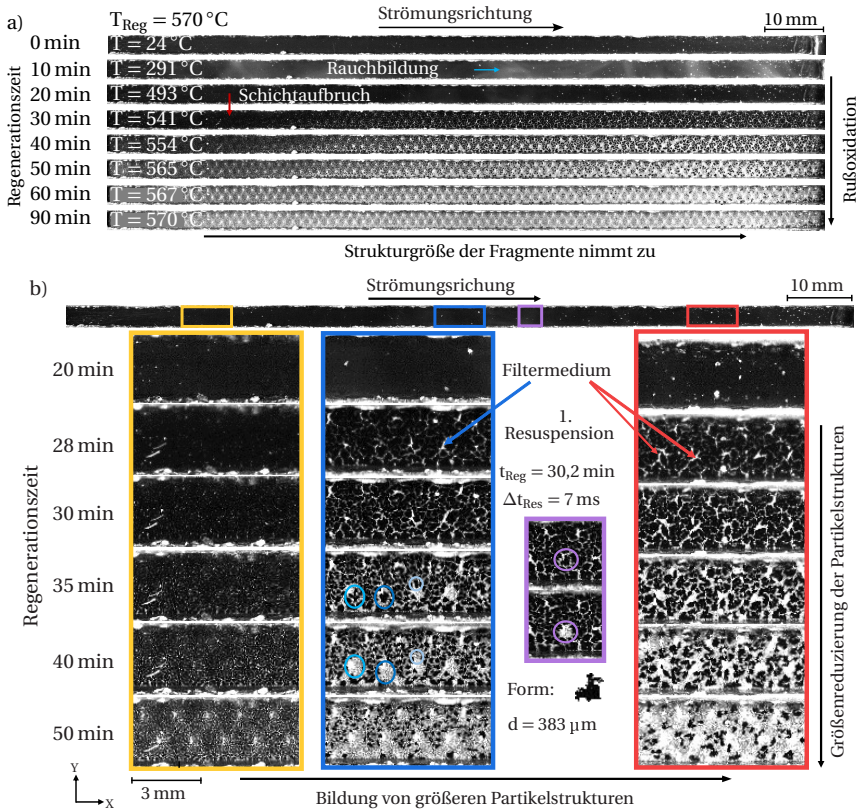


Abbildung 6.8: a) Zeitabhängige Bildsequenz des Regenerationsexperiments einer Rußpartikelschicht bei 570 °C Regenerationsendtemperatur und b) Vergrößerung von Bildbereichen des Schichtaufbruchs und der anschließenden Größenreduzierung der reaktiven Partikelstrukturen während des Regenerationsexperiments im Modellfilterkanal nach [5].

Prozessparameter: $T_{\text{Reg}} = 570\text{ °C}$, $m_{\text{Ruß}}(t = 0\text{ min}) = 18\text{ mg}$ auf Sintemetallfilter (100 % reaktiv), $h = 200\text{ }\mu\text{m}$, Regenerationsgas = Luft (21 % O_2), $v_{\text{Gas}} = 60\text{ m s}^{-1}$.

und Fragmente entstehen. Dieser Vorgang ist temperatur- und zeitabhängig, da sich der Schichtaufbruch noch während der Aufheizzeit des MFKs ereignet. Die sich durch den Schichtaufbruch ausbildenden Strukturen sind unregelmäßig hinsichtlich Größe und Form. In diesem Experiment nimmt die flächengewichtete Größe der Partikelstrukturen entlang der Kanallänge (X-Richtung) zu.

Mit fortschreitender Regenerationszeit verringern die Partikelstrukturen, aufgrund der in diesem Fall zeitabhängigen Oxidation der Rußpartikeln, ihre Größe. Bei dieser sichtbaren Größenreduzierung der Partikelstrukturen wird der auch unreaktivere Ruß aus der Rußklasse 2 oxidiert

(vgl. Kapitel 4.2).

Die erste Ablösung einer Partikelstruktur erfolgt nach einer Regenerationszeit von $t_{\text{Reg}} = 30,2$ min nach einer Kanallänge von $X = 73$ mm (siehe Abb. 6.8). Die resuspendierte Partikelstruktur hat einen Äquivalentdurchmesser des projektionsflächengleichen Kreises von $d = 383$ μm (siehe Abb. 6.8b) und wird innerhalb von $\Delta t = 7$ ms von seinem Resuspensionsort an das Kanalende transportiert.

Über die folgenden $\Delta t = 60$ min wird die Rußschicht weiter oxidiert und es finden weitere Ablösungsvorgänge von Partikelstrukturen statt. Schon vor der Beendigung des Experimentes nach $t_{\text{Reg}} = 90$ min ist kein Ruß mehr auf dem Filtermedium vorhanden, was in Übereinstimmung mit den kinetischen Daten aus der numerischen Anpassung des experimentellen TGA-Profiles der Rußpartikeln ist und in Kapitel 4.2 gezeigt wurde. Hierbei wurde für die vollständige Rußoxidation eine Zeitskala von $t = 40$ min bestimmt. Die Änderungen der Strukturgrößen in Abhängigkeit der Zeit, wie sie in Abb. 6.8 zu erkennen sind, wird im folgenden noch diskutiert.

Analyse der Messdaten - Temperatur, Druckverlust und CO_2 -Konzentration

Bevor die Größen der entstandenen Partikelstrukturen und die Ablösung der Partikelstrukturen evaluiert werden, wird zunächst der zeitliche Verlauf des Druckverlustes und der CO_2 -Konzentration analysiert. Die beiden Größen, die Temperatur und die Zeitpunkte der Resuspensionen von Partikelstrukturen sind in Abb. 6.9 aufgetragen.

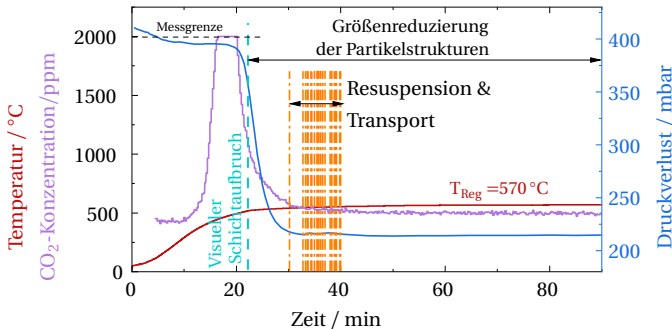


Abbildung 6.9: Temperatur im MFK, Druckverlust, CO_2 -Konzentration und Punkte des visuellen Schichtaufbruchs und der Resuspension von Partikelstrukturen während des Regenerationsexperiments [5].
 Prozessparameter: $T_{\text{Reg}} = 570$ $^{\circ}\text{C}$, $m_{\text{Ruß}}(t = 0 \text{ min}) = 18$ mg auf Sintermetallfilter (100 % reaktiv), $h = 200$ μm , Regenerationsgas = Luft (21 % O_2), $v_{\text{Gas}} = 60$ m s^{-1} .

Während der Aufheizphase des MFKs ($t_{\text{Reg}} = 0$ min ... 10 min, $T = 24$ $^{\circ}\text{C}$... 280 $^{\circ}\text{C}$) bleiben der Druckverlust sowie die CO_2 -Konzentration auf annähernd konstanten Werten.

Nach einer Regenerationszeit von $t_{\text{Reg}} = 10$ min, wenn eine Temperatur von $T_{\text{Reg}} = 291$ °C im Filterkanal erreicht ist, steigt die CO_2 -Konzentration an. In der visuellen Auswertung (vgl. Abb. 6.8 a) war dies der Zeitpunkt, in dem die Rauchentwicklung stattfand und die Partikelschicht noch keine optischen Änderungen aufwies. Der gebildete Rauch kann von den Hochtemperaturdichtungen sowie der Hochtemperaturpaste, die für den Zusammenbau des Filterkanals verwendet wurde, kommen. Auch ein leerer Sintermetallfilter, wie in Abb. 6.10 gezeigt, erzeugt bei einer Vergleichsregeneration ohne Partikelbelastung bei einer Gasgeschwindigkeit von $v_{\text{Gas}} = 60 \text{ m s}^{-1}$ eine maximale CO_2 -Konzentration von $c_{\text{CO}_2} = 972$ ppm nach einer Regenerationszeit von $t_{\text{Reg}} = 12$ min bei einer Temperatur im Kanaleinlass von $T_{\text{Reg}} = 436$ °C. Der durchschnittliche Druckverlust über den MFK lag dabei bei $\Delta p = 80$ mbar. Dieses Experiment bestätigt, dass die verwendete Hitzepaste, um den MFK nach dem Experiment wieder auseinanderbauen zu können, und die Hochtemperaturdichtungen ebenfalls während der Erhitzung des MFKs CO_2 -Gas produzieren, was die absoluten Werte der CO_2 -Konzentration beeinflusst.

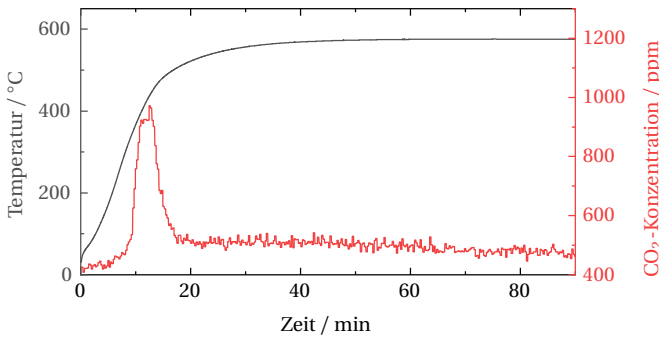


Abbildung 6.10: Temperaturverlauf und CO_2 -Konzentration der Regeneration eines unbelasteten Sintermetallfilters im MFK. Prozessparameter: $T_{\text{Reg}} = 570$ °C, Regenerationsgas = Luft (21 % O_2), $v_{\text{Gas}} = 60 \text{ m s}^{-1}$.

Daraus folgt, dass die gemessene CO_2 -Konzentration während der Regeneration eines partikel-beladenen Filters nicht nur auf die Oxidation des Rußes zurückzuführen ist, welche Konzentration nur einen Anteil der gemessenen Gesamtkonzentration ausmacht, sondern ebenfalls durch die Erhitzung des Dichtungsmaterials und der Hitzepasten erzeugt wird, weswegen die absoluten Werte der gemessenen CO_2 -Konzentration kritisch betrachtet werden müssen. Der Maximalwert der CO_2 -Konzentration konnte aufgrund der Messgrenze des CO_2 -Sensors von $c_{\text{CO}_2} = 2000$ ppm nicht erfasst werden.

Bei der geschätzten CO_2 -Maximalkonzentration dieses Experimentes, welche in Bezug auf die Zeit sowie die Peakgröße berechnet wurde, beginnt der Druckverlust bei einer Temperatur von 481 °C nach einer Regenerationszeit von $t_{\text{Reg}} = 19$ min zu sinken, was auf den Aufbruch der Partikelschicht und die beginnende Oxidation der Rußpartikeln hindeutet.

Ab diesem Zeitpunkt ist zu erkennen, dass der Druckverlust rapide abfällt. Die Oxidation des Rußes verursacht schlussfolgernd Brüche in der Partikelschicht, die ihre Durchlässigkeit erhöht und den Abfall des Druckverlustes erklärt. Die Fragmentierung wird mit der Zeit größer, so dass die Partikelstrukturen auf dem Filtermedium kleiner werden. Dieses Schrumpfen der Partikelstrukturen durch die Oxidationsprozesse ist in Abb. 6.8 deutlich zu erkennen.

Auch in Untersuchungen von Kameya and Lee [66] wurden Risse in der Rußkuchenschicht während der Oxidation beobachtet. Ihre Risse wurden ebenfalls größer bzw. die entstandenen Partikelstrukturen wurden kleiner und die Fragmentierung der Rußkuchenschicht schritt währenddessen weiter voran. Dabei wurden Bewegungen des Rußkuchens beobachtet, was darauf schließen lässt, dass die Adhäsionskräfte zwischen den entstandenen Strukturen und der DPF-Oberfläche verringert wurden.

Dieser Vorgang sorgt nicht nur dafür, dass die Permeabilität des Filters inklusive der darauf abgetrennten Partikelschicht steigt und der Druckverlust im Umkehrschluss sinkt, sondern auch, dass die Wahrscheinlichkeit einer Resuspension der Strukturen aufgrund der verringerten Adhäsionskräfte ansteigt.

Nach ca. $t_{\text{Reg}} = 30$ min bleiben sowohl der Druckverlust ($\Delta p \approx 40$ mbar) als auch die CO_2 -Konzentration ($c_{\text{CO}_2} \approx 585$ ppm) bis zum Ende des Experimentes auf einem nahezu konstanten Wert. Dieser grundlegende Verlauf des Druckverlustes während der Regeneration von Partikelfiltern stimmt mit den Untersuchungen von Choi and Lee [30] und Lapuerta et al. [83] überein. Diese Studien konnten jedoch keine Aussagen über mögliche, anschließende Resuspensionen nach dem Druckverlustabfall, aufgrund der optisch verschlossenen Versuchsaufbauten, treffen. In diesem Experiment fällt die oben genannte erste Ablösung einer Partikelstruktur bei einer Kanallänge von $X = 73$ mm mit dem Zeitpunkt $t_{\text{Reg}} = 30,2$ min in den Zeithorizont des schon konstanten Druckverlustes. Es zeigt sich dadurch, dass die Ablösung von Partikelstrukturen selbst keinen Einfluss auf den Druckverlust haben und diesen nicht weiter reduzieren.

Somit geht als Fazit hervor, dass der Schichtaufbruch der geschlossenen Partikelschicht und die darauf resultierende Fragmentierung für den abfallenden Druckverlust über den Partikelfilter verantwortlich sind und nicht die Resuspensionen der Partikelstrukturen.

Analyse der Strukturgrößen während der Regeneration des MFK

Mit Beendigung des Experimentes und Abschluss der Analyse von den Verläufen des Druckverlustes und der CO_2 -Konzentration, soll nochmal ein Schritt zurückgegangen werden. Im vorletzten Abschnitt der visuellen Auswertung folgte bereits die Erkenntnis, dass die entstehenden Partikelstrukturen, die sich während des Schichtaufbruchs bilden, über die Regenerationszeit kleiner werden. Dies wird daher in folgender Abb. 6.11 ergänzend dargestellt. Hierbei sind die Strukturgrößen vor der potentiellen Ablösung dieser ausgewertet.

Wie bereits zuvor wird aufgrund der zweidimensionalen Datenauswertung die analysierte Projektionsfläche der Partikelstrukturen in einen flächengleichen Kreis umgerechnet und deren Mittelwert gebildet. Da sich die ersten Schichtaufbrüche im Zeitintervall von $t_{\text{Reg}} = 30$ min ...

40 min gezeigt haben, werden in den folgenden Auswertungen die Regenerationszeiten von $t_{\text{Reg}} = 30$ min, 35 min und 40 min genutzt und der Einlasskanal wird dabei in drei flächengleiche Bereiche ($X = 0$ mm ... 41,7 mm; $X = 41,7$ mm ... 83,3 mm; $X = 83,3$ mm ... 125 mm) eingeteilt. Durch die Aufteilung des Einlasskanals lässt sich neben dem zeitlichen auch ein ortsabhängiger Einfluss ermitteln.

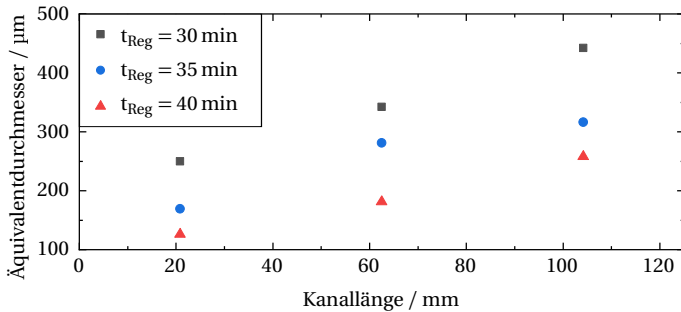


Abbildung 6.11: Durchschnitt des flächenäquivalenten Durchmessers der aufgebrochenen Partikelstrukturen vor potenziellen Ablösungen während der Regeneration aufgetragen gegen die Kanallänge für verschiedene Regenerationszeiten einer Rußpartikelschicht im MFK nach [5].
 Prozessparameter: $T_{\text{Reg}} = 570$ °C, $m_{\text{Ruß}}(t = 0 \text{ min}) = 18$ mg auf Sintermetallfilter (100 % reaktiv), $h = 200$ µm, Regenerationsgas = Luft (21 % O₂), $v_{\text{Gas}} = 60$ m s⁻¹.

Aus Abb. 6.11 gehen unter Betrachtung der eingeführten zeitlichen und örtlichen Abhängigkeiten zwei Erkenntnisse hervor:

- Je länger die Regenerationszeit andauert, desto kleiner werden die Fragmente, die durch den Schichtaufbruch entstanden sind.
- Je weiter die Partikelstrukturen vom Kanaleingang entfernt sind, desto größer sind sie. Im Umkehrschluss sind Strukturen im kanaleingangsnahen Bereich kleiner, was auch die visuelle Auswertung aus dem vorherigen Abschnitt bestätigte.

Ein genauerer Blick in die Daten und die Abhängigkeiten hinsichtlich Regenerationsdauer und Lokalisierung in der Kanallänge gibt einen genaueren Aufschluss über die Zusammenhänge:

- Der mittlere Äquivalentdurchmesser reduziert sich im ersten Drittel des Einlasskanals ($X = 0$ mm ... 41,7 mm) innerhalb von $\Delta t_{\text{Reg}} = 10$ min ($t_{\text{Reg}} = 30$ min ... 40 min) von $d = 250$ µm auf $d = 126$ µm, was einer Größenreduzierung von 49,6 % entspricht.

- Im mittleren Drittel der Kanallänge wird diese Größe innerhalb der gleichen Regenerationszeit von $d = 342 \mu\text{m}$ auf $d = 181 \mu\text{m}$ reduziert, was 47,1 % entspricht.
- Im hinteren Kanalabschnitt reduziert sich die Partikelstrukturgröße von $d = 442 \mu\text{m}$ auf $d = 258 \mu\text{m}$, was 41,6 % entspricht.

Um die Regeneration der Partikelschicht über die gesamte Regenerationszeit beurteilen zu können, wurde die Reduzierung der Partikelschicht aufgrund der Oxidation der reaktiven Partikeln betrachtet bis das Filtermedium vollständig regeneriert, also kein Ruß mehr darauf vorhanden ist.

Zu Beginn liegt eine vollständig verschlossene Rußschicht vor, was einem Wert von 100 % entspricht. In Abhängigkeit der Zeit oxidiert der Ruß und einzelne Partikelstrukturen können resuspendiert werden, so dass das Filtermedium stetig sichtbarer wird, da sich die Partikelschicht reduziert und dadurch die Risse zwischen den Strukturen größer werden. Sobald der Filter vollständig regeneriert, das Filtermedium komplett sichtbar und frei von Partikeln ist, ist der Endwert von 0 % erreicht.

Die Auswertung der Reduzierung der Partikelschicht über die Regenerationszeit erfolgt durch die Analyse der schwarzen Pixel des aufgenommenen Graustufenbildes der Hochgeschwindigkeitskamera. Aufgrund der Rußoxidation nimmt der Anteil der schwarzen Pixel auf den Aufnahmen mit der Regenerationszeit ab. Um ausschließlich die Einflüsse der Regeneration zu analysieren, werden Einflüsse wie Dichtungen oder deren Schatten, die ebenfalls als schwarze Pixel in den Bildern zu beobachten sind, am Ende des Experiments subtrahiert. Die Änderungsrate der schwarzen Pixel definiert die Verringerung der Beladung des Filtermediums mit Partikeln und ist somit das Resultat der stattfindenden Rußoxidation und der Transportprozesse.

Die prozentuale Reduzierung der Partikelschicht, bis der Filter vollständig regeneriert ist, wurde in Abb. 6.12 über die Regenerationszeit aufgetragen.

Interessanterweise geht aus Abb. 6.12 hervor, dass die kanaleingangsnahen Partikelstrukturen, also die Strukturen im ersten Kanaltrittel, langsamer ihre Größe reduzieren als die kanaleingangsfernen Strukturen. Dies könnte an der Bildung von kleineren Partikelstrukturen, wie in Abb. 6.8 und Abb. 6.11 dargestellt, am Kanalbeginn während des Schichtaufbruchs liegen, die während des weiteren Experimentes nicht resuspendiert werden. In diesem Bereich ist die Reduzierung der Partikelschicht allein auf die Oxidation des Rußes zurückzuführen. Auch hier wird nochmal die numerisch ermittelte Rußkinetik bestätigt, dass nach einer Regenerationszeit von $\Delta t_{\text{Reg}} = 40 \text{ min}$ die Rußoxidation abgeschlossen ist.

In den hinteren beiden Dritteln (2/3 und 3/3) des Filters weist die Reduzierung der Partikelschicht einen ähnlichen Verlauf auf. Wie auch in Abb. 6.8 gezeigt und in Abb. 6.11 bestätigt wurde, haben sich in diesem Bereich größere Partikelstrukturen gebildet. Ab der Kanallänge von $X = 51 \text{ mm}$ und einer Regenerationszeit von $t_{\text{Reg}} = 30,2 \text{ min}$ werden Partikelstrukturen resuspendiert und entlang des Einlasskanals transportiert, was im Folgenden noch ausgewertet wird. Dies erklärt die schnellere Reduzierung der Partikelschicht, da Resuspensionen von Strukturen kleine Flächen des Filtermediums freilegen und in diesem Fall nicht nur die Rußoxidation für

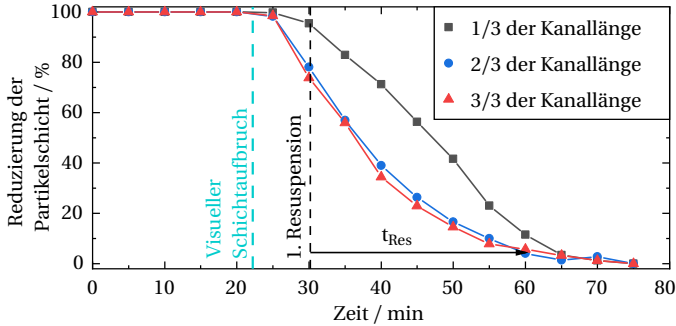


Abbildung 6.12: Reduzierung der Partikelschicht, aufgeteilt in drei Abschnitte der Kanallänge während der Regeneration der Rußpartikelschicht im Modellfilterkanal nach [5].
 Prozessparameter: $T_{Reg} = 570\text{ °C}$, $m_{Ru\beta}(t = 0\text{ min}) = 18\text{ mg}$ auf Sintermetallfilter (100% reaktiv), $h = 200\text{ }\mu\text{m}$,
 Regenerationsgas = Luft (21% O_2), $v_{Gas} = 60\text{ m s}^{-1}$.

die Reduzierung der Partikelschicht verantwortlich ist.

Analyse der Ablösung von Partikelstrukturen

Abb. 6.13 a) visualisiert die Größe der resuspendierten Partikelstrukturen in Abhängigkeit der Zeit. Für eine bessere Übersichtlichkeit sind die Partikelstrukturgrößen in vier Partikelgrößenklassen - $d_p = 100\text{ }\mu\text{m}$... $200\text{ }\mu\text{m}$, $d_p = 200\text{ }\mu\text{m}$... $300\text{ }\mu\text{m}$, $d_p = 300\text{ }\mu\text{m}$... $400\text{ }\mu\text{m}$, $d_p = 400\text{ }\mu\text{m}$... $600\text{ }\mu\text{m}$ - eingeteilt. Große Partikelstrukturen ($d_p = 400\text{ }\mu\text{m}$... $600\text{ }\mu\text{m}$) resuspendieren in den ersten 15 min der Resuspensionszeit bei $t_{Res} = 30,2\text{ min}$... $45,2\text{ min}$. Mit fortschreitender Regenerationszeit steigt die Anzahl der Resuspensionen von kleineren Partikelstrukturen an, was erneut auf die Rußoxidation und die damit verbundene Größenreduzierung der Partikelstrukturen zurückgeführt werden kann.

Insgesamt wurde eine Anzahl von $N = 80$ Partikelstrukturen im Zeitfenster von $\Delta t_{Res} = 29,6\text{ min}$ ($t_{Res} = 30,2\text{ min}$... $49,8\text{ min}$) resuspendiert und entlang des Filterkanals transportiert. Die anzahlbasierte Partikelgrößenverteilung der resuspendierten Strukturen ist in Abb. 6.13 b) dargestellt und wurde erneut auf den Durchmesser eines projektionsflächengleichen Kreises bezogen.

Während der Resuspensionszeit wurden Partikelstrukturen mit einem Durchmesser von $d = 110\text{ }\mu\text{m}$... $553\text{ }\mu\text{m}$ resuspendiert. Dabei wurden nur vereinzelte Resuspensionen in den Partikelgrößenklassen $d < 150\text{ }\mu\text{m}$ sowie $d > 450\text{ }\mu\text{m}$ detektiert. Die anzahlbasierte Partikelgrößenverteilung zeigt, dass die Resuspensionshäufigkeit in einem Größenbereich der Partikelstrukturen von $d = 200\text{ }\mu\text{m}$... $400\text{ }\mu\text{m}$ am größten ist, und in dieser Größenklasse 81,25% des Gesamtanteils der Resuspensionen repräsentiert.

Partikelstrukturen können resuspendieren, wenn die Lift-Kraft die Adhäsionskräfte zwischen den Partikeln und den Partikeln und dem Filtermedium überwinden [128, 103]. Diese Kräfte

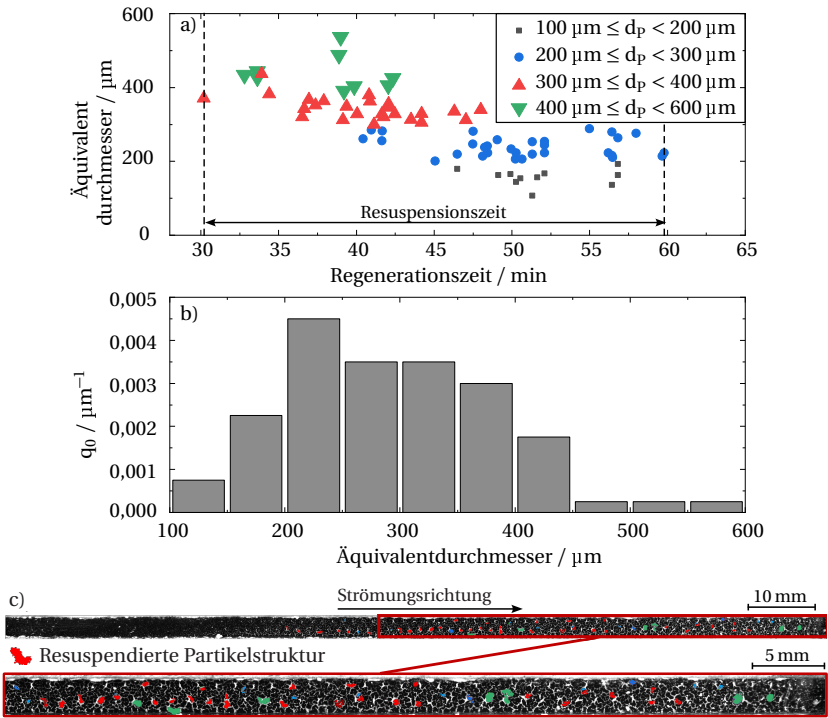


Abbildung 6.13: a) Flächenäquivalentdurchmesser aufgetragen über die Regenerationszeit und b) anzahlbasierte Partikelgrößenverteilung der resuspendierten Partikelstrukturen während des Regenerationsexperimentes, c) Resuspensionsorte der resuspendierten Partikelstrukturen im MFK. Die Farben zeigen die unterschiedlichen Größen der resuspendierten Strukturen an nach [5].
 Prozessparameter: $T_{\text{Reg}} = 570^\circ\text{C}$, $m_{\text{Ruß}}(t = 0 \text{ min}) = 18 \text{ mg}$ auf Sintermetallfilter (100 % reaktiv), $h = 200 \mu\text{m}$,
 Regenerationsgas = Luft (21 % O_2), $v_{\text{Gas}} = 60 \text{ m s}^{-1}$.

können durch die Strömungsgeschwindigkeit oder die Partikelschichtdicke beeinflusst werden. Die Größe der evaluierten Partikelstrukturen wird in der Literatur ebenfalls als resuspendierbar eingestuft [94]. In diesen Studien wird von sphärischen Partikeln ausgegangen, was in den Untersuchungen der vorliegenden Arbeit nicht der Fall ist. Die resuspendierten Partikelstrukturen sind unregelmäßig geformt und liegen größtenteils als flache oder leicht gewölbte Plättchen vor. Wie in Abb. 6.13 c) gezeigt, erfolgt die Resuspension der Partikelstrukturen im hinteren Kanalbereich zwischen $X = 51 \text{ mm} \dots 121 \text{ mm}$. Die Partikelstrukturen werden hauptsächlich in der Mitte der Kanalbreite zwischen $Y = 0,5 \text{ mm} \dots 2,0 \text{ mm}$ resuspendiert. In diesem Bereich ist die Kernströmung des Gases und damit die Strömungsgeschwindigkeit am höchsten [2]. In Wandnähe werden die Strukturen gelegentlich resuspendiert, was auf die geringere Strömungsgeschwindigkeit und die entstehende Grenzschicht der Strömung zurückzuführen ist [28, 103].

Die verschiedenen Farben in der Abbildung visualisieren die verschiedenen Größen der resuspendierten Strukturen. Die grau eingefärbten Strukturgrößen der Partikelgrößenfraktion zwischen $d = 100 \mu\text{m} - 200 \mu\text{m}$ sind aufgrund ihrer geringen Größe nicht zu erkennen.

Analyse des Transports von Partikelstrukturen

Abb. 6.14 zeigt Geschwindigkeitskurven (a) sowie Flugbahnen (b) von vier resuspendierten, reaktiven Partikelstrukturen während der Regeneration des Filterkanals mit einer filtrierten Rußpartikelmasse von 18 mg und einer durchschnittlichen Schichtdicke von $200 \mu\text{m}$.

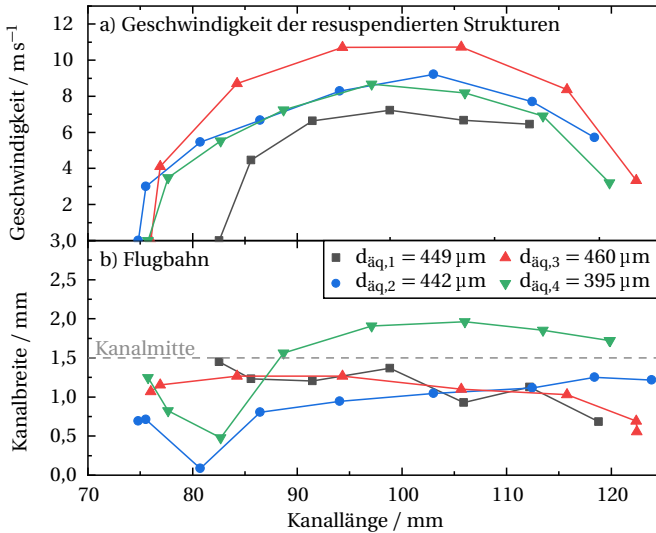


Abbildung 6.14: a) Agglomeratgeschwindigkeiten und b) Flugbahnen von resuspendierten Partikelstrukturen entlang der Kanallänge eines Regenerationsexperiments im MFK nach [5].
 Prozessparameter: $T_{\text{Reg.}} = 570 \text{ }^\circ\text{C}$, $m_{\text{Ruß}}(t = 0 \text{ min}) = 18 \text{ mg}$ auf Sintermetallfilter (100 % reaktiv), $h = 200 \mu\text{m}$,
 Regenerationsgas = Luft (21 % O_2), $v_{\text{Gas}} = 60 \text{ m s}^{-1}$.

Die Strukturen werden in der zweiten Kanalhälfte, zwischen einer Kanallänge von $X = 74,8 \text{ mm} \dots 82,5 \text{ mm}$, resuspendiert. Nach der Resuspension werden die Partikelstrukturen beschleunigt und erreichen bei einer Kanallänge von ca. $X = 100 \text{ mm}$ ihre maximale Geschwindigkeit. Die erreichte Maximalgeschwindigkeit $v_{\text{max}} = 7,2 \text{ m s}^{-1} \dots 10,7 \text{ m s}^{-1}$ (siehe Tabelle 6.2) weicht deutlich von der Strömungsgeschwindigkeit des Regenerationsgases am Kanaleinlass, die $v_{\text{Gas}} = 60 \text{ m s}^{-1}$

Tabelle 6.2: Evaluierte Parameter des Transports von vier resuspendierten Partikelstrukturen bei einer Filterbelastung von $m = 18$ mg.
 Prozessparameter: $T_{\text{Reg}} = 570$ °C, $m_{\text{Ruß}}(t = 0 \text{ min}) = 18$ mg auf Sintermetallfilter (100 % reaktiv),
 $h = 200$ µm, Regenerationsgas = Luft (21 % O₂), $v_{\text{Gas}} = 60$ m s⁻¹.

Struktur	1	2	3	4
Äquivalentdurchmesser	449 µm	442 µm	460 µm	395 µm
Ablösezeitpunkt	32,8 min	33,6 min	33,6 min	34,4 min
Transportdauer	0,006 s	0,008 s	0,007 s	0,008 s
Position X (t = 0 s)	82,5 mm	74,8 mm	76,0 mm	75,4 mm
Position Y (t = 0 s)	1,45 mm	0,69 mm	1,07 mm	1,25 mm
Maximalgeschwindigkeit	7,2 m s ⁻¹	9,2 m s ⁻¹	10,7 m s ⁻¹	8,7 m s ⁻¹

beträgt, ab. Hierbei muss beachtet werden, dass die Strömungsgeschwindigkeit des Regenerationsgases über die Länge des Einlasskanals abnimmt. Dies wurde für den verwendeten Modellfilterkanal (Zweikanalmodell) mittels Lattice Boltzmann Methoden (LBM) simuliert [2, 49] und auch durch weitere Studien von z.B. Konstandopoulos et al. [79] und Basu et al. [19] bestätigt.

Aufgrund der zweidimensionalen Detektion wurde für die Abschätzung der Größe der resuspendierten Strukturen erneut die Fläche der Partikelstruktur vor dessen Resuspension vom Filtermedium verwendet. Die Äquivalentdurchmesser der resuspendierten Partikelstrukturen befinden sich in einem vergleichbaren Bereich. Struktur 3 hat den größten projektionsflächenäquivalenten Durchmesser von $d = 460$ µm und erreicht die höchste Maximalgeschwindigkeit von $v_{\text{max}} = 10,7$ m s⁻¹. Dies liegt an der Flugbahn des Agglomerates, das sich während des Transports hauptsächlich in der Mitte der Kanalbreite (Y-Richtung) befindet, es also in der Kernströmung transportiert wird und dadurch eine größere Beschleunigung erfährt. Zusätzlich hat auch die Form der resuspendierten Partikelstruktur sowie die Transporthöhe (Z-Richtung) einen Einfluss auf dessen Geschwindigkeit, wie in Kapitel 6.1 schon erläutert wurde. Über die Höhe kann mit dem verwendeten Versuchsstand keine Aussage getroffen werden, da es sich um eine zweidimensionale Detektion handelt.

Die Geschwindigkeitsverläufe und der Resuspensionsort auf der Kanallänge der Struktur 2 und Struktur 4 sind vergleichbar. Der Äquivalentdurchmesser dieser beiden Strukturen unterscheidet sich um $\Delta d = 47$ µm, was auf die unregelmäßigen Formen der Partikelstrukturen zurückgeführt werden kann.

Die geringste Transportgeschwindigkeit erreichte Struktur 1 aufgrund seines Resuspensionsortes nach einer Kanallänge von $X = 82,5$ mm, da zum einen die Strömungsgeschwindigkeit nach dieser Kanallänge und zum anderen die Beschleunigungszeit bis zur erneuten Ablagerung am Kanalstopfen reduziert ist.

Abb. 6.14 b) zeigt die Flugbahnen der resuspendierten Partikelstrukturen in X- und Y-Richtung (Länge- und Breite des Einlasskanals). Die Partikelstrukturen resuspendieren in der unteren Hälfte der Kanalbreite ($Y = 0$ mm ... 1,5 mm). Die Strukturen 1 und 3 bleiben auf Ihrer Flugbahn

in der Kanalmitte, wo sich die Kernströmung befindet und somit die höchste Gasgeschwindigkeit erreicht wird [2]. Die Strukturen 2 und 4 werden nach der Resuspension an die untere Kanalwand transportiert bevor sie sich in die Kanalmitte bewegen und am Kanalende, wie alle in diesem Experiment evaluierten Strukturen, bis an das Kanalende transportiert und dort erneut abgelagert werden.

6.2.2 Regenerationstemperatur

Ein relevanter Parameter der Regeneration eines Partikelfilters stellt die Temperatur dar. Diese hat einen Einfluss auf die Oxidation der reaktiven Partikeln und somit auf die gesamte Regeneration eines Partikelfilters. Mit dem folgenden Kapitel soll deswegen der Einfluss der Temperatur auf die Regeneration des MFKs analysiert werden, um für die folgenden Experimente eine konstante Temperatur festzulegen.

Der Einfluss der Regenerationstemperatur wurde mit einer vollständig reaktiven Partikelschicht RI = 100/0 für drei Regenerationstemperaturen $T_{\text{Reg}} = 480\text{ °C}$, 570 °C , 600 °C untersucht. Die Experimente starteten bei Umgebungstemperatur, wodurch in den ersten $t_{\text{Reg}} = 20\text{ min}$ der Experimentierzeit ein steiler Temperaturanstieg, wie in Kapitel 3.4.2 erläutert, zu erkennen ist.

Analyse der Messdaten - Temperatur, Druckverlust und Partikelschichtreduzierung

In Abb. 6.15 sind die Temperaturverläufe, Druckverlustkurven und die Reduzierung der Partikelschicht über der Regenerationszeit der Experimente bei variierten Temperaturen dargestellt. Der Temperaturanstieg des Regenerationsgases im MFK ist für alle Experimente bis zu einer Temperatur von $T_{\text{Reg}} = 480\text{ °C}$ identisch. Anschließend wird sich an die Regenerationsendtemperaturen angenähert.

Bei dem Experiment mit einer Endtemperatur von $T_{\text{Reg}} = 480\text{ °C}$ ist ein leichtes Überschwingen aufgrund der langsamen Regelung zu erkennen. Diese leicht erhöhte Temperatur kann die Geschwindigkeit der Rußoxidation beeinflussen, jedoch ist der Unterschied zu den beiden höheren Regenerationstemperaturen ($T_{\text{Reg}} = 570\text{ °C}$ und $T_{\text{Reg}} = 600\text{ °C}$) so groß, dass dieses Überschwingen vernachlässigt werden kann.

Aufgrund der unterschiedlichen Endtemperaturen und der sich dadurch ändernden Gaseigenschaften variiert die Endgeschwindigkeit des Gases am Eintritt des Kanals zwischen $v_{\text{Gas}} = 55\text{ ms}^{-1}$... 60 ms^{-1} . Dieser geringe Unterschied der Strömungsgeschwindigkeit kann für diese Untersuchungen vernachlässigt werden, da hier die Oxidation und die Auswahl der Regenerationstemperatur im Vordergrund stehen. Die variierten Temperaturen haben hierbei jedoch einen direkten Einfluss auf den gemessenen Druckverlust über dem Filter.

Während der Aufheizphase des MFKs fällt der Druckverlust bis zu einer Regenerationszeit von $t_{\text{Reg}} \approx 12\text{ min}$ ab, was an der Desorption der volatilen Bestandteilen (VOC, PAH, Wasser) liegt. Wie

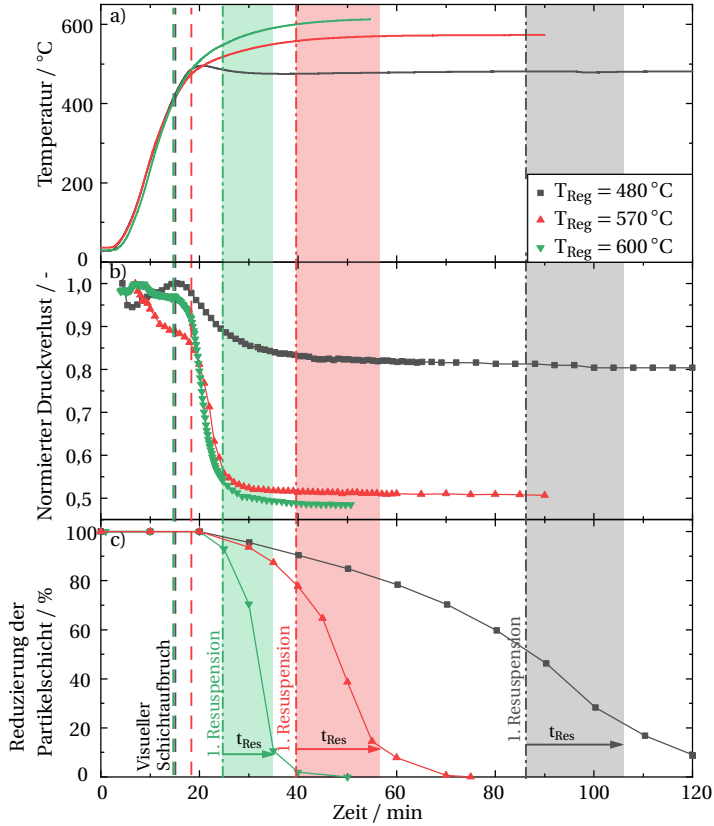


Abbildung 6.15: a) Temperaturprofil am Kanaleintritt, b) normierter Druckverlust und c) Reduzierung der Partikelschicht bei Regenerationsexperimenten mit einer Rußpartikelschicht bei variierten Regenerationstemperaturen im MFK nach [5].
 Prozessparameter: T_{Reg} = variiert, $m_{Ru\beta}(t = 0 \text{ min}) = 6 \text{ mg}$ auf Sintermetallfilter (100 % reaktiv), $h = 68 \text{ }\mu\text{m}$, $RI = 100/0$, Regenerationsgas = Luft (21 % O_2), $v_{Gas} = 60 \text{ m s}^{-1}$.

schon in Kapitel 4.2 beschrieben, desorbieren ab einer Temperatur von $T = 150\text{ °C}$ erste Komponenten des Propanrußes. Währenddessen wurde kein CO_2 -Gas detektiert, was bestätigt, dass während der Aufheizphase noch keine Rußoxidation stattfindet, jedoch der Druckverlust in dieser Zeit beeinträchtigt werden kann.

Ab einer Temperatur im MFK von $T_{\text{Reg}} = 480\text{ °C}$ beginnt bei allen Experimenten der Druckverlust abzufallen und der visuelle Schichtaufbruch ist erkennbar. Der Zeitpunkt des Schichtaufbruchs liegt zwischen den untersuchten Temperaturen wenige Minuten auseinander (siehe Tabelle 6.3). Durch den Aufbruch der Partikelschicht, aufgrund der Oxidation der Rußpartikeln, fällt der Druckverlust signifikant ab und nach ca. $t_{\text{Reg}} = 40\text{ min}$ der Regenerationszeit bleibt dieser für alle Experimente auf einem konstanten Wert, der jedoch für alle Temperaturen variiert. In Tabelle 6.3 sind die evaluierten Parameter der Regenerationsexperimente bei den variierten Temperaturen aufgelistet.

Tabelle 6.3: Evaluierte Parameter der Regenerationsexperimente bei variierten Regenerationstemperaturen.
 Prozessparameter: T_{Reg} = variiert, $m_{\text{Ruß}}(t = 0\text{ min}) = 6\text{ mg}$ auf Sintermetallfilter (100 % reaktiv),
 $h = 68\text{ }\mu\text{m}$, $\text{RI} = 100/0$, Regenerationsgas = Luft (21 % O_2), $v_{\text{Gas}} = 60\text{ m s}^{-1}$.

Regenerationstemperatur	480 °C	570 °C	600 °C
Regenerationszeit	>120 min	76 min	71 min
Dauer Druckverlustabfall	54 min	20 min	10 min
Visueller Schichtaufbruch	15,1 min	19,1 min	14,7 min
Zeitpunkt 1. Resuspension	86 min	39,5 min	24,8 min
Resuspensionszeit	21 min	17 min	10 min
Resuspensionsanzahl	11	41	79

Die im vorigen Kapitel getroffene Kernaussage, dass der steile Druckverlustabfall auf die Fragmentierung der Partikelschicht zurückgeführt werden kann, wird auch bei diesen Experimenten bestätigt. Erst nach dem Abfall des Druckverlustes werden Partikelstrukturen resuspendiert. Dabei ist der Zeitraum des Druckverlustabfalls nicht ausschlaggebend, da dieser bei der geringsten Temperatur ca. 5,5 mal so lange andauert wie bei der höchsten und trotzdem erst anschließend Partikelstrukturen resuspendiert werden.

Mit der Erhöhung der Regenerationstemperatur wird der Ruß schneller vom Filter oxidiert und die Regenerationszeit, bis kein Ruß mehr auf dem Filtermedium zu erkennen ist, wird reduziert. Bei einer Regenerationstemporendtemperatur von $T_{\text{Reg}} = 480\text{ °C}$ ist das Filtermedium selbst nach $t_{\text{Reg}} = 2\text{ h}$ Experimentierzeit nicht vollständig vom Ruß befreit und es befinden sich noch Rußpartikeln auf dem Filtermedium (vgl. 6.15c)). Diese Ergebnisse sind in hervorragender Übereinstimmung mit der theoretisch ermittelten Kinetik des Rußes aus Kapitel 4.2. Bei einer Temperatur von $T_{\text{Reg}} = 480\text{ °C}$ dauert die vollständige Oxidation des Rußes ca. $t = 373\text{ min}$. Die nur geringe Reduzierung des Druckverlustes kann schlussfolgernd auf die langsame Rußoxidation und die dadurch noch verschlossenen Poren des Filtermediums durch Rußpartikeln erklärt werden.

Bei einer Temperatur von $T_{\text{Reg}} = 600\text{ °C}$ dauert der gesamte Regenerationsprozess nur $t_{\text{Reg}} = 51$ min. Durch die erhöhte Temperatur steigt die Reaktionsrate des Rußes an, so dass dieser schneller oxidiert. Die Kinetik des Rußes ist auch bei dieser Temperatur mit den Zeitskalen der Rußklassen vergleichbar. Die reaktivere Rußklasse 1 ist nach einer Zeit von $t = 4,0$ min vollständig oxidiert. Rußklasse 2 benötigt $t = 18,0$ min.

Mit zunehmender Regenerationstemperatur wird die Partikelschicht schneller reduziert und Resuspensionen von Partikelstrukturen finden dadurch zeitlich früher statt (Abb. 6.15c). Die Daten wurden, wie in Kapitel 6.2.1 beschrieben, ausgewertet. Nachdem die Resuspension von Partikelstrukturen beginnt, ist ein steilerer Abfall der Partikelschichtreduzierung zu erkennen, da sich in diesem Zeithorizont zwei Prozesse überlagern:

- Zum einen die Oxidation der Rußpartikeln und die damit zusammenhängende Größenreduzierung der Partikelstrukturen und
- zum anderen deren Resuspension, bei welcher Strukturen aus der fragmentierten Partikelschicht gelöst werden.

Diese beiden parallel ablaufenden Prozesse können eine verstärkte Reduzierung der Partikelschicht zur Folge haben. Die schnellste Reduzierung der Partikelschicht erfolgt bei einer Regenerationstemperatur von $T_{\text{Reg}} = 600\text{ °C}$ und nimmt mit der Verringerung der Temperatur ab. Im Zusammenhang mit der schnelleren Reduzierung der Partikelschicht und der kürzeren Regenerationszeit bei höherer Temperatur verkleinert sich auch das Zeitfenster in dem Resuspensionen von Partikelstrukturen stattfinden. Aufgrund der höheren Temperatur und der früheren Fragmentierung der Partikelschicht erreichen die Partikelstrukturen zum einen schneller eine resuspensionsfähige Größe und zum anderen werden die Adhäsionskräfte aufgrund der Oxidation früher reduziert.

Schneider et al. [106] zeigten mit Ihren Beobachtungen während der Regeneration von beladenen DPFs mit O_2 , dass je höher die Regenerationstemperatur ist, desto mehr Ascheagglomerate werden im Filterkanal gebildet. Dadurch entstehen instabilere Strukturen mit einer größeren Resuspensionsfläche, welche die Wahrscheinlichkeit von Umlagerungsvorgängen während der Regeneration des DPFs erhöht und die hier gewonnenen Erkenntnisse bestätigt.

Der mittlere flächengewichtete Äquivalentdurchmesser der resuspendierten Partikelstrukturen beträgt, bei den untersuchten Temperaturen, $d = 160\text{ }\mu\text{m}$ und finden bis zu einer Reduzierung der Rußschicht bis ca. 10 % statt. In diesem Bereich sind nur noch vereinzelte Partikelstrukturen auf dem Filtermedium vorhanden, die zum einen in einer nicht resuspensionsfähigen Größe sind und zum anderen häufig in der zweiten Hälfte des Einlasskanals $X > 60\text{ mm}$ vorliegen. In diesem Bereich ist die Strömungsgeschwindigkeit des Regenerationsgases deutlich reduziert, so dass dadurch keine Partikelstrukturen mehr resuspendiert werden.

Visuelle Analyse des Schichtaufbruchs und der Reduzierung der Partikelschicht

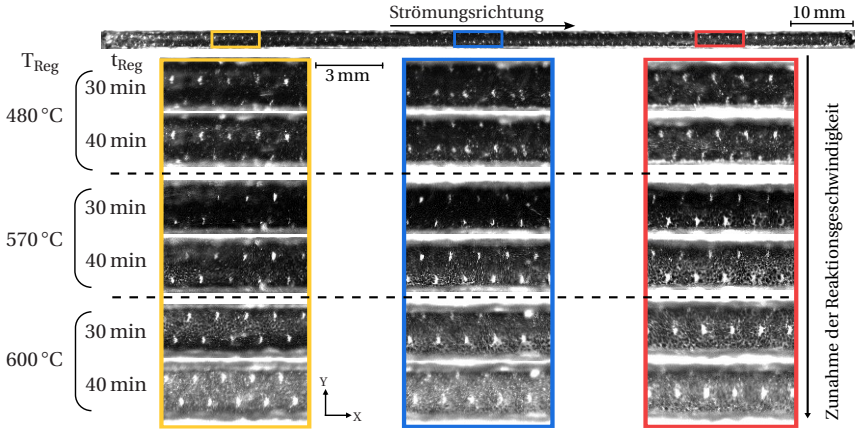


Abbildung 6.16: Visuelle Beobachtung des Einflusses der Regenerationstemperatur auf die Oxidation der Rußpartikeln und der Veränderung der Partikelschicht nach [5].
 Prozessparameter: T_{Reg} = variiert, $m_{\text{Ruß}}(t = 0 \text{ min}) = 6 \text{ mg}$ auf Sintermetallfilter (100 % reaktiv), $h = 68 \mu\text{m}$, $RI = 100/0$, Regenerationsgas = Luft (21 % O_2), $v_{\text{Gas}} = 60 \text{ m s}^{-1}$.

Die Abnahme der Rußschicht auf dem Sintermetallfilter ist für einen visuellen Vergleich in Abb. 6.16 für zwei Regenerationszeiten $t_{\text{Reg}} = 30 \text{ min}$ und $t_{\text{Reg}} = 40 \text{ min}$ dargestellt. Dabei werden die oben diskutierten Ergebnisse bestätigt, dass je höher die Regenerationstemperatur ist, desto schneller oxidieren die Rußpartikeln und desto schneller ist der Filter gereinigt. Während des Schichtaufbruchs entstehen kleine Partikelstrukturen, die nicht definiert ausgewertet werden können. Auch die Detektion des Transports der Strukturen war für diese Experimente nicht möglich, weswegen in diesem Kapitel allein der Einfluss der Temperatur auf die Druckverlust und die Reduzierung der Partikelschicht betrachtet wurden.

Für die folgenden Experimente wird aus diesen Ergebnissen eine konstante Regenerationstemperatur von $T_{\text{Reg}} = 570^\circ\text{C}$ gewählt, da in diesem Bereich die maximale Reaktionsrate des Rußes vorliegt und die Temperatur vergleichbar mit der Temperaturen in einem Kfz-Partikelfilter ist [64, 91, 95]. Zusätzlich werden die Rußklassen 1 und 2 in einer akzeptablen Zeit von $t = 40 \text{ min}$ nach Schichtaufbruch oxidiert.

6.2.3 Reaktiv-Inert-Verhältnis

Nachdem die grundlegenden Vorgänge während der Regeneration des MFKs und der Einfluss der Temperatur auf diese in den beiden vorherigen Kapitel diskutiert wurde, fokussiert sich dieser Abschnitt auf den Einfluss des RI-Verhältnisses der abgeschiedenen Partikelschicht auf den Schichtaufbruch sowie die anschließenden Resuspensionen und den Transport von Partikelstrukturen. Die Frage, ob ein gezielter Einfluss der Partikelschicht, in Bezug auf das Verhältnis der Asche- und Rußpartikeln, die Regeneration in einem Partikelfilter beeinflusst, und in diesem Zusammenhang auch, ob Umlagerungsvorgänge dabei beobachtet werden können, soll beantwortet werden. Dafür wurden RI-Verhältnisse von $RI = 100/0, 75/25, 50/50, 0/100$ ¹⁵ untersucht und wie in Kapitel 3.4.2 massenbasiert im MFK abgeschieden. Die Auswertungen zu diesen Partikelschichten sind in Kapitel 5 zu finden.

Analyse der Messdaten - Druckverlust, Temperatur und Reduzierung der Partikelschicht

Der normierte Druckverlust, Temperaturverlauf (a), die Reduzierung der Partikelschicht (b) und die Korrelation zwischen abgeschiedener Inter Masse und normierten Enddruckverlust während der Regeneration des MFKs bei $T_{\text{Reg}} = 570 \text{ °C}$ mit unterschiedlichen RI-Verhältnissen beladen, sind in Abb. 6.17 dargestellt.

Während der Aufheizphase des MFK blieb der Druckverlust für alle untersuchten RI-Verhältnisse annähernd konstant bis dieser bei einer Temperatur von $T_{\text{Reg}} = 480 \text{ °C}$ zu fallen begann .

Je höher der Reaktivanteil ist, desto steiler ist der Abfall des Druckverlustes. Durch den erhöhten Anteil an Rußpartikeln, deren Oxidationsrate ab einer Temperatur von 480 °C steil ansteigt (vgl. Kapitel 4.2) und aufgrund des identischen Temperaturverlaufes sowie dem konstanten Sauerstoffgehaltes des Regenerationsgases, liegt eine gleichbleibende Reaktionskinetik vor. Daraus wird ersichtlich, dass durch den Anteil an Aschepartikeln die Regeneration in einem Temperaturbereich $T_{\text{Reg}} = 480 \text{ °C} \dots 550 \text{ °C}$ langsamer abläuft.

Der Druckverlustabfall ist deswegen für die verschiedenen RI-Verhältnisse unterschiedlich und liegt für

- $RI = 100/0$ (reine Rußschicht) bei $-0,06 \text{ min}^{-1}$,
- $RI = 75/25$ bei $-0,025 \text{ min}^{-1}$,
- $RI = 50/50$ bei $-0,023 \text{ min}^{-1}$ und
- $RI = 0/100$ (reine Ascheschicht) bei $-0,004 \text{ min}^{-1}$.

¹⁵ RI bezieht sich auf das Reaktiv-Inert-Verhältnis. Dabei ist die erste Zahl immer der prozentuale, massenbasiert Anteil an Rußpartikeln, welche auf dem Filtermedium abgeschieden sind und vice versa für die Aschepartikeln.

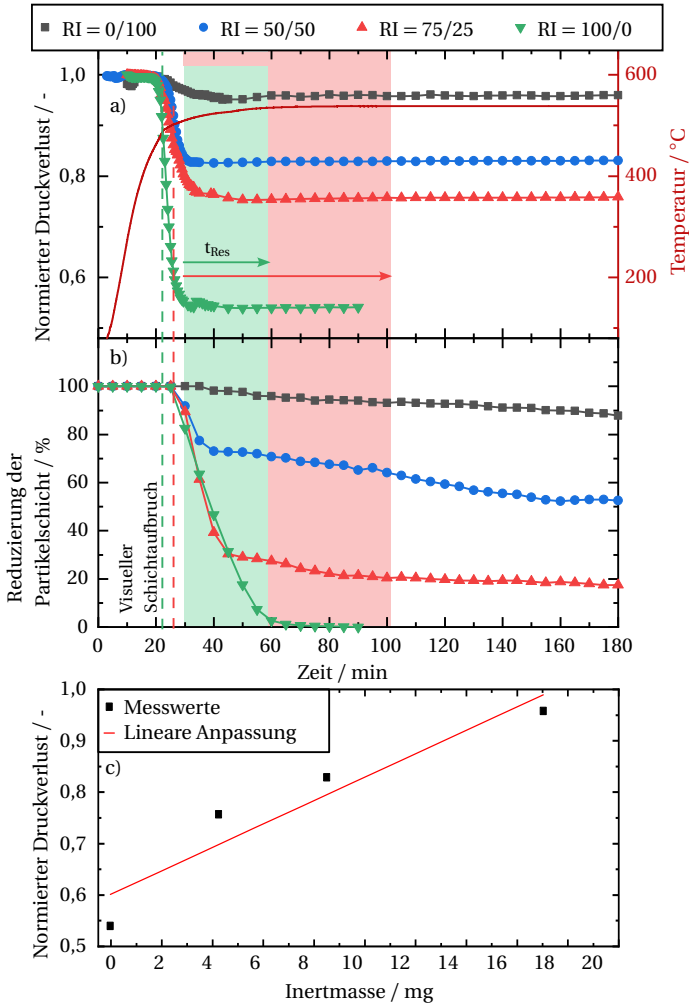


Abbildung 6.17: a) Normierter Druckverlust, Temperaturverlauf, b) Reduzierung der Partikelschicht und c) Korrelation zwischen abgeschiedener Inertmasse und normiertem Enddruckverlust bei variierten, massenbasierten RI-Verhältnissen im MFK.

Prozessparameter: $T_{Reg} = 570\text{ °C}$, $m(t = 0\text{ min}) = 18\text{ mg}$ auf Sintermetallfilter, RI = variiert, Regenerationsgas = Luft (21 % O_2), $v_{Gas} = 60\text{ m s}^{-1}$.

Kurz nach dem Abfall des Druckverlustes ist der visuelle Schichtaufbruch der beiden Experimente mit RI = 100/0 nach $t_{Reg} = 22,2\text{ min}$ und RI = 75/25 nach $t_{Reg} = 26,0\text{ min}$ zu detektieren.

Die ersten Resuspensionen sind hierbei nach einer Regenerationszeit von $t_{\text{Reg}} = 30$ min zu beobachten und wird im folgenden noch ausgewertet.

Weiterhin ist ersichtlich, dass der Enddruckverlust mit steigendem Reaktivanteil sinkt. Die inerten Partikeln verbleiben nach der Oxidation des Rußes auf dem Sintermetallfilter, was den hohen, verbleibenden Druckverlust am Ende der Regeneration erklärt.

Die filtrierte Aschemasse korreliert linear mit dem erreichten Enddruckverlust wie Abb. 6.17 c) zeigt. Die Inertmasse ist hierbei auf die jeweiligen Anteile der Aschepartikeln in den verschiedenen RI-Verhältnissen, die im MFK abgeschieden wurden, bezogen. Der Pearson-Koeffizient PK ergibt eine starke Korrelation mit einem Wert von $PK = 0,95$. Nicht nur der Enddruckverlust auch die schon oben charakterisierte negative Steigung des Druckverlustes korreliert mit der Aschemasse mit einem Korrelationskoeffizient nach Pearson (Pearson-Koeffizienten) von $PK = 0,92$. Mit den gezeigten Ergebnissen können schlussfolgernd Abschätzungen zu weiteren Aschemassen durchgeführt werden.

Aravelli and Heibel [15] haben den Druckverlust nach verschiedenen Beladungszyklen in einem DPF hinter einem Verbrennungsmotor untersucht. Hierbei zeigte sich ebenfalls, dass der Druckverlust mit steigendem Ascheanteil zunimmt und auch weitere Studien von Lapuerta et al. [83] und Zhao et al. [134] kamen zu vergleichbaren Ergebnissen.

Abb. 6.17 b) illustriert die Reduzierung der Partikelschicht der untersuchten RI-Verhältnisse. Bei der reinen Ascheschicht mit $RI = 0/100$ findet keine Oxidation in dem gewählten Temperaturbereich von $T_{\text{Reg}} = 570$ °C statt (vgl. Kapitel 4.1). Während des Experimentes werden nur minimale visuelle Änderungen detektiert und die Partikelschicht der Aschepartikeln weist nach $t_{\text{Reg}} = 180$ min nur eine minimale Reduzierung dieser auf.

Bei den gemischten Partikelschichten, mit reaktiven und inerten Partikeln, wird der Ruß oxidiert, so dass eine visuelle Änderung detektierbar ist. Die optischen Untersuchungen zeigen, dass der Abbau der Partikelschicht durch die Rußoxidation und den damit zusammenhängenden Schichtaufbruch bei den Schichten mit Reaktivanteil zeitgleich zum Abfall des Druckverlustes beginnt. Hierbei ist die anfängliche negative Steigung für die gemischten sowie die rein reaktive Partikelschicht vergleichbar, was dafür spricht, dass die Rußoxidation nicht vom Inertanteil in der heterogenen Partikelschicht beeinflusst wird.

Aufgrund der Aschepartikeln, die bei den gemischten Schichten auf dem Filtermedium verbleiben, sinkt in diesen Experimenten der Wert der Reduzierung der Partikelschicht nicht auf 0 %, da kein vollständig regenerierter Filter vorliegt. Die erreichten Endwerte der reduzierten Partikelschichten mit $RI = 75/25$ und $RI = 50/50$ liegen bei 52 % und 19 %, was im Zusammenhang mit der abgeschiedenen Aschemasse zusammenpasst.

Visuelle Analyse des Schichtaufbruchs und der Strukturgrößen auf dem Filtermedium bei Variation der Reaktiv-Inert-Verhältnisse

Nicht nur die Reduzierung der Partikelschicht verläuft bei der Variation der RI-Verhältnisse unterschiedlich, auch die visuelle Beobachtung bestätigt, dass der Schichtaufbruch bei den Experimenten unterschiedlich abläuft. Abb. 6.18 zeigt einen Vergleich der Partikelschichten nach einer Regenerationszeit von $t_{\text{Reg}} = 30$ min.

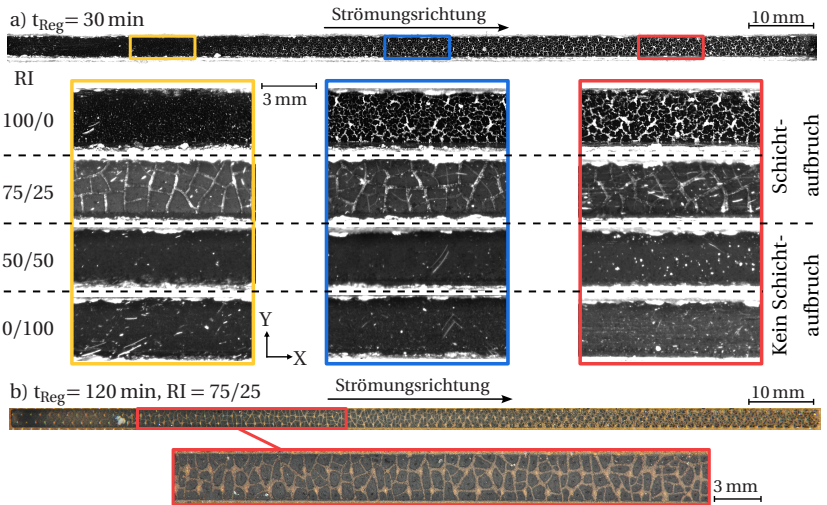


Abbildung 6.18: a) Bildersequenz des Schichtaufbruchs der verschiedenen Partikelschichten nach $t_{\text{Reg}} = 30$ min und b) Fotoaufnahme der Partikelschicht für einen Eindruck der Farbe der zurückbleibenden Asche auf dem Filtermedium nach einer Regenerationszeit von $t_{\text{Reg}} = 120$ min.

Prozessparameter: $T_{\text{Reg}} = 570$ °C, $m(t = 0 \text{ min}) = 18$ mg auf Sintermetallfilter, RI = variiert, Regenerationsgas = Luft (21 % O_2), $v_{\text{Gas}} = 60 \text{ m s}^{-1}$.

Auch wenn allein Aschepartikeln auf dem Filtermedium abgeschieden wurden, wirken die Bilder der Hochgeschwindigkeitskamera schwarz. Bei diesen Aufnahmen kann schlussfolgernd nicht durch einen Farbunterschied die Schichtzusammensetzung beurteilt werden. Die generierte Asche, die durch die Zerstäubung eines Motoröls und einer anschließenden thermischen Umsetzung hergestellt wird, wie in Kapitel 3.1.1 erläutert, besitzt eine dunkelgraue Farbe, wie in Abb. 6.18b) für die Partikelschicht mit einem RI = 75/25 nach einer Regenerationszeit von $t_{\text{Reg}} = 120$ min gezeigt ist.

Bei einer komplett inerten Partikelschicht und einer Partikelschicht mit RI = 50/50 ist kein Schichtaufbruch erkennbar, wohingegen bei den beiden weiteren Partikelschichten, klar sichtbare Partikelstrukturen auf dem Filtermedium entstehen, die deutliche Unterschiede in ihrer Größe aufweisen. Auch entlang der Kanallänge variiert die Größe der entstehenden Strukturen.

Bei der rein reaktiven Schicht nimmt die Strukturgröße entlang der Kanallänge zu, wohingegen es bei der Schicht mit einem $RI = 75/25$ der Schichtaufbruch gleichmäßiger wirkt.

Um dies besser beurteilen zu können, wurden für die beiden Partikelschichten mit $RI = 100/0$ und $RI = 75/25$ zusätzlich die durchschnittlichen Strukturgrößen der entstandenen Fragmente während des Schichtaufbruchs erneut über deren Projektionsfläche ermittelt und in Abb. 6.19 grafisch dargestellt.

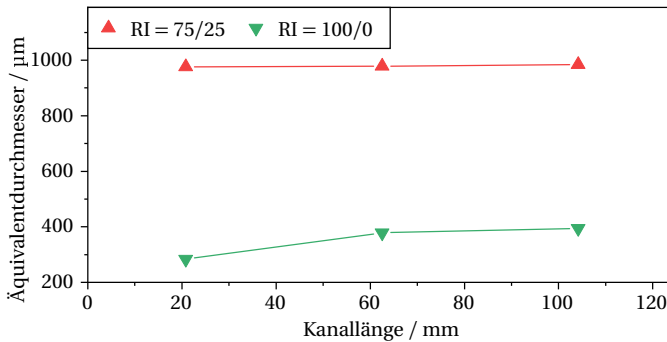


Abbildung 6.19: Entstandene Strukturgrößen durch den Schichtaufbruch der Partikelschicht bei variierten RI-Verhältnissen im Modellfilterkanal.
 Prozessparameter: $T_{Reg} = 570\text{ °C}$, $m(t = 0\text{ min}) = 18\text{ mg}$ auf Sintermetallfilter, $RI = \text{variiert}$, Regenerationsgas = Luft (21 % O_2), $v_{Gas} = 60\text{ m s}^{-1}$.

Die Auswertung der Strukturgrößen bestätigt den visuellen Eindruck aus Abb. 6.18, dass bei einem $RI = 75/25$ deutlich größere Strukturen entstehen, die bis um einen Faktor von 3,4 größer sind als die der reinen Rußschicht. Zusätzlich ist der Schichtaufbruch bei dieser Schicht homogener über die Kanallänge verteilt und nimmt nicht, wie bei einem $RI = 100/0$, über die Kanallänge zu. Die vorhandene Asche, welche in die Rußagglomerate eingebettet ist (vgl. Kapitel 5, Abb. 5.3) führt zu Unterschieden in den Adhäsionskräften, wodurch weniger, aber dafür größere Brüche in der Partikelschicht entstehen. Auch Sappok et al. [102] beobachtete den Schichtaufbruch während der Regeneration eines Partikelfilters, welcher mit Asche und Ruß beladen war. Er beschreibt die Oxidation der Partikelschicht ebenfalls mit einer Fragmentierung und einem anschließenden Schrumpfen der Partikelstrukturen mit fortschreitender Rußoxidation. Dabei wurde die Beobachtung gemacht, dass sich die lokalen Rußinseln nach innen zogen, die Aschepartikeln dabei mitnahmen und durch die starken Kohäsionskräfte des Rußes nach oben gezogen wurden, dass eine gewellte Partikelstruktur entstand. Dieser Effekt ist bei den hier durchgeführten Experimenten jedoch nicht zu beobachten und könnte sich - falls vorhanden - nur in den Randbereichen der entstanden Fragmente ereignen, was bei der parallel zum Filtermedium ausgerichteten Kamera nicht detektierbar ist.

Analyse der Resuspensionen von Partikelstrukturen bei den Reaktiv-Inert-Verhältnissen $RI = 100/0$ und $RI = 75/25$

Aus den Ergebnissen der entstandenen Strukturgrößen während des Schichtaufbruchs folgt, dass größere Partikelstrukturen bei einem $RI = 75/25$ resuspendiert werden können. Die anzahlbasierte Partikelgrößenverteilung der resuspendierten Strukturen ist in Abb. 6.20 dargestellt.

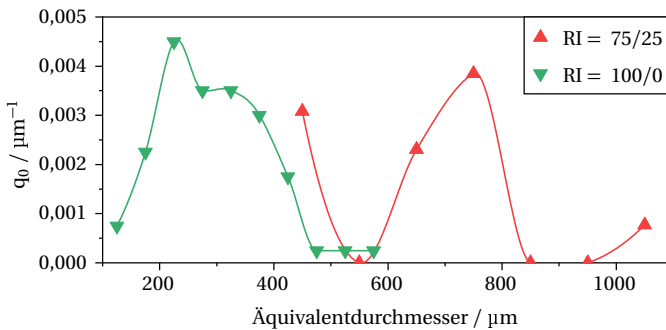


Abbildung 6.20: Anzahlbasierte Partikelgrößenverteilung der resuspendierten Partikelstrukturen bei variiertem RI-Verhältnis im MFK.
 Prozessparameter: $T_{\text{Reg}} = 570^\circ\text{C}$, $m(t = 0 \text{ min}) = 18 \text{ mg}$ auf Sintermetallfilter (RI variiert), Regenerationsgas = Luft (21 % O_2), $v_{\text{Gas}} = 60 \text{ m s}^{-1}$.

Bei einer vollständig reaktiven Partikelschicht werden Partikelstrukturen zwischen $d = 150 \mu\text{m}$... $450 \mu\text{m}$ resuspendiert. Für die gemischte Partikelschicht mit $RI = 75/25$ verschiebt sich diese Verteilung in die gröbere Partikelgrößenfraktion von $d = 450 \mu\text{m}$ bis $d > 1000 \mu\text{m}$. Dabei liegt der größte Anteil der Resuspensionen zwischen $d = 550 \mu\text{m}$... $850 \mu\text{m}$. Aufgrund der größeren Partikelstrukturen werden bei der gemischten Schicht weniger Strukturen resuspendiert, jedoch ist die Zeit in der Resuspensionen stattfinden mit $\Delta t = 37,4 \text{ min}$ länger. Die weiteren evaluierten Parameter, wie die Regenerationszeit, Resuspensionszeit etc. sind im Anhang, in Tabelle A.2 zu finden

Schlussfolgernd können die folgenden Erkenntnisse für den Einfluss des RI-Verhältnisses auf die regenerationsinduzierten Umlagerungsvorgänge zusammengefasst werden:

- Je höher der Reaktivanteil in der Partikelschicht ist, desto steiler ist der Druckverlustabfall (siehe Abb. 6.17).
- Je mehr Asche auf dem Filter abgeschieden ist, desto höher ist der Druckverlust nach der Regeneration des Filters (siehe Abb. 6.17) oder mit anderen Worten die filtrierte Aschemasse korreliert mit dem erreichten Enddruckverlust, wie in Abb. 6.17 bestätigt wird.

- Die Erhöhung des Inertanteils führt zu einem späteren bzw. keinem Schichtaufbruch.
- Resuspensionen von Partikelstrukturen finden nur statt, wenn die Partikelschicht aufbricht, was in diesen Experimenten ab einem massenbasiert Reaktivanteil der Partikelschicht von 75 % der Fall ist.

6.2.4 Variation der Schichtdicke

Nicht nur das RI-Verhältnis der Partikelschicht, auch die Schichtdicke im Partikelfilter hat einen Einfluss auf die Umlagerungsvorgänge. Das Ziel der Regeneration ist dabei reaktive Partikeln aus der Partikelschicht zu entfernen und so den Druckverlust zu reduzieren, bevor dieser zu hoch wird und den Motorbetrieb beeinflusst [79].

Wie in Kapitel 5 gezeigt wurde, hängt der Druckverlust eines Partikelfilters nicht nur vom RI-Verhältnis, sondern ebenfalls von der Schichtdicke bzw. der Beladungsmasse auf dem Filter ab. Um den Einfluss dieses Parameters auf die Regeneration des MFKs zu untersuchen, wurden Partikelschichten mit den Mittelwerten der Schichtdicken von $h = 68 \mu\text{m}$, $135 \mu\text{m}$ und $200 \mu\text{m}$ untersucht. Diese Dicken entsprechen Beladungsmassen von $m = 6 \text{ mg}$, 12 mg und 18 mg . Die Ergebnisse werden für zwei RI-Verhältnisse $\text{RI} = 100/0$ und $\text{RI} = 75/25$ dargestellt. Bei einer vollständigen Ascheschicht $\text{RI} = 0/100$ wurde keine Regeneration sowie Umlagerungsvorgänge beobachtet. Abb. 6.21 zeigt, eine Bildersequenz der Regeneration einer vollständigen Ascheschicht mit einer Beladungsmasse von $m = 18 \text{ mg}$.

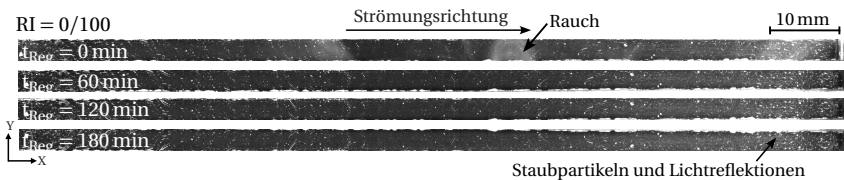


Abbildung 6.21: Bildersequenz der Regeneration einer Ascheschicht während verschiedenen Regenerationszeitpunkten
 Prozessparameter: $T_{\text{Reg}} = 570 \text{ }^\circ\text{C}$, $m_{\text{Asche}} = 18 \text{ mg}$ auf Sintermetallfilter, $h = 70 \mu\text{m}$, $\text{RI} = 0/100$, Regenerationsgas
 = Luft (21 % O_2), $v_{\text{Gas}} = 60 \text{ m s}^{-1}$.

Es ist keine visuelle Veränderung der Ascheschicht während der Regeneration zu erkennen. Der Rauch entsteht, wie bei den vorherigen Ergebnissen durch die Hochtemperaturdichtungen und die Hitzepaste. Die hellen Pixel, vermehrt am Ende des Einlasskanals, sind auf Staubpartikeln und deren Lichtreflektion zurückzuführen. Aufgrund des fehlenden Schichtaufbruchs und den daraus folgenden fehlenden Umlagerungsvorgängen wird eine reine Ascheschicht im folgenden nicht weiter analysiert.

Die untersuchten Partikelschichten wurden, wie in Kapitel 3.3 vorgestellt, gebildet, d.h. massenbasierte auf dem Sintermetallfilter abgeschieden (vgl. Kapitel 5, Abb. 5.4).

6.2.4.1 Einfluss der Schichtdicke einer reaktiven Partikelschicht auf die Umlagerungsvorgänge mit $RI = 100/0$

Analyse der Messdaten - Druckverlust und Reduzierung der Partikelschicht

Der normierte Differenzdruckverlauf über dem MFK, der Temperaturverlauf und die Reduzierung der Partikelschicht während der Regeneration des MFKs ist in Abb. 6.22 für eine Rußschicht mit $RI = 100/0$ dargestellt. Die dazugehörigen Daten sind in Tabelle 6.4 aufgelistet.

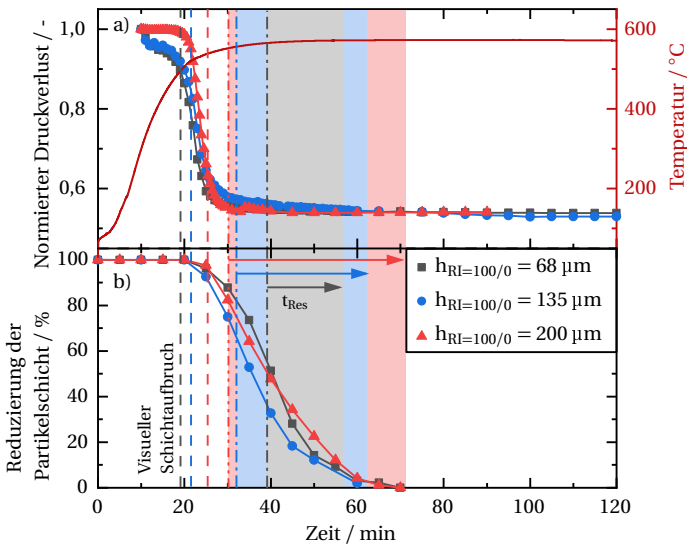


Abbildung 6.22: a) Normierter Druckverlust, Temperaturverlauf und b) Reduzierung der Partikelschicht mit einer Rußpartikelschicht bei variierten Schichtmassen im MFK nach [5].
 Prozessparameter: $T_{Reg} = 570 \text{ }^\circ\text{C}$, $m_{Ru\ddot{a}}(t = 0 \text{ min}) = \text{variiert auf Sintermetallfilter, } h = \text{variiert, } RI = 100/0$,
 Regenerationsgas = Luft (21 % O_2), $v_{Gas} = 60 \text{ ms}^{-1}$.

Der globale Druckverlustverlauf der drei Experimente mit Variation der Rußpartikelschichtdicke im MFK ist vergleichbar. Kleine Unterschiede sind während der Aufheizphase des Kanals, in der der Druckverlust der dicksten Rußschicht höher ist, zu erkennen. Dies kann zum einen an der dickeren Partikelschicht oder zum anderen an einer erhöhten Feuchtigkeit in der Partikelschicht liegen, was sich auf den Anfangsdruckverlust auswirkt. Nach dieser kurzen, konstanten Phase fällt der Druckverlust noch während des Aufheizens des MFKs bei einer Regenerationstemperatur von $T_{Reg} = 480 \text{ }^\circ\text{C}$ ab. Während des Druckverlustabfalls ist auch der visuelle Schichtaufbruch zu beobachten, welcher mit steigender Partikelmasse zeitlich später stattfindet.

Tabelle 6.4: Evaluierte Parameter der Regenerationsexperimente bei variierten Schichtdicken der Rußpartikelschicht.
 Prozessparameter: $T_{\text{Reg}} = 570 \text{ }^\circ\text{C}$, $m_{\text{Ruß}}(t = 0 \text{ min}) = \text{variiert auf Sintermetallfilter}$, $h = \text{variiert}$, $RI = 100/0$, Regenerationsgas = Luft (21 % O_2), $v_{\text{Gas}} = 60 \text{ m s}^{-1}$.

Schichtdicke	68 μm	135 μm	200 μm
Beladungsmasse	6 mg	12 mg	18 mg
Regenerationszeit	76 min	75 min	80 min
Dauer Druckverlustabfall	20 min	20 min	12 min
Visueller Schichtaufbruch	19,1 min	21,5 min	25,4 min
Zeitpunkt 1. Resuspension	39,1 min	32,0 min	30,2 min
Resuspensionszeit	16,7 min	30,0 min	40,0 min
Resuspensionsanzahl	41	59	80

Nach dem Druckverlustabfall, der bei der dicksten Partikelschicht $\Delta t = 12 \text{ min}$ dauert und somit 40 % schneller ist als bei den beiden anderen Schichtdicken, wird ein konstanter Druckverlust unabhängig von der Schichtdicke erreicht.

Der erreichte Enddruckverlust ist für die drei Schichtdicken vergleichbar, da der Filter vollständig regeneriert und somit kein Ruß mehr darauf vorhanden ist. Dieser Vorgang dauerte für alle drei untersuchten Schichtdicken zwischen $t_{\text{Reg}} = 75 \text{ min} \dots 80 \text{ min}$ (siehe Tabelle 6.4). Nicht nur der Druckverlustverlauf auch die Reduzierung der Partikelschicht ist ähnlich, jedoch gibt es deutliche Unterschiede ab wann Partikelstrukturen resuspendiert werden und wie lange dieser Zeitraum andauert. Es fällt auf, dass mit zunehmender Schichtdicke die Resuspensionen zum einen früher starten und zum anderen länger andauern - die Zeit in der Resuspensionen von Partikelstrukturen stattfinden also zunimmt. Wie schon in den vorherigen Kapiteln erläutert, finden Resuspensionen nur statt, wenn die Lift-Kräfte die Adhäsionskräfte der Partikeln untereinander und zum Filtermedium übersteigen. Die Schlussfolgerung für diese Experimente ist somit, dass der Schichtaufbruch der drei Schichtdicken unterschiedlich ablaufen muss.

Visuelle Analyse des Schichtaufbruchs und der Partikelstrukturgrößen

Um dies zu Überprüfen sind in Abb. 6.23 ausgewählte ROI (englisch: *Region of Interest*) der fragmentierten Schichten, nach dem Schichtaufbruch und in dem Zeithorizont der Resuspensionen der Partikelstrukturen der drei Experimente zu den Regenerationszeitpunkten von $t_{\text{Reg}} = 30 \text{ min}$ und $t_{\text{Reg}} = 40 \text{ min}$ dargestellt anhand derer die Entwicklung der Oberflächenstruktur diskutiert werden soll.

Der qualitative erste Eindruck zeigt, wie schon durch den Druckverlustverlauf und die Resuspensionsdauer erwartet, ein unterschiedliches Aufbruchverhalten der drei Schichten. Mit der Erhöhung der Schichtdicke entstehen während der Regeneration größere Partikelstrukturen und die Brüche zwischen diesen Fragmenten sind größer. Dadurch kann das Gas die Partikelschicht

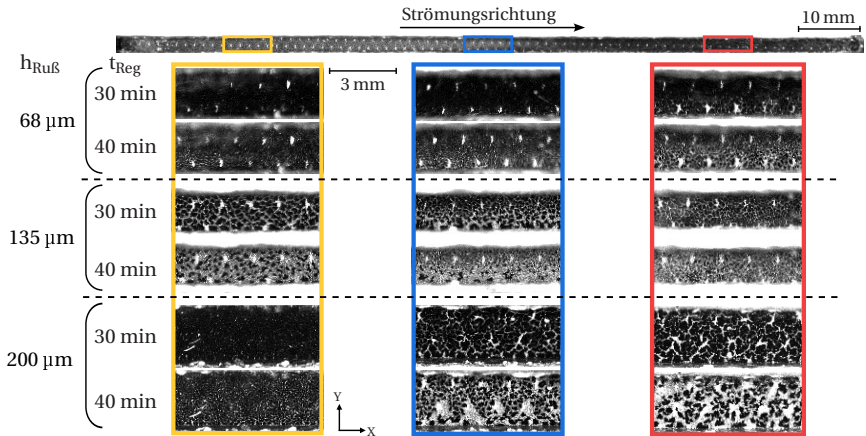


Abbildung 6.23: Bildersequenz der aufgebrochenen Rußpartikelschichten nach einer Regenerationszeit von $t_{\text{Reg}} = 30$ min und $t_{\text{Reg}} = 40$ min nach [5].
 Prozessparameter: $T_{\text{Reg}} = 570$ °C, $m_{\text{Ruß}}(t = 0 \text{ min})$ = variiert auf Sintermetallfilter, h = variiert, $RI = 100/0$, Regenerationsgas = Luft (21 % O_2), $v_{\text{Gas}} = 60 \text{ ms}^{-1}$.

und somit den MFK einfacher passieren, wodurch ein schnellerer Druckverlustabfall gemessen wurde und die unterschiedlichen Druckverlustverläufe in Abb. 6.22 erklärt. Die Größe der entstehenden Partikelstrukturen korreliert mit der Schichtdicke und wird mit ihrer Zunahme größer. Ebenfalls ist ein inhomogener Schichtaufbruch innerhalb der Kanallänge zu erkennen. Wie bereits in Kapitel 6.2.1 ausgewertet, nimmt die Größe der Partikelstrukturen bei einer Schichtdicke von $h = 200 \mu\text{m}$ mit der Kanallänge zu. Bei den beiden dünneren Partikelschichten ist ein gegensätzliches Verhalten zu erkennen. In diesem Fall nehmen die Strukturgrößen mit der Kanallänge ab. So reduziert sich die mittlere Strukturgröße von $d = 229 \mu\text{m}$ am Kanal Anfang auf $d = 130 \mu\text{m}$ am Kanalende für die dünnste Schicht ($h = 68 \mu\text{m}$) und von $d = 281 \mu\text{m}$ auf $d = 162 \mu\text{m}$ für eine Schichtdicke von $h = 135 \mu\text{m}$. Die unterschiedlichen Größen der resultierenden Partikelstrukturen könnten auf die kleinen Abweichungen der Schichtdicke während der Filtration zurückzuführen sein. Wie in Kapitel 5 gezeigt, nimmt die Partikelschichthöhe bei den Schichten mit einer Dicke von $h = 68 \mu\text{m}$ und $h = 135 \mu\text{m}$ leicht ab. Das entgegengesetzte Verhalten ist für die Partikelschicht mit einer Dicke von $h = 200 \mu\text{m}$ der Fall.

Bei der visuellen Auswertung der beiden dickeren Partikelschichten fällt ebenfalls auf, dass die entstandenen Partikelstrukturen innerhalb des gezeigten Zeitintervalls nicht nur schrumpfen, sondern auch Strukturen resuspendiert wurden, welche eine Lücke in der fragmentierten Schicht hinterlassen. Diese Resuspensionen wurden im Folgenden ausgewertet. Die zeitabhängigen Resuspensionen der Partikelstrukturen und die anzahlbasierte Partikelgrößenverteilung sind in Abb. 6.24 dargestellt.

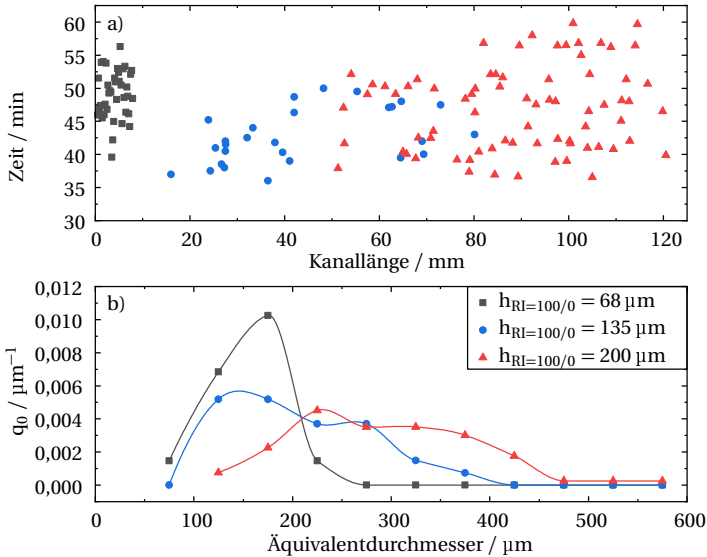


Abbildung 6.24: a) Zeitabhängige Resuspensionen der Partikelstrukturen und b) anzahlbasierte Partikelgrößenverteilung der reaktiven Partikelstrukturen mit variierten Partikelschichtdicken nach [5].
 Prozessparameter: $T_{\text{Reg}} = 570 \text{ }^\circ\text{C}$, $m_{\text{Ruß}}(t = 0 \text{ min})$ = variiert auf Sintermetallfilter, h = variiert, $RI = 100/0$, Regenerationsgas = Luft (21 % O_2), $v_{\text{Gas}} = 60 \text{ m s}^{-1}$.

Mit zunehmender Dicke der Partikelschicht wird die anzahlbasierte Partikelgrößenverteilung der resuspendierten Partikelstrukturen breiter, was auf das unterschiedliche Aufbruchverhalten und die daraus resultierenden Strukturgrößen zurückzuführen ist. Bei einer Schichtdicke von $h = 68 \text{ } \mu\text{m}$ ist die anzahlbasierte PSD eng verteilt, was schon auf der qualitativen visuellen Auswertung in Abb. 6.23 durch die Entstehung von kleinen Partikelstrukturen während des Schichtaufbruchs zu erkennen war. Die resuspendierten Partikelstrukturen liegen in einem Größenbereich des Äquivalentdurchmessers von $d = 92 \text{ } \mu\text{m} \dots 243 \text{ } \mu\text{m}$. Die PSD der mittleren Schichtdicke ist breiter verteilt und es werden Partikelstrukturen bis zu einem maximalen Äquivalentdurchmesser von $d = 372 \text{ } \mu\text{m}$ resuspendiert. Bei der dicksten Partikelschicht sind diese bis zu $d = 553 \text{ } \mu\text{m}$ groß. Aufgrund des unterschiedlichen Schichtaufbruchs in Korrelation mit der Schichtdicke ändert sich auch der Resuspensionsort der Partikelstrukturen (siehe Abb. 6.24).

Bei einer Partikelschichtdicke von $h = 68 \text{ } \mu\text{m}$ erfolgt die Resuspension der Partikelstrukturen im vorderen Bereich des Einlaufkanals bei $X = 0 \text{ mm} \dots 20 \text{ mm}$ in welchem die Strömungsgeschwindigkeit des Gases und schlussfolgernd auch die wirkenden Lift-Kräfte größer sind und dadurch mehr Partikelstrukturen resuspendiert werden.

Mit zunehmender Schichtdicke verschiebt sich der Resuspensionsort der Partikelstrukturen entlang der Kanallänge und erfolgt über eine längere Zeitspanne (siehe Tabelle 6.4). Von der dünnsten zur dicksten Partikelschicht nimmt die Resuspensionsdauer um 140 % zu.

Die Resuspensionsfläche¹⁶ liegt bei einer Schichtdicke von $h = 135 \mu\text{m}$ zwischen $X = 16 \text{ mm} \dots 80 \text{ mm}$ und bei einer Schichtdicke von $h = 200 \mu\text{m}$ zwischen $X = 51 \text{ mm} \dots 121 \text{ mm}$. Die Unterschiede des Resuspensionsortes sind auf die unterschiedlichen Größen der Partikelstrukturen zurückzuführen. Kleine Partikelstrukturen ($d < 200 \mu\text{m}$) benötigen größere Lift-Kräfte, um resuspendiert zu werden. Bei größeren Strukturen, wie sie bei der Schichtdicke von $h = 200 \mu\text{m}$ entstanden sind, können sich durch eine ungleichmäßige Oxidation und die sich dadurch ändernden (niedrigeren) Adhäsionskräfte [102] schon Abschnitte der Partikelstrukturen vom Filtermedium lösen und dadurch die Resuspensionswahrscheinlichkeit dieser erhöhen.

Diese Erkenntnisse zeigen ein gegenteiliges Verhalten zu den Erkenntnis aus Kapitel 6.1, wo die großen Partikelstrukturen eine größere Kraft (überprüft durch die Erhöhung der Strömungsgeschwindigkeit des Gases) benötigten, um resuspendiert zu werden, was an der Veränderung der Adhäsionskräfte durch die Regeneration des Filters liegt.

Voruntersuchungen zu diesem Thema wurden in einem Muffelofen durchgeführt. Hierbei konnte gezeigt werden, dass sich während der Regeneration der Rußpartikeln einer reaktiv-inerten Partikelschicht Teile der Partikelschicht ablösen und sogar aufrollen können, wie in Abb. 6.25 beispielhaft mit Aufnahmen des Kanales $X = 80 \text{ mm} \dots 125 \text{ mm}$ dargestellt ist.

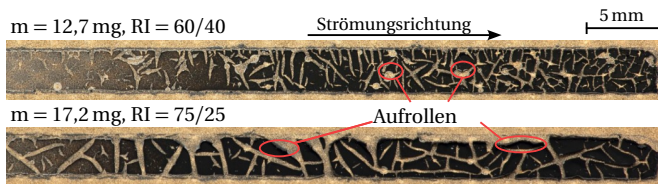


Abbildung 6.25: Beispielbilder eines teilweise regenerierten Filters mit sichtbarem Schichtaufbruch und teilweisem Aufrollen der Partikelstrukturen. Die Regeneration wurde in einem Muffelofen ohne Durchströmung bei durchgeführt. Prozessparameter: $T_{\text{Reg}} = 600^\circ\text{C}$, $m(t = 0 \text{ min}) = \text{variiert}$ auf Sintermetallfilter, $h = \text{variiert}$, $\text{RI} = \text{variiert}$, Regenerationsgas = Luft (21 % O_2), $v_{\text{Gas}} = 0 \text{ m s}^{-1}$.

Die Oxidation der Rußstrukturen und die damit verbundene Größenreduzierung der Partikelstrukturen beginnt an deren Rändern, da hier die Sauerstoffzufuhr aufgrund der Durchströmung des Filtermediums am höchsten ist. Die Randstrukturen eines entstehenden Plättchens können sich dadurch vom Filtermedium ablösen, während sie in der Mitte der Struktur noch in direktem Kontakt mit dem Filtermedium stehen. Die Adhäsionskräfte zwischen dem Filtermedium und der Partikelschicht werden in den Randbereichen reduziert. Dies hat zur Folge, dass geringere Lift-Kräfte und damit zusammenhängend Gasgeschwindigkeiten erforderlich sind, um die

¹⁶ Fläche, auf der Partikelstrukturen resuspendieren.

Partikelstrukturen vom Filtermedium zu resuspendieren. Dies könnte die Resuspension der Partikelstrukturen im hinteren Teil des Einlasskanals erklären.

Kamp et al. [67] haben AFM-Untersuchungen zwischen Asche- und Rußpartikeln sowie zwischen den beiden Partikelarten und einem Filtermedium durchgeführt. Das verwendete Filtermedium war hierbei ein Keramikfilter, jedoch kann die Tendenz dieser Ergebnisse auch auf diese Arbeit überführt werden. Die veröffentlichten Ergebnisse bestärken die hier gemachten Erfahrungen, dass die Adhäsionskräfte zwischen Partikeln größer ist als zwischen den Partikeln und dem Filtermedium.

Die Untersuchung des Einflusses der Rußschichtdicke auf dem Filtermedium hat ergeben, dass mit einer dickeren Partikelschicht größere Partikelstrukturen während des Schichtaufbruchs entstehen. Auch im vorigen Kapitel wurde schon durch die visuelle Auswertung gezeigt, dass bei einem RI-Verhältnis $RI = 75/25$ und einer Schichtmasse von $m = 18$ mg, was einer Schichtdicke von $h = 103$ μm entspricht große Partikelstrukturen während des Schichtaufbruchs gebildet werden.

Der Ablösungsort der Partikelstrukturen verschiebt sich mit der Zunahme der Schichtdicke in Richtung des Kanalendes, was an dem unterschiedlichen Schichtaufbruch liegt.

Nun stellt sich die Frage, ob auch bei einer gemischten Partikelschicht die Strukturgröße, die während des Schichtaufbruchs bzw. der Oxidation der Rußpartikeln entsteht, mit der Schichtdicke korreliert. Diese Frage soll nun in der zweiten Hälfte dieses Teilkapitels untersucht werden.

6.2.4.2 Einfluss der Schichtdicke einer reaktiv-inerten Partikelschicht auf die Umlagerungsvorgänge mit $RI = 75/25$

Die Partikelschichten wurden massenbasiert im MFK für die gemischten Aersole mit $RI = 75/25$ abgeschieden. Aus diesem Grund weisen die folgenden, angegebenen Partikelschichtdicken bei einem $RI = 75/25$ Unterschiede zu den vorherigen Schichtdicken der reinen Rußschichten auf. Die Schichtdicken der gemischten Partikelschichten sind dünner als die der reinen Rußschicht, was in Kapitel 5 diskutiert wurde.

Analyse der Messdaten - Druckverlust und Reduzierung der Partikelschicht

Der normierte Druckverlust, der Temperaturverlauf und die Reduzierung der Partikelschicht für die drei Beladungsmassen sind im Anhang in Abb. A.3 dargestellt, da wie erwartet, der Druckverlustabfall bei einer Temperatur von $T_{\text{Reg}} = 480$ °C beginnt, anschließend der visuelle Schichtaufbruch detektiert wird und die Dauer des Abfalls für die drei Schichtmassen identisch ist. Die dazugehörigen Parameter sind in Tabelle 6.5 aufgelistet. Aufgrund der unterschiedlichen Massenbeladungen variiert die Ruß- und Aschemasse auf dem Filter, schlussfolgernd also auch die nach der Regeneration zurückgebliebene Aschemasse, die 25 % der Gesamtmasse der filtrierten Partikelschicht entspricht.

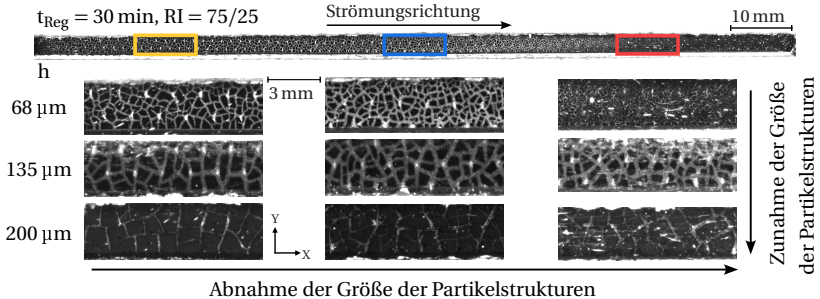
Tabelle 6.5: Evaluierte Parameter der Regenerationsexperimente bei variierten Schichtdicken für Partikelschichten mit $RI = 75/25$.

Prozessparameter: $T_{Reg} = 570^\circ C$, $m(t = 0 \text{ min}) =$ variiert auf Sintermetallfilter, $h =$ variiert, $RI = 75/25$, Regenerationsgas = Luft (21 % O_2), $v_{Gas} = 60 \text{ m s}^{-1}$.

Schichtdicke	38 μm	70 μm	103 μm
Beladungsmasse	6 mg	12 mg	18 mg
Regenerationszeit	180 min	180 min	180 min
Dauer Druckverlustabfall	17 min	17 min	17 min
Visueller Schichtaufbruch	20,8 min	20,8 min	26,0 min
Zeitpunkt 1. Resuspension	-	21,3 min	31,5 min
Resuspensionszeit	-	19,7 min	71,5 min
Resuspensionsanzahl	-	19	13

Visuelle Analyse des Schichtaufbruchs und der Strukturgrößen auf dem Filtermedium

Für eine visuelle Auswertung sind in Abb. 6.26 Aufnahmen der Partikelschichten nach einer Regenerationszeit von $t_{Reg} = 30 \text{ min}$ dargestellt.

**Abbildung 6.26:** Aufnahmen der aufgebrochenen Partikelschichten nach $t_{Reg} = 30 \text{ min}$ mit einer gemischten Partikelschicht mit $RI = 75/25$ bei variierten Schichtdicken im MFK.

Prozessparameter: $T_{Reg} = 570^\circ C$, $m(t = 0 \text{ min}) =$ variiert auf Sintermetallfilter, $h =$ variiert, $RI = 75/25$, Regenerationsgas = Luft (21 % O_2), $v_{Gas} = 60 \text{ m s}^{-1}$.

Es ist zu erkennen, dass mit der Zunahme der Schichtdicke die Strukturgrößen nach dem Schichtaufbruch größer werden. Über die Kanallänge nimmt die Strukturgröße dagegen bei den unterschiedlichen Schichtdicken visuell leicht ab. Die Auswertung zeigt ebenfalls, dass die Fläche der entstehenden Partikelstrukturen nicht rund, sondern polygonartiggeformt sind. Die Auswertung des Äquivalentdurchmessers der Strukturgrößen, in Abb. 6.27, bestätigt die visuellen Ergebnisse, dass innerhalb der Kanallänge die Strukturgröße leicht abnimmt und mit der Zunahme der Schichtdicke die Strukturen größer werden.

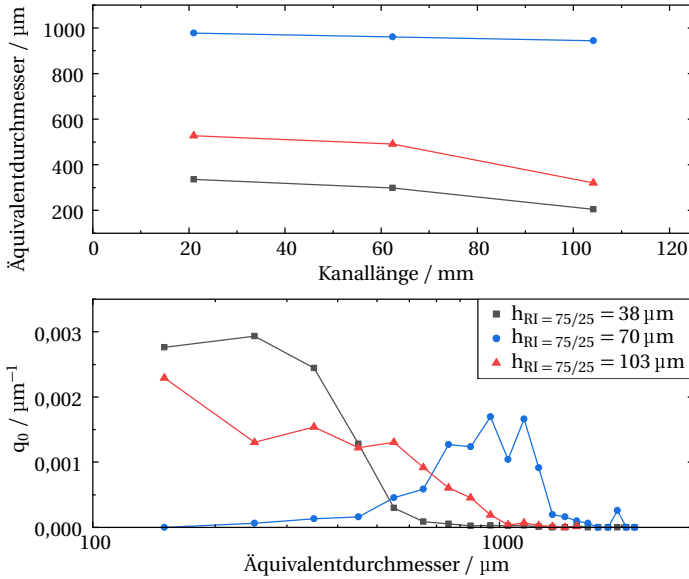


Abbildung 6.27: a) Durchschnittliche Äquivalentdurchmesser der gebildeten Strukturgrößen während des Schichtaufbruchs nach $t_{\text{Reg}} = 30 \text{ min}$ und b) deren anzahlbasierte Partikelgrößenverteilung. Prozessparameter: $T_{\text{Reg}} = 570 \text{ }^\circ\text{C}$, $m(t = 0 \text{ min})$ = variiert auf Sintermetallfilter, h = variiert, $RI = 75/25$, Regenerationsgas = Luft (21 % O_2), $v_{\text{Gas}} = 60 \text{ m s}^{-1}$.

Die anzahlbasierte Partikelgrößenverteilung zeigt, dass die Strukturen in einem breiten Partikelgrößenbereich vorliegen, jedoch der visuelle Eindruck der verschiedenen Strukturgrößen auch hier bestätigt wird. Bei der dicksten Partikelschicht wurden Strukturen über $d > 1000 \mu\text{m}$ ausgewertet.

Interessant ist hierbei ebenfalls, dass nach der vollständigen Regeneration des Filters die Struktur des Schichtaufbruchs und die entstandenen Fragmente auf dem Filtermedium deutlich zu erkennen sind. Eine Beispielaufnahme eines ausgebauten Filtermediums sowie Vergrößerungen von diesem sind in Abb. 6.28 dargestellt. Wie schon in Abb. 6.18 gezeigt, ist die generierte Asche dunkelgrau auch nach einer vollständigen Regeneration im MFK. Die Rückstände sind auf die inerten Bestandteile, die Aschepartikeln, die nicht regeneriert werden, zurückzuführen.

Resuspensionen von Partikelstrukturen finden nur statt, wenn die Partikelstrukturen eine ausreichende Größe haben und die Lift-Kräfte die Adhäsionskräfte zwischen den Partikelstrukturen und dem Filtermedium übersteigen. Die Auswertung der Beobachtungen während der Regeneration mit unterschiedlichen Schichtdicken und einem $RI = 75/25$ ergab, dass nur bei den Dicken von $h = 70 \mu\text{m}$ und $h = 103 \mu\text{m}$ Partikelstrukturen resuspendiert werden. Die dazugehörige

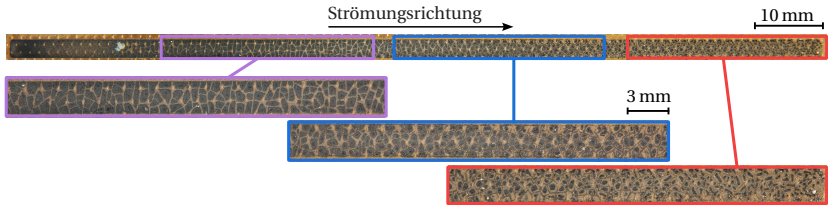


Abbildung 6.28: Aufnahme des regenerierten Sintermetallfilters mit Rückständen der inerten Bestandteile der Partikelschicht nach $t_{\text{Reg}} = 180$ min und Ausbau aus dem MFK.
 Prozessparameter: $T_{\text{Reg}} = 570$ °C, $m(t = 0 \text{ min}) = 12$ mg auf Sintermetallfilter, $h(t = 0 \text{ min}) = 70$ μm , $RI = 75/25$, Regenerationsgas = Luft (21 % O_2), $v_{\text{Gas}} = 60 \text{ m s}^{-1}$.

anzahlbasierte Partikelgrößenverteilung der resuspendierten Strukturen ist in Abb. 6.29 aufgetragen.

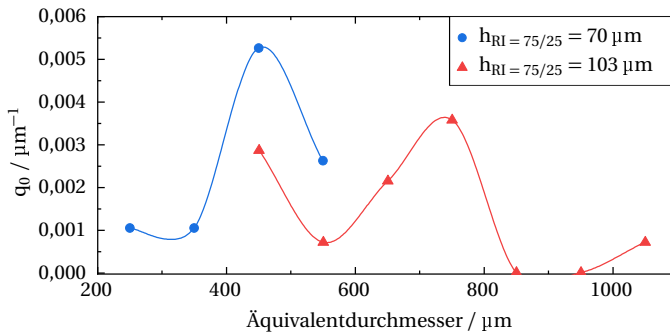


Abbildung 6.29: Anzahlbasierte Partikelgrößenverteilung der resuspendierten Partikelstrukturen bei variierten Schichtdicken im MFK.
 Prozessparameter: $T_{\text{Reg}} = 570$ °C, $m(t = 0 \text{ min}) = \text{variiert}$ auf Sintermetallfilter, $h = \text{variiert}$, $RI = 75/25$, Regenerationsgas = Luft (21 % O_2), $v_{\text{Gas}} = 60 \text{ m s}^{-1}$.

Auch bei den Resuspensionen spiegelt sich die Evaluation der Partikelstrukturen wider. Bei einer dickeren Partikelschicht wurden größere Partikelstrukturen, bis zu einem Äquivalentdurchmesser $d > 1000$ μm , resuspendiert. Diese Resuspension ist möglich, da die Partikelstrukturen unregelmäßig geformt sind, was Resuspensionen begünstigen, aber auch verhindern kann.

Der Vergleich der beiden verschiedenen RI -Verhältnisse im Zusammenhang mit der Schichtdicke zeigt ein vergleichbares Verhalten.

Grundlegend können für die unterschiedlichen Schichtdicken folgende Erkenntnisse zusammengefasst werden:

- Mit der Zunahme der Partikelschichtdicke entstehen größere Partikelstrukturen, die teilweise, in Abhängigkeit ihrer Größe und ihres Ortes, resuspendiert werden können.
- Dabei ist jedoch die Partikelgrößenverteilung der resuspendierten Partikelstrukturen mit der Zunahme der Schichtdicke breiter verteilt.

7 Zusammenfassung und Ausblick

7.1 Zusammenfassung

Partikelfilter werden in Kraftfahrzeugen mit Verbrennungsmotoren verbaut um deren Abgas von Partikeln zu befreien, die Emissionen zu reduzieren und dadurch unter den gesetzlichen Grenzwerten zu bleiben. Die Entwicklung von Partikelfiltern wurde schon vor über einem halben Jahrhundert begonnen [61]. Partikelfilter bestehen aus parallel angeordneten und wechselseitig verschlossenen Kanälen [61, 53, 69]. Diese monolithische Wabenstruktur bietet den Vorteil einer großen Filterfläche bei einem kompakten Volumen.

Das Abgasaerosol, welches hauptsächlich aus Asche- und Rußpartikeln besteht, tritt in den stromaufwärts gelegenen Einlasskanal ein, das Gas passiert die Filterwände und die Partikeln werden in und auf der porösen Filterwand abgeschieden [61, 79]. Die entstehende Partikelschicht erhöht den Druckverlust des Partikelfilters, welcher direkte, negative Auswirkungen auf den Motorbetrieb, den Kraftstoffverbrauch und damit auch auf die Schadstoffemissionen hat [61]. Nach dem Erreichen eines kritischen Druckverlustes werden die Partikelfilter regeneriert. Dabei werden die organischen Bestandteile oxidiert, der Filter wird gereinigt und dadurch der Druckverlust reduziert. Während dieser Regeneration wurde beobachtet, dass die Partikelschicht aufbricht und Partikelstrukturen resuspendiert und entlang des Einlasskanals des Partikelfilters transportiert werden.

Jedoch konnte bis heute noch nicht geklärt werden, was während der Regeneration in einem Partikelfilter passiert, wo die Partikelstrukturen resuspendiert und wohin sie transportiert werden.

Um diese grundlegenden Fragen zu beantworten, wurden in dieser Arbeit zum einen reaktive und inerte Partikeln synthetisiert, um unabhängig von einem Verbrennungsmotor replizierbare Aerosole zu generieren, die sich in ihren Eigenschaften und der chemischen Zusammensetzung nicht von denen aus der motorischen Verbrennung unterscheiden. Zum anderen wurde ein Filterkanal entwickelt, mit welchem die gesamte Länge eines Einlasskanals eines Partikelfilters in situ beobachtet werden kann. Mit diesem Modellfilterkanal entstanden neue Möglichkeiten, die grundlegenden Prozesse während der Regeneration eines Partikelfilters und die damit zusammenhängenden Umlagerungsvorgänge - den Schichtaufbruch, die Resuspension und den Transport - zu analysieren und die folgenden Forschungsfragen zu beantworten.

i. Was passiert in einem Partikelfilter während der Regeneration?

Während der Regeneration wird die Temperatur im Partikelfilter erhöht und die Rußpartikeln werden oxidiert. Die vorher geschlossene Partikelschicht bricht auf und einzelne unregelmäßig geformte Fragmente entstehen. Dadurch wird die Durchlässigkeit der Partikelschicht erhöht, was den Druckverlust über den Filter reduziert.

Mit fortschreitender Regenerationszeit reduzieren die Partikelstrukturen, aufgrund der fortschreitenden Rußoxidation, ihre Größe. Dieser Vorgang führt nicht nur zu einer Erhöhung der Permeabilität des Filters und der Partikelschicht, sondern auch dazu, dass die Wahrscheinlichkeit der Resuspension der Partikelstrukturen aufgrund der dadurch verringerten Adhäsionskräfte steigt. Dabei geht jedoch aus den Ergebnissen ebenfalls hervor, dass der Schichtaufbruch der geschlossenen Partikelschicht und die darauf resultierende Fragmentierung für den abfallenden Druckverlust über den Partikelfilter verantwortlich sind und nicht die Resuspension dieser.

Sobald Resuspensionen von Partikelstrukturen stattfinden, liegen 81 % der resuspendierten Fragmente in einem Größenbereich des Äquivalentdurchmessers von 200 μm ... 400 μm .

Nach der Resuspension werden die noch verbleibenden Partikelstrukturen beschleunigt, entlang des Einlasskanals transportiert und am Kanalende abgeschieden. Die erreichte Agglomeratgeschwindigkeit hängt von der Größe, Form und der Flugbahn der Struktur ab. Je näher sich eine Partikelstruktur in der Kernströmung, in der Mitte des Kanals, befindet, desto größer ist ihre Beschleunigung. Im Umkehrschluss wird die Partikelstruktur, je näher sie der Wand kommt, abgebremst.

ii. Resuspendieren Partikelstrukturen auch ohne die Regeneration des Filters und werden entlang des Einlasskanals transportiert?

Zwischen den Regenerationszyklen findet die Filtration des Abgasaersols statt. Dadurch wird eine Partikelschicht gebildet, die bei der nächsten Regeneration erneut oxidiert wird, damit so die Rußpartikeln entfernt werden. Jedoch können auch zwischen den Regenerationszyklen Partikelstrukturen resuspendiert werden.

Die Voraussetzungen dazu sind eine ausreichend hohe Strömungsgeschwindigkeit von mindestens $v_{\text{Gas}} = 15 \text{ m s}^{-1}$ und eine inhomogene Partikelschicht, von welcher einzelne Strukturen resuspendiert werden können.

Es wurden dabei die folgenden Erkenntnisse gewonnen:

- Mit der Erhöhung der Strömungsgeschwindigkeit steigt nicht nur die Anzahl der resuspendierten Strukturen, sondern auch deren Größe, da die höheren Adhäsionskräfte zwischen den größeren Partikeln und der Substratoberfläche durch die nunmehr höheren Lift-Kräfte der Gasströmung überwunden werden.

- Ein Transportvorgang einer resuspendierten Partikelstruktur vom Kanaleinlass bis zum Stopfen dauert nur wenige Millisekunden, selbst bei moderaten Strömungsgeschwindigkeiten zwischen $v_{\text{Gas}} = 15 \text{ m s}^{-1} \dots 25 \text{ m s}^{-1}$ in einem Partikelfilter. Für die Resuspension einer Partikelstruktur wird eine Gasgeschwindigkeit von $v_{\text{Gas}} > 15 \text{ m s}^{-1}$ benötigt.
- Während des Transports rotiert die unregelmäßig geformte Partikelstruktur und verändert dadurch ihre Flugbahn sowie ihren Strömungswiderstand, was in Abhängigkeit von ihrer Lokalisierung im Filterkanal zu einer Beschleunigung, aber auch einer Abbremsung führen kann.
- Die erreichte Geschwindigkeit der resuspendierten Partikelstruktur steht im direkten Zusammenhang mit ihrer Größe als auch mit ihrer Trajektorie. Diese Verknüpfung kann zur Abschätzung der Position der Partikelstrukturen im Einlasskanal eines Partikelfilters herangezogen werden.
- Der Ablösungsort von Partikelstrukturen ist abhängig von deren entstehenden Strukturgröße während des Schichtaufbruchs - je höher der reaktive Anteil an Partikeln in einer reaktiv-inerten Partikelschicht ist, desto größer sind die entstehenden Strukturen. Ebenso verschiebt sich der Ablösungsort in Richtung des Kanales je dicker die generiert Partikelschicht ist.

iii. Welchen Einfluss haben die Parameter des reaktiv-inert Verhältnisses und der Schichtdicke der filtrierte Partikelschicht auf die Umlagerungsvorgänge?

Das RI-Verhältnis und die Schichtdicke der Partikelschicht haben einen direkten Einfluss auf das Aufbruchverhalten der Partikelschicht und die anschließenden Umlagerungsvorgänge. Es wurden mehrere Punkte nachgewiesen:

- Je höher der Reaktivanteil in der Partikelschicht ist, desto steiler ist der Druckverlustabfall bei der einsetzenden Oxidation der Rußpartikeln. Desto schneller erfolgt auch die Regeneration des Filters selbst, was in einer Verkürzung der Regenerationszeit mündet.
- Je mehr Asche auf dem Filter abgeschieden ist, desto höher ist der Druckverlust nach der Regeneration des Filters, da die Asche nicht oxidiert wird und dadurch als Schicht im Filterkanal verbleibt.
- Die Erhöhung des Inertanteils in einer reaktiv-inerten Partikelschicht führt zu einem späteren bzw. keinem Schichtaufbruch.
- Resuspensionen finden nur statt, wenn die Partikelschicht aufbricht, was in diesen Experimenten ab einem massenbasierten Reaktivanteil der Partikelschicht von 75 % der Fall ist.

- Je dicker die Partikelschicht ist, desto früher werden Partikelstrukturen resuspendiert und desto länger ist die Dauer in der Resuspensionen stattfinden.

Die in situ Beobachtung der Umlagerungsvorgänge in einem einzelnen Kanal eines Partikelfilters zeigte deutlich, wie die Partikelschicht aufbricht, Partikelstrukturen resuspendieren und entlang des Filterkanals bis an dessen Stopfen transportiert werden. Das bedeutet, dass grundsätzlich durch die Umlagerungsvorgänge von Partikelstrukturen mit der Zeit das Depositionsmuster der Kanalverfüllung in den Einlasskanälen eines Partikelfilters entsteht, wenn anorganische Partikeln im Abgasaerosol enthalten sind. Die Auswertung dieser visuellen Beobachtungen und der Messdaten der durchgeführten Grundlagenuntersuchungen erweitern das Verständnis zu den Vorgängen, die während der Regeneration in einem Partikelfilter ablaufen.

7.2 Ausblick für zukünftige Forschungsprojekte

Die Untersuchungen zu den Umlagerungsvorgängen in Wandstromfiltern können als Grundlage für weiterer Forschungsansätze dienen, die im Folgenden kurz dargestellt werden.

- i. Untersuchungen des Einflusses der **Rußreaktivität** und **Rußdispersität** auf die Umlagerungsvorgänge mit dem Regenerationsgas O_2 .

Die grundlegenden Erkenntnisse sollen erweitert werden, so dass die Zusammenhänge zwischen der Rußreaktivität, den Umlagerungsvorgängen und den daraus entstehenden Depositionsmustern gebildet und so die Erfahrungen auf synthetische Kraftstoffe übertragen werden können, die in Zukunft eine große Rolle spielen werden. Synthetische Kraftstoffe weisen andere Rußreaktivitäten als herkömmlicher Ruß gängiger Kraftstoffarten auf [114] und können im Partikelfilter zu einem veränderten Schichtaufbruch und schlussfolgernd zu Veränderungen in den Umlagerungsvorgängen führen. Diese Einflüsse sollten experimentell untersucht werden, um eine möglichst große Datenbasis für zukünftige Kraftstoffe zu generieren.

- ii. Untersuchung des Einflusses des **Oxidationsgases** - Stickstoffdioxid (NO_2) - auf die Umlagerungsvorgänge.

Ein detailliertes Verständnis, wie sich die verschiedenen Oxidationsgase (O_2 und NO_2) im Zusammenhang mit verfahrenstechnischen Betriebsparametern (Strömungsgeschwindigkeit, Reaktiv-Inert-Verhältnis, Schichtdicke) auf die Prozesse auswirken, soll geschaffen werden. Es muss grundlegend geklärt werden, unter welchen Bedingungen die unterschiedlichen Depositionsmuster (Schichtbildung – Kanalverfüllung) entstehen und ob das Oxidationsgas hierbei einen Einfluss hat. Damit können die in dieser Forschungsarbeit gewonnenen Erkenntnisse erweitert werden und mit schon durchgeführten Studien von z.B. Messerer et al. [87] verglichen werden.

iii. Untersuchung des Einflusses der **Regnerationsart** - aktive und passive Regeneration - auf die Umlagerungsvorgänge.

In einigen Veröffentlichungen wird die Vermutung geäußert, dass die Depositionsmuster der Schichtbildung und Kanalverfüllung auch aufgrund der Regenerationsart [15, 64] ausgebildet werden könnten. Dabei wird

- die aktive Regeneration zu dem Depositionsmuster der Schichtbildung,
- die passive Regeneration zu dem Depositionsmuster der Kanalverfüllung

zugeordnet. Jedoch wurde nun schon mit dieser Forschungsarbeit gezeigt, dass Umlagerungen von Partikelstrukturen während der Durchströmung eines Kanals als auch während dessen Regeneration stattfinden. Deswegen sollte diese Annahme aus der Literatur kritisch betrachtet und in den folgenden Untersuchungen experimentell mit den verschiedenen Regenerationsgasen überprüft werden.

A Anhang

A.1 Zur Partikelsynthese

A.1.1 Zur Aschepartikelsynthese

Die Zerstäubung des Motoröls für die Generierung der Aschepartikeln wurde mithilfe einer Zweistoffdüse realisiert. Eine schematische Zeichnung dieser Zweistoffdüse ist in Abb. A.1 dargestellt.

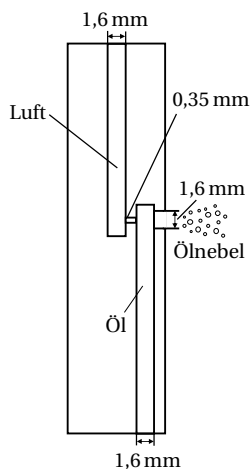


Abbildung A.1: Schematische Zeichnung der verwendeten Zweistoffdüse für die Zerstäubung des Motoröls [4].

Die Zweistoffdüse ist aus zwei Rohren aufgebaut. In dem einen befindet sich das zu zerstäubende Motoröl, durch das andere strömt die partikelfreie Luft, die mithilfe eines MFCs geregelt wird. Durch das Überströmen des Öls werden Öltropfen mitgerissen und das Öl wird zerstäubt.

A.1.2 Zur Rußpartikelsynthese

Das C:O-Verhältnis der Rußgenerierung hat einen Einfluss auf die Partikelgrößenverteilung. Die verschiedenen Verteilungen sind in Abb. A.2 dargestellt.

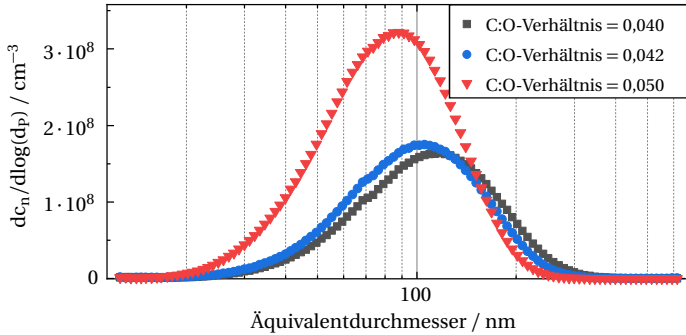


Abbildung A.2: Anzahlbasierte Partikelgrößenverteilung der generierten Rußpartikeln mit dem verwendeten Rußgenerator in Abhängigkeit der unterschiedlichen C:O-Verhältnissen.

Mit zunehmenden CO-Verhältnis verschiebt sich die anzahlbasierte Partikelgrößenverteilung zu den kleineren Partikelgrößen und die Anzahlkonzentration nimmt zu. Aufgrund dieser Ergebnisse wurde für die Wahl des Betriebspunktes der Rußpartikeln ein CO-Verhältnis von C:O = 0,05 gewählt, da dieser Betriebspunkt die höchste Anzahlkonzentration des Rußaerosols und den höchsten Massenstrom von $\dot{m}_{\text{Ruß}} = 40 \text{ mg h}^{-1}$ erreicht.

A.1.3 Zur Glaskugeldispersierung

Für die Glaskugeldispersierung wurden die folgenden, in Tabelle A.1 aufgelisteten, Betriebsparameter verwendet.

Tabelle A.1: Betriebsparameter des Staubdispersierers für die Dispersierung der Glaskugeln

Parameter	Wert
Ringgeschwindigkeit	10 %
Abstreiferhöhe	5,74 mm
Vordruck	1,5 bar
Ringweite	1,2 mm
Förderschneckenrate	4

A.2 Zu den Umlagerungsvorgängen von Partikelstrukturen mit Filterregeneration

A.2.1 Zur Variation des RI-Verhältnisses

Tabelle A.2 listet die evaluierten Parameter der Experimente mit variiertem RI-Verhältnis auf.

Tabelle A.2: Evaluierte Parameter der Regenerationsexperimente bei variierten RI-Verhältnissen.

Prozessparameter: $T_{\text{Ende}} = 570 \text{ }^\circ\text{C}$, $m(t = 0 \text{ min}) = 18 \text{ mg}$ auf Sintermetallfilter mit variiertem RI-Verhältnis, Regenerationsgas = Luft (21 % O_2), $v_{\text{Ende}} = 60 \text{ m s}^{-1}$.

RI-Verhältnis	100/0	75/25	50/50	0/100
Regenerationszeit	90 min	180 min	180 min	180 min
Visueller Schichtaufbruch	22,2 min	26,0 min	-	-
1. Resuspension	30,2 min	31,5 min	-	-
Resuspensionszeit	29,6 min	37,4 min	-	-
Resuspensionsanzahl	80	13	-	-

A.2.2 Zur Variation der Schichtdicke

Abb. A.3 zeigt den Verlauf des normierten Druckverlustes, der Temperatur im Einlasskanal des MFK und die Reduzierung der Partikelschicht bei einem $RI = 75/25$ und variierten Schichtdicken bzw. abgeschiedenen Massen auf dem Sintermetallfilter.

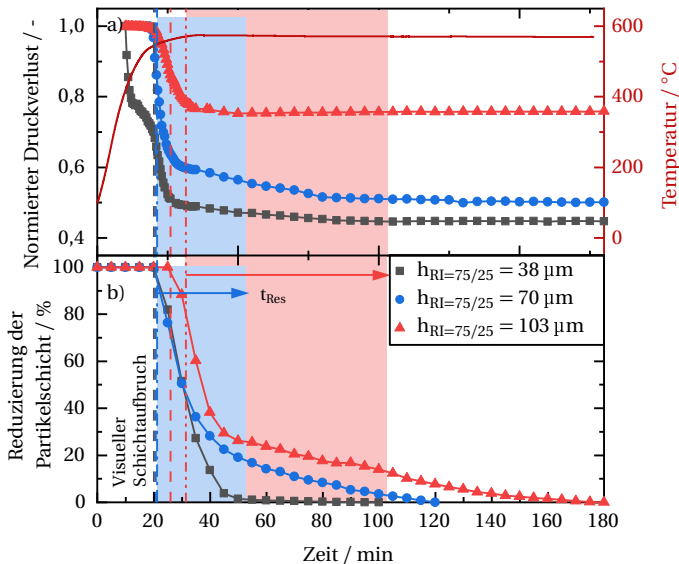


Abbildung A.3: Normierter Druckverlust, Temperaturverlauf und Reduzierung der Partikelschicht mit einer gemischten Partikelschicht mit $RI = 75/25$ bei variierten Schichtmassen im MFK.

Prozessparameter: $T_{Reg} = 570\text{ °C}$, $m(t = 0\text{ min})$ = variiert auf Sintermetallfilter, h = variiert, $RI = 75/25$, Regenerationsgas = Luft (21 % O_2), $v_{Gas} = 60\text{ m s}^{-1}$.

Während der Aufheizphase des MFKs fällt der Druckverlust bei den beiden dünneren Partikelschichten direkt nach dem Start des Experimentes ab. Dies kann erneut an den volatilen Bestandteilen liegen.

Wie bei den vorherigen Experimenten beginnt die Rußoxidation und somit der Abfall des Druckverlustes bei einer Temperatur von $T_{Reg} = 480\text{ °C}$. Der visuelle Schichtaufbruch ist erneut kurz danach zu erkennen, erfolgt jedoch bei der größten Masse von 18 mg etwa 5 min später als bei den beiden anderen Massen, die nach $t_{Reg} = 20,8\text{ min}$ aufbrechen. Die Dauer des Druckverlustabfalls ist für alle drei Schichten mit $\Delta t = 17\text{ min}$ identisch. Dies bestätigt erneut die in Kapitel 6.2.3 gewonnenen Erkenntnisse, dass die Rußoxidation durch die vorhandenen Aschepartikeln

in der Partikelschicht nicht beeinflusst werden. Aufgrund der unterschiedlichen Aschemassen auf dem Filtermedium, ist der Enddruckverlust, nachdem der Ruß oxidiert ist, mit der Zunahme der Masse höher, da mehr Asche auf dem Filtermedium verbleibt.

A.2.3 Zur Variation der Strömungsgeschwindigkeit

Nicht nur die Regenerationstemperatur und die Schichtdicke der Partikelschicht beeinflussen die Umlagerungsvorgänge in einem Partikelfilter, sondern auch die Strömungsgeschwindigkeit des Regenerationsgases hat einen dominierenden Einfluss, ob Partikelstrukturen in den Einlasskanälen eines Partikelfilters resuspendiert werden. In Kapitel 6.1 wurden die Umlagerungsvorgänge ohne die Regeneration des MFKs untersucht und nun folgt in diesem Kapitel der Einfluss der Strömungsgeschwindigkeit des Regenerationsgases auf die Umlagerungsvorgänge während der Regeneration des MFKs.

Abb. A.4 illustriert den normierten Druckverlust über den MFK, den Temperaturverlauf (a) und die Reduzierung der Partikelschicht (b) bei variiertem Strömungsgeschwindigkeit des Regenerationsgases. Die angegebene Gasgeschwindigkeit bezieht sich erneut auf die Endregenerationstemperatur von $T_{\text{Reg}} = 570\text{ °C}$. Die Gasgeschwindigkeit nimmt dabei mit der Kanallänge ab, was für den verwendeten Modellfilterkanal mittels Lattice Boltzmann Methode simuliert und in der Publikation von Thieringer et al. [2] veröffentlicht wurde. Die Aufheizphase des MFKs ist bei allen Experimenten identisch, wodurch auch die Strömungsgeschwindigkeit bis zum Erreichen der Regenerationstemperatur identisch ansteigt.

Bei den Gasgeschwindigkeiten von $v_{\text{Gas}} = 10\text{ m s}^{-1}$ und $v_{\text{Gas}} = 30\text{ m s}^{-1}$ fällt der Druckverlust von Beginn der Regeneration, also der Aufheizphase, steil ab. Im Vergleich dazu ist bei einer Geschwindigkeit von $v_{\text{Gas}} = 60\text{ m s}^{-1}$ zu Beginn nur ein flacher Abfall des Druckverlustes zu erkennen. Kurz vor dem visuellen Schichtaufbruch nach $t_{\text{Reg}} = 19,2\text{ min}$ beginnt dieser bei einer Temperatur im Kanaleinlass von $T_{\text{Reg}} = 480\text{ °C}$ steil abzufallen. Bei den geringeren Geschwindigkeiten findet der visuelle Schichtaufbruch später nach $t_{\text{Reg}} = 20,9\text{ min}$ ($v_{\text{Gas}} = 30\text{ m s}^{-1}$) und $t_{\text{Reg}} = 23,3\text{ min}$ ($v_{\text{Gas}} = 10\text{ m s}^{-1}$) statt (siehe Tabelle A.3). Ein konstanter Druckverlust wird nach einer Regenerationszeit von etwa $t_{\text{Reg}} = 40\text{ min}$ erreicht und ist für die drei Geschwindigkeiten vergleichbar.

Die Reduzierung der Partikelschicht startet bei den untersuchten Gasgeschwindigkeiten nach $t_{\text{Reg}} = 20\text{ min}$ (Abb. A.4b)) und ist bis zu einer Regenerationszeit von $t_{\text{Reg}} = 40\text{ min}$ nahezu identisch. Sobald die Resuspensionen bei den Strömungsgeschwindigkeiten von $v_{\text{Gas}} = 30\text{ m s}^{-1}$ und $v_{\text{Gas}} = 60\text{ m s}^{-1}$ beginnen, ist auch die Reduzierung der Partikelschicht deutlich schneller. Bei einer Strömungsgeschwindigkeit von $v_{\text{Gas}} = 10\text{ m s}^{-1}$ finden keine Resuspensionen statt. Bei der geringen Geschwindigkeit reicht die Lift-Kraft, welche auf die Partikelstrukturen wirkt, nicht aus, um die Haftkräfte zwischen den Partikeln und dem Filtermedium zu überwinden und Partikelstrukturen zu resuspendieren. Bei der Strömungsgeschwindigkeit von $v_{\text{Gas}} = 30\text{ m s}^{-1}$ am Kanaleinlass sind Resuspensionen nach $t_{\text{Reg}} = 46,5\text{ min}$ zu detektieren. Es werden insgesamt N

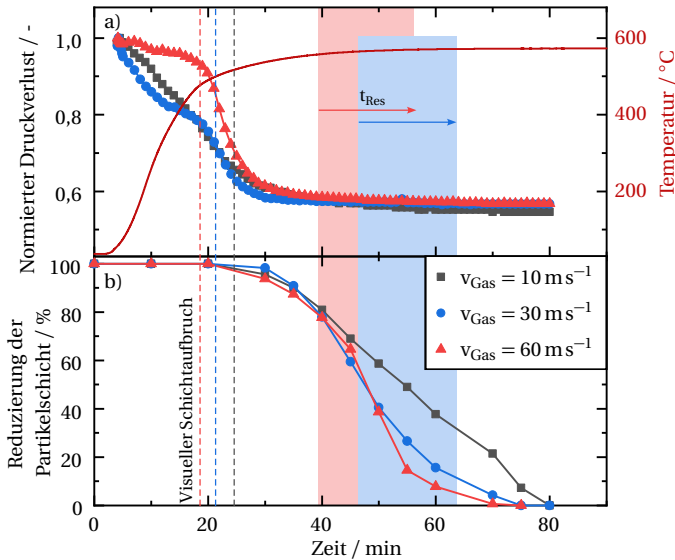


Abbildung A.4: a) Normierter Druckverlust, Temperaturverlauf und b) Reduzierung der Partikelschicht bei variierten Strömungsgeschwindigkeiten im MFK nach [5].
 Prozessparameter: $T_{Reg} = 570 \text{ }^\circ\text{C}$, $m_{RuB}(t = 0 \text{ min}) = 18 \text{ mg}$ auf Sintmetallfilter, $h = 200 \text{ }\mu\text{m}$, $RI = 100/0$, Regenerationsgas = Luft (21% O_2), v_{Gas} = variiert.

= 13 Partikelstrukturen resuspendiert.

Die Resuspensionen bei einer Strömungsgeschwindigkeit von $v_{Gas} = 60 \text{ m s}^{-1}$ beginnen nach $t_{Reg} = 39,5 \text{ min}$ und es werden $N = 41$ Partikelstrukturen während der gesamten Regeneration des Filters abgelöst. Daraus folgt, dass durch die höhere Strömungsgeschwindigkeit die Partikelstrukturen früher und in höherer Anzahl resuspendiert werden.

Der Schichtaufbruch der reaktiven Partikelschicht ist bei allen drei Strömungsgeschwindigkeiten grundlegend vergleichbar, wie Abb. A.5 zeigt. Es liegen nach dem Schichtaufbruch kleine Partikelstrukturen auf dem Filtermedium vor. Bei der Strömungsgeschwindigkeit von $v_{Gas} = 30 \text{ m s}^{-1}$ und nach einer Regenerationszeit von $t_{Reg} = 30 \text{ min}$ ist die Partikelschicht in der gezeigten Abbildung etwas dunkler, was an einer Veränderung der Beleuchtung während des Experiments liegt. Der Aufbruch ist jedoch auch bei dieser Geschwindigkeit mit den beiden anderen vergleichbar.

Bei allen drei Geschwindigkeiten bricht die Partikelschicht auf und es entstehen verhältnismäßig (vgl. Kapitel 6.2.3 und 6.2.4) kleine Partikelstrukturen. Bei den Geschwindigkeiten von $v_{Gas} = 10 \text{ m s}^{-1}$ und $v_{Gas} = 30 \text{ m s}^{-1}$ nimmt die Strukturgröße mit zunehmender Kanallänge ab. Die durchschnittliche Größe der Partikelstrukturen im ersten Drittel des Einlasskanals weichen bei den

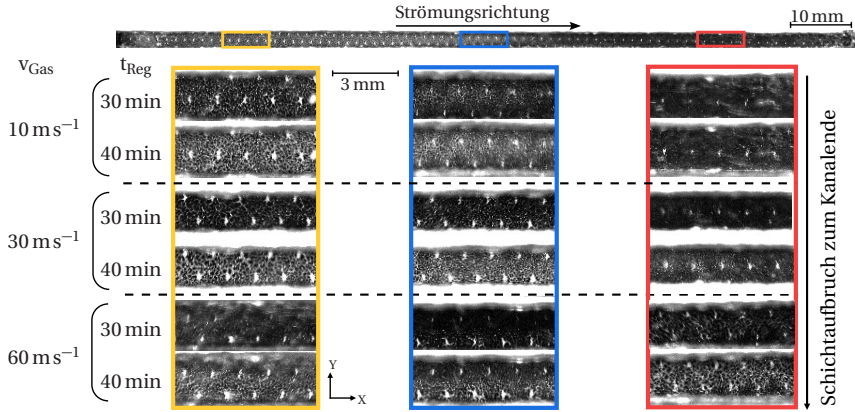


Abbildung A.5: Bildersequenz der aufgebrochenen Rußpartikelschichten nach einer Regenerationszeit von $t_{Reg} = 30$ min und $t_{Reg} = 40$ min nach [5].
 Prozessparameter: $T_{Reg} = 570$ °C, $m_{Ru\beta}(t = 0 \text{ min}) = 18$ mg auf Sintermetallfilter, $h = 200$ μ m RI = 100/0, Regenerationsgas = Luft (21 % O₂), $v_{Gas} = 60$ m s⁻¹.

drei untersuchten Geschwindigkeiten leicht voneinander ab. Nach einer Regenerationszeit von $t_{Reg} = 40$ min und einer Gasgeschwindigkeit von $v_{Gas} = 10$ m s⁻¹ ist die durchschnittliche Strukturgröße $d = 206$ μ m, bei $v_{Gas} = 30$ m s⁻¹ beträgt sie $d = 246$ μ m und bei $v_{Gas} = 60$ m s⁻¹ ist sie bei $d = 216$ μ m. Bei den beiden niedrigeren Geschwindigkeiten konnten aufgrund der kleinen Größe der Partikelstrukturen die Äquivalentdurchmesser der Partikelstrukturen in den weiteren Abschnitten nicht ausgewertet werden und werden deswegen hier nicht weiter diskutiert.

Bei der Geschwindigkeit von $v_{Gas} = 60$ m s⁻¹ ist der Aufbruch gleichmäßiger. Im hinteren Bereich des Einlasskanals sind die Partikelstrukturen mit einem Äquivalentdurchmesser von $d = 238$ μ m etwas größer.

Tabelle A.3: Evaluierte Parameter der Regenerationsexperimente bei variierten Strömungsgeschwindigkeiten.
 Prozessparameter: $T_{Reg} = 570$ °C, $m_{Ru\beta}(t = 0 \text{ min}) = 6$ mg, $h = 68$ μ m auf Sintermetallfilter (100 % reaktiv), Regenerationsgas = Luft (21 % O₂), v_{Gas} = variiert.

Strömungsgeschwindigkeit	10 m s ⁻¹	30 m s ⁻¹	60 m s ⁻¹
Regenerationszeit	75 min	67 min	76 min
Dauer Druckverlustabfall	37 min	21 min	20 min
Visueller Schichtaufbruch	23,3 min	20,9 min	19,2 min
1. Resuspension	-	46,5 min	39,6 min
Resuspensionszeit	-	16,8 min	16,8 min
Resuspensionsanzahl	0	13	41

Die Strömungsgeschwindigkeit hat schlussfolgernd keinen Einfluss auf das Aufbruchverhalten der Schicht, sondern auf den Zeitpunkt des Schichtaufbruchs, der Beginn sowie der Anzahl der Resuspensionen. [3]

Abbildungsverzeichnis

1.1	Grafische Darstellung der Forschungssystematik und Überblick über den Aufbau dieser Forschungsarbeit.	4
2.1	Die fünf Schritte der Aschesynthese übertragen von Messing et al. [88]: Thermische Umwandlung eines Öltropfens in ein Aschepartikel.	8
2.2	a) Fotografie eines DPFS mit Blick auf die quadratischen Waben, b) schematische 3D-Ansicht der Ein- und Auslasskanäle eines Partikelfilters, c) schematischer Querschnitt durch einen Partikelfilter mit eingezeichnetem Strömungsverlauf des Gases.	15
2.3	Filtrationsstufen eines Partikelfilters - Schematischer Druckverlustverlauf mit eingezeichneter Steigung der Tiefen- und Kuchenfiltration und schematische Zeichnung der Abscheidung im Filtermedium nach [120].	16
2.4	Typische anzahl- und massenbasierte Partikelgrößenverteilung eines Dieselaerosols nach Kittelson [73]. Mit den drei eingezeichneten Partikelgrößenbereichen des Nukleationsmodus ($d_p < 0,05 \mu\text{m}$), Akkumulationsmodus ($d_p = 0,05 \mu\text{m} \dots 1,0 \mu\text{m}$) und Grobmodus ($d_p > 1,0 \mu\text{m}$).	18
2.5	Grenzfälle der Aschedepositionsmuster - a) Schichtbildung, b) Kanalverfüllung nach [34].	21
2.6	Schematische Darstellung der Bewegung eines abgeschiedenen Partikels auf einer Oberfläche in einer Gasströmung [103].	23
2.7	Kräfte auf ein Partikel, das auf einer Oberfläche abgeschieden ist nach [103].	24
3.1	Schematischer Versuchsaufbau der Öltropfen- und Aschepartikelsynthese sowie deren Charakterisierung, (1a) Messung der Partikelgrößenverteilung von Öltropfen mit OPC und SMPS, (2a) Messung der Partikelgrößenverteilung von Aschepartikeln mit OPC- und SMPS, oder (2b) Gravimetrie, REM-Aufnahmen und EDX-Analysen und (2c) Exzessaerosolstrom nach [4].	30
3.2	Anzahlbasierte Partikelgrößenverteilung gemessen mit SMPS- ($d = 0,03 \mu\text{m} \dots 0,8 \mu\text{m}$) und OPC-Messsystemen ($d = 0,8 \mu\text{m} \dots 10 \mu\text{m}$) und REM-Aufnahme der Glaskugeln "5000 CP00 Spherglass" nach [2].	35
3.3	CAD-Zeichnung und schematische Schnitte durch den für dieses Forschungsprojekt speziell konstruierten Modellfilterkanal.	36
3.4	Versuchsaufbau für die Schichtbildung im MFK durch Filtration. Verwendung der Synthesemethoden und Partikelsysteme aus den Kapiteln 3.1.1 und 3.1.2. Der Aufbau der Aschesynthese ist in Abb. 3.1 zu finden.	38
3.5	Schematische Darstellung der Probenvorbereitung für die Schichtdickenmessung mittels LSM. Die Partikeln wurden im MFK auf einem Sintermetallfilter abgeschieden.	39

3.6 Generierte Partikelschichten auf Sintermetallfilter im MFK für die Untersuchungen der Umlagerungsvorgänge von Partikelstrukturen. 39

3.7 Versuchsaufbau der Umlagerungsvorgänge von Partikelstrukturen ohne Filterregeneration im MFK. Die Partikelschicht wurde mit dem in Abb. 3.4 gezeigten Versuchsaufbau hergestellt. 41

3.8 Verlauf der Gasgeschwindigkeit bis zum Erreichen der Sollgeschwindigkeit einer Regelung der Gasgeschwindigkeit mittels MFC nach [2]. 41

3.9 Versuchsaufbau der Umlagerungsvorgänge von Partikelstrukturen mit Filterregeneration im MFK. Die Partikelschicht wurde mit dem in Abb. 3.4 gezeigten Versuchsaufbau hergestellt nach [5]. 43

3.10 Beispielhafte Temperaturverläufe am Kanalanschluss und Kanalende im MFK während eines Regenerationsexperimentes mit einer Endtemperatur von $T_{Reg} = 570\text{ °C}$ und einer Rußpartikelschicht. Messung erfolgte mit Thermoelementen des Typs K. Der MFK wurde mit Luft mit einer Geschwindigkeit $v_{Gas} = 60\text{ m s}^{-1}$ durchströmt nach [5]. 43

4.1 Anzahlbasierte Partikelgrößenverteilung der a) Öltröpfen und b) Aschepartikeln bei variiertem SAG des Motoröls für die feine und grobe Partikelfraktion nach [4]. Prozessparameter: $T_{Öl} = 15\text{ °C}$, $\dot{V}_{Düse} = 5\text{ Lmin}^{-1}$, $T_{Ofen} = 1200\text{ °C}$, $T_{Gas} = 910\text{ °C}$ 49

4.2 a) Gesamtanzahlkonzentration und b) anzahlbasierter Medianwert der Öltröpfen und Aschepartikeln bei variiertem SAG des Motoröls für die feine und grobe Partikelfraktion nach [4]. Prozessparameter: $T_{Öl} = 15\text{ °C}$, $\dot{V}_{Düse} = 5\text{ Lmin}^{-1}$, $T_{Ofen} = 1200\text{ °C}$, $T_{Gas} = 910\text{ °C}$ 52

4.3 Experimentell ermittelter Massenstrom der Öltröpfen und Aschepartikeln sowie berechneter Massenstrom der Aschepartikeln bei variiertem SAG des Motoröls nach [4]. Prozessparameter: $T_{Öl} = 15\text{ °C}$, $\dot{V}_{Düse} = 5\text{ Lmin}^{-1}$, $T_{Ofen} = 1200\text{ °C}$, $T_{Gas} = 910\text{ °C}$ 53

4.4 REM-Aufnahmen der generierten Aschepartikeln mit dem niedrigschichten Motoröl SAG = 0,7 % (a,b) und hochschichten Motoröl SAG = 4,5 % (c,d) nach [4]. Prozessparameter: $T_{Öl} = 15\text{ °C}$, $\dot{V}_{Düse} = 5\text{ Lmin}^{-1}$, $T_{Ofen} = 1200\text{ °C}$, $T_{Gas} = 910\text{ °C}$ 54

4.5 a) Gesamtanzahlkonzentration, b) anzahlbasierter Medianwert der Öltröpfen für die feine und grobe Partikelfraktion und c) Massenstrom bei variiertem Öltemperatur des Motoröls und Düsenvolumenstroms nach [4]. Prozessparameter: SAG = 4,5 %, $T_{Öl}$ = variiert, $\dot{V}_{Düse}$ = variiert, $T_{Ofen} = 1200\text{ °C}$, $T_{Gas} = 910\text{ °C}$ 58

4.6 a) Gesamtanzahlkonzentration und b) anzahlbasierter Medianwert der Aschepartikeln bei variiertem Öltemperatur des Motoröls und Düsenvolumenstrom für die feine und grobe Partikelfraktion nach [4]. Prozessparameter: SAG = 4,5 %, $T_{Öl}$ = variiert, $\dot{V}_{Düse}$ = variiert, $T_{Ofen} = 1200\text{ °C}$, $T_{Gas} = 910\text{ °C}$ 60

4.7 Korrelation zwischen den gravimetrisch bestimmten Öl- und Aschemassenströmen im Zusammenhang mit der Öltemperatur und dem Düsenvolumenstrom. Prozessparameter: SAG = 4,5 %, $T_{Öl}$ = variiert, $\dot{V}_{Düse}$ = variiert, $T_{Ofen} = 1200\text{ °C}$, $T_{Gas} = 910\text{ °C}$ 62

4.8	a) Anzahlbasierte Partikelgrößenverteilung der Öltropfen und Aschepartikeln des ausgewählten Betriebspunktes für Experimente der Umlagerungsvorgänge von Partikelstrukturen und REM-Aufnahmen der Aschepartikeln abgeschieden auf einem Sintermetallfilter b) vor und c) nach deren Regeneration im MFK. Prozessparameter: $T_{Öl} = 30\text{ °C}$, $\dot{V}_{Düse} = 6\text{ Lmin}^{-1}$, $T_{Ofen} = 1200\text{ °C}$, $T_{Gas} = 910\text{ °C}$	64
4.9	Normiertes, experimentell ermitteltes TGA-Profil der Aschepartikeln am definierten Betriebspunkt bei $c_{O_2} = 21\%$, $c_{N_2} = 79\%$ und einer Heizrate $\beta = 6\text{ K min}^{-1}$ und normierte CO_2 -Konzentration. Die Größen sind auf den gemessenen Maximalwert normiert. Prozessparameter: $SAG = 4,5\%$, $T_{Öl} = 30\text{ °C}$, $\dot{V}_{Düse} = 6\text{ Lmin}^{-1}$, $T_{Ofen} = 1200\text{ °C}$, $T_{Gas} = 910\text{ °C}$	65
4.10	a) Anzahlbasierte Partikelgrößenverteilung der Rußpartikeln des gewählten Betriebspunktes des Rußgenerators aus Tabelle 4.5, b) REM-Aufnahmen der abgeschiedenen Rußpartikeln auf einem Sintermetallfilter und c) dessen Vergrößerung nach [2].	68
4.11	Normiertes, experimentell ermitteltes TGA-Profil der am Betriebspunkt generierten Rußpartikeln, zwei Einzel-oxidationsprofile der Reaktivitätsklassen bei $c_{O_2} = 21\%$, $c_{N_2} = 79\%$ und einer Heizrate $\beta = 5\text{ K min}^{-1}$ und die normierte CO_2 -Konzentration. Die Größen sind auf den gemessenen Maximalwert normiert.	69
5.1	Druckverlust über der Beladungsmasse während der Filtration von Aerosolen mit Unterschieden im RI-Verhältnis im MFK und Bilder i. - iv: Ausschnitte von Aufnahmen der verschiedenen Beladungszeitpunkte während der Filtration eines Aerosols mit $RI = 100/0$ und schematische Zeichnungen der Filtrationsstufen auf einem Sintermetallfilter. Prozessparameter: $RI = \text{variiert}$, $v_{Aerosol} = 13,1\text{ m s}^{-1}$, $T = 20\text{ °C} \dots 25\text{ °C}$	72
5.2	Schichtdicken der Partikelschichten mit unterschiedlichen RI-Verhältnissen. Prozessparameter: $RI = \text{variiert}$, $v_{Aerosol} = 13,2\text{ m s}^{-1}$, $T = 20\text{ °C} \dots 25\text{ °C}$, $m = 18\text{ mg}$	75
5.3	REM-Aufnahmen der Partikelschichten auf Sintermetallfilter mit variiertem RI-Verhältnis. Aufnahmen wurden aus der Mitte des Einlasskanals nach $X = 62,5\text{ mm}$ aufgenommen. Prozessparameter: $m = 18\text{ mg}$, $v_{Aerosol} = 13,1\text{ m s}^{-1}$, $T = 20\text{ °C} \dots 25\text{ °C}$	76
5.4	Schichtdicken der Partikelschicht nach der Filtration von variierten Rußmassen. Prozessparameter: $RI = 100/0$, $v_{Aerosol} = 13,1\text{ m s}^{-1}$, $T = 20\text{ °C} \dots 25\text{ °C}$, $m = \text{variiert}$	77
6.1	a) Bildersequenz der resuspendierten Partikelstruktur und deren Transport durch den MFK bei einer Strömungsgeschwindigkeit von $v_{Gas} = 25\text{ m s}^{-1}$ und Umgebungstemperatur sowie b) Vergrößerung der Glaskugelsammlung am Kanaleinlass (Für eine bessere Sichtbarkeit wurde für diese Vergrößerung der Bildkontrast erhöht), c) resuspendierte Partikelstruktur nach $t_{Res} = 0\text{ s}$ und d) nach $t_{Res} = 0,012\text{ s}$, $d = 434\text{ }\mu\text{m}$, $RI = 10/90$, $m = 200\text{ mg}$, $T = \text{Umgebungstemperatur}$ nach [2].	82
6.2	a) Geschwindigkeit und b) Flugbahn der resuspendierten Partikelstruktur entlang des Einlasskanals bei einer Strömungsgeschwindigkeit von $v_{Gas} = 25\text{ m s}^{-1}$ am Kanaleinlass. Die Partikelschicht ist aus Glaskugeln und Ruß, wie in Abb. 3.6 gezeigt, aufgebaut mit $RI = 10/90$, $m = 200\text{ mg}$, $T = \text{Umgebungstemperatur}$ nach [2].	83

6.3	Stopp-Distanz nach Hinds [58] für verschiedene Geschwindigkeiten v_0 und Stopp-Distanzen der resuspendierten Partikelstrukturen aus Abb. 6.2 für deren Maximalgeschwindigkeit nach [2].	85
6.4	Stopp-Distanzen nach Hinds [58] der resuspendierten Partikelstrukturen in Abhängigkeit der Axialgeschwindigkeit der resuspendierten Partikelstrukturen.	86
6.5	a) Geschwindigkeiten und b) Flugbahnen von resuspendierten Partikelstrukturen bei variierten Strömungsgeschwindigkeiten am Kanaleinlass nach [2]. Prozessparameter: $RI = 10/90$, $v_{Gas} =$ variiert, $T =$ Umgebungstemperatur, $m = 200$ mg	87
6.6	Äquivalentdurchmesser der resuspendierten Partikelstrukturen in Abhängigkeit der Strömungsgeschwindigkeit des Gases. Die Auswertung der gefüllten Symbole erfolgte erst, wenn die Sollgeschwindigkeit des Gases erreicht wurde, vgl. Abb. 3.8 nach [2]. Prozessparameter: $RI = 10/90$, $v_{Gas} =$ variiert, $T =$ Umgebungstemperatur, $m = 200$ mg.	88
6.7	Visualisierung des Aufpralls einer resuspendierten Partikelstruktur am Kanalstopfen bei einer Strömungsgeschwindigkeit des Gases von $v_{Gas} = 45$ $m\ s^{-1}$. Prozessparameter: $RI = 10/90$, $v_{Gas} = 45$ $m\ s^{-1}$, $T =$ Umgebungstemperatur, $m = 200$ mg.	89
6.8	a) Zeitabhängige Bildersequenz des Regenerationsexperiments einer Rußpartikelschicht bei 570 °C Regenerationsendtemperatur und b) Vergrößerung von Bildbereichen des Schichtaufbruchs sowie der anschließenden Größenreduktion der reaktiven Partikelstrukturen während des Regenerationsexperiments im MFK.	93
6.9	Temperatur im MFK, Druckverlust, CO_2 -Konzentration und Punkte des visuellen Schichtaufbruchs und der Resuspension von Partikelstrukturen während des Regenerationsexperiments.	94
6.10	Temperaturverlauf und CO_2 -Konzentration der Regeneration eines unbeladenen Sintermetallfilters im MFK. Prozessparameter: $T_{Reg} = 570$ °C, Regenerationsgas = Luft (21 % O_2), $v_{Gas} = 60$ $m\ s^{-1}$	95
6.11	Durchschnitt des flächenäquivalenten Durchmessers der aufgebrochenen Partikelstrukturen vor potenziellen Ablösungen während der Regeneration aufgetragen gegen die Kanallänge für verschiedene Regenerationszeiten einer Rußpartikelschicht im MFK nach [5]. Prozessparameter: $T_{Reg} = 570$ °C, $m_{Ru\beta}(t = 0\ min) = 18$ mg auf Sintermetallfilter (100 % reaktiv), $h = 200$ μm , Regenerationsgas = Luft (21 % O_2), $v_{Gas} = 60$ $m\ s^{-1}$	97
6.12	Reduzierung der Partikelschicht, aufgeteilt in drei Abschnitte der Kanallänge während der Regeneration der Rußpartikelschicht im Modellfilterkanal nach [5]. Prozessparameter: $T_{Reg} = 570$ °C, $m_{Ru\beta}(t = 0\ min) = 18$ mg auf Sintermetallfilter (100 % reaktiv), $h = 200$ μm , Regenerationsgas = Luft (21 % O_2), $v_{Gas} = 60$ $m\ s^{-1}$	99
6.13	a) Flächenäquivalentdurchmesser aufgetragen über die Regenerationszeit und b) anzahlbasierte Partikelgrößenverteilung der resuspendierten Partikelstrukturen während des Regenerationsexperimentes, c) Resuspensionsorte der resuspendierten Partikelstrukturen im MFK. Die Farben zeigen die unterschiedlichen Größen der resuspendierten Strukturen an nach [5]. Prozessparameter: $T_{Reg} = 570$ °C, $m_{Ru\beta}(t = 0\ min) = 18$ mg auf Sintermetallfilter (100 % reaktiv), $h = 200$ μm , Regenerationsgas = Luft (21 % O_2), $v_{Gas} = 60$ $m\ s^{-1}$	100

6.14	a) Geschwindigkeiten und b) Flugbahnen von resuspendierten Agglomeraten entlang der Kanallänge eines Regenerationsexperiments im Modellfilterkanal.	101
6.15	a) Temperaturprofil am Kanaleintritt sowie normierter Druckverlust und b) Reduzierung der Partikelschicht bei Regenerationsexperimenten mit einer Rußpartikelschicht bei variierten Regenerationstemperaturen im Modellfilterkanal.	104
6.16	Visuelle Analyse des Einflusses der Regenerationstemperatur auf die Oxidation der Rußpartikeln.	107
6.17	a) Normierter Druckverlust, Temperaturverlauf, b) Reduzierung der Partikelschicht und c) Korrelation zwischen abgeschiedener Inertmasse und normiertem Enddruckverlust bei variierten, massenbasierten RI-Verhältnissen im MFK. Prozessparameter: $T_{\text{Reg}} = 570\text{ }^{\circ}\text{C}$, $m(t = 0\text{ min}) = 18\text{ mg}$ auf Sintermetallfilter, RI = variiert, Regenerationsgas = Luft (21 % O_2), $v_{\text{Gas}} = 60\text{ m s}^{-1}$	109
6.18	a) Bildersequenz des Schichtaufbruchs der verschiedenen Partikelschichten nach $t_{\text{Reg}} = 30\text{ min}$ und b) Fotoaufnahme der Partikelschicht für einen Eindruck der Farbe der zurückbleibenden Asche auf dem Filtermedium nach einer Regenerationszeit von $t_{\text{Reg}} = 120\text{ min}$. Prozessparameter: $T_{\text{Reg}} = 570\text{ }^{\circ}\text{C}$, $m(t = 0\text{ min}) = 18\text{ mg}$ auf Sintermetallfilter, RI = variiert, Regenerationsgas = Luft (21 % O_2), $v_{\text{Gas}} = 60\text{ m s}^{-1}$	111
6.19	Entstandene Strukturgrößen durch den Schichtaufbruch der Partikelschicht bei variierten RI-Verhältnissen im Modellfilterkanal. Prozessparameter: $T_{\text{Reg}} = 570\text{ }^{\circ}\text{C}$, $m(t = 0\text{ min}) = 18\text{ mg}$ auf Sintermetallfilter, RI = variiert, Regenerationsgas = Luft (21 % O_2), $v_{\text{Gas}} = 60\text{ m s}^{-1}$	112
6.20	Anzahlbasierte Partikelgrößenverteilung der resuspendierten Partikelstrukturen bei variiertem RI-Verhältnis im MFK. Prozessparameter: $T_{\text{Reg}} = 570\text{ }^{\circ}\text{C}$, $m(t = 0\text{ min}) = 18\text{ mg}$ auf Sintermetallfilter (RI variiert), Regenerationsgas = Luft (21 % O_2), $v_{\text{Gas}} = 60\text{ m s}^{-1}$	113
6.21	Bildersequenz der Regeneration einer Ascheschicht während verschiedenen Regenerationszeitpunkten. Prozessparameter: $T_{\text{Reg}} = 570\text{ }^{\circ}\text{C}$, $m_{\text{Asche}} = 18\text{ mg}$ auf Sintermetallfilter, $h = 70\text{ }\mu\text{m}$, RI = 0/100, Regenerationsgas = Luft (21 % O_2), $v_{\text{Gas}} = 60\text{ m s}^{-1}$	114
6.22	a) Normierter Druckverlust, Temperaturverlauf und b) Reduzierung der Partikelschicht mit einer Rußpartikelschicht bei variierten Schichtmassen im MFK nach [5]. Prozessparameter: $T_{\text{Reg}} = 570\text{ }^{\circ}\text{C}$, $m_{\text{Ruß}}(t = 0\text{ min}) = \text{variiert}$ auf Sintermetallfilter, $h = \text{variiert}$, RI = 100/0, Regenerationsgas = Luft (21 % O_2), $v_{\text{Gas}} = 60\text{ m s}^{-1}$	115
6.23	Bildersequenz der aufgebrochenen Rußpartikelschichten nach einer Regenerationszeit von $t_{\text{Reg}} = 30\text{ min}$ und $t_{\text{Reg}} = 40\text{ min}$ nach [5]. Prozessparameter: $T_{\text{Reg}} = 570\text{ }^{\circ}\text{C}$, $m_{\text{Ruß}}(t = 0\text{ min}) = \text{variiert}$ auf Sintermetallfilter, $h = \text{variiert}$, RI = 100/0, Regenerationsgas = Luft (21 % O_2), $v_{\text{Gas}} = 60\text{ m s}^{-1}$	117
6.24	a) Zeitabhängige Resuspensionen der Partikelstrukturen und b) anzahlbasierte Partikelgrößenverteilung der reaktiven Partikelstrukturen mit variierten Partikelschichtdicken nach [5]. Prozessparameter: $T_{\text{Reg}} = 570\text{ }^{\circ}\text{C}$, $m_{\text{Ruß}}(t = 0\text{ min}) = \text{variiert}$ auf Sintermetallfilter, $h = \text{variiert}$, RI = 100/0, Regenerationsgas = Luft (21 % O_2), $v_{\text{Gas}} = 60\text{ m s}^{-1}$	118

6.25 Beispielbilder eines teilweise regenerierten Filters mit sichtbarem Schichtaufbruch und teilweisem Aufrollen der Partikelstrukturen. Die Regeneration wurde in einem Muffelofen ohne Durchströmung bei durchgeführt. Prozessparameter: $T_{\text{Reg}} = 600\text{ }^{\circ}\text{C}$, $m(t = 0\text{ min}) =$ variiert auf Sintermetallfilter, $h =$ variiert, $RI =$ variiert, Regenerationsgas = Luft (21 % O_2), $v_{\text{Gas}} = 0\text{ m s}^{-1}$ 119

6.26 Aufnahmen der aufgebrochenen Partikelschichten nach $t_{\text{Reg}} = 30\text{ min}$ mit einer gemischten Partikelschicht mit $RI = 75/25$ bei variierten Schichtdicken im MFK. Prozessparameter: $T_{\text{Reg}} = 570\text{ }^{\circ}\text{C}$, $m(t = 0\text{ min}) =$ variiert auf Sintermetallfilter, $h =$ variiert, $RI = 75/25$, Regenerationsgas = Luft (21 % O_2), $v_{\text{Gas}} = 60\text{ m s}^{-1}$ 121

6.27 a) Durchschnittliche Äquivalentdurchmesser der gebildeten Strukturgrößen während des Schichtaufbruchs nach $t_{\text{Reg}} = 30\text{ min}$ und b) deren anzahlbasierte Partikelgrößenverteilung.
 Prozessparameter: $T_{\text{Reg}} = 570\text{ }^{\circ}\text{C}$, $m(t = 0\text{ min}) =$ variiert auf Sintermetallfilter, $h =$ variiert, $RI = 75/25$, Regenerationsgas = Luft (21 % O_2), $v_{\text{Gas}} = 60\text{ m s}^{-1}$ 122

6.28 Aufnahme des regenerierten Sintermetallfilters mit Rückständen der inerten Bestandteile der Partikelschicht nach $t_{\text{Reg}} = 180\text{ min}$ und Ausbau aus dem MFK. Prozessparameter: $T_{\text{Reg}} = 570\text{ }^{\circ}\text{C}$, $m(t = 0\text{ min}) = 12\text{ mg}$ auf Sintermetallfilter, $h(t = 0\text{ min}) = 70\text{ }\mu\text{m}$, $RI = 75/25$, Regenerationsgas = Luft (21 % O_2), $v_{\text{Gas}} = 60\text{ m s}^{-1}$ 123

6.29 Anzahlbasierte Partikelgrößenverteilung der resuspendierten Partikelstrukturen bei variierten Schichtdicken im MFK.
 Prozessparameter: $T_{\text{Reg}} = 570\text{ }^{\circ}\text{C}$, $m(t = 0\text{ min}) =$ variiert auf Sintermetallfilter, $h =$ variiert, $RI = 75/25$, Regenerationsgas = Luft (21 % O_2), $v_{\text{Gas}} = 60\text{ m s}^{-1}$ 123

A.1 Schematische Zeichnung der verwendeten Zweistoffdüse für die Zerstäubung des Motoröls [4]. 131

A.2 Anzahlbasierte Partikelgrößenverteilung der regenerierten Rußpartikeln mit dem verwendeten Rußgenerator in Abhängigkeit der unterschiedlichen C:O-Verhältnissen. 132

A.3 Normierter Druckverlust, Temperaturverlauf und Reduzierung der Partikelschicht bei Regenerationsexperimenten mit variierten Schichtdicken im Modellfilterkanal. . . 134

A.4 a) Normierter Druckverlust, Temperaturverlauf und b) Reduzierung der Partikelschicht bei variierten Strömungsgeschwindigkeiten im MFK nach [5].
 Prozessparameter: $T_{\text{Reg}} = 570\text{ }^{\circ}\text{C}$, $m_{\text{Ruß}}(t = 0\text{ min}) = 18\text{ mg}$ auf Sintermetallfilter, $h = 200\text{ }\mu\text{m}$, $RI = 100/0$, Regenerationsgas = Luft (21 % O_2), $v_{\text{Gas}} =$ variiert. 136

A.5 Bildersequenz der aufgebrochenen Rußpartikelschichten nach einer Regenerationszeit von $t_{\text{Reg}} = 30\text{ min}$ und $t_{\text{Reg}} = 40\text{ min}$ nach [5].
 Prozessparameter: $T_{\text{Reg}} = 570\text{ }^{\circ}\text{C}$, $m_{\text{Ruß}}(t = 0\text{ min}) = 18\text{ mg}$ auf Sintermetallfilter, $h = 200\text{ }\mu\text{m}$, $RI = 100/0$, Regenerationsgas = Luft (21 % O_2), $v_{\text{Gas}} = 60\text{ m s}^{-1}$ 137

Tabellenverzeichnis

3.1	Chemische Zusammensetzung und physikalische Kennwerte der verwendeten Motoröle für die Aschesynthese.	31
3.2	Untersuchte Permutationen der Prozessparameter für die Experimente zur Aschesynthese.	33
3.3	Betriebsparameter der Hochgeschwindigkeitskamera CP90-25P-M72 von Optro-nis GmbH.	36
3.4	Untersuchte Parameter der Experimente zu den Umlagerungsvorgängen mit Filterregeneration.	45
4.1	Ergebnisse der EDX-Analysen der generierten Aschepartikeln aus Motorölen mit variierten SAG abgeschieden auf Glasfaserfiltern. Die Angaben sind in Massenprozent. Prozessparameter: $T_{\text{Öl}} = 15\text{ }^{\circ}\text{C}$, $\dot{V}_{\text{Düse}} = 5\text{ Lmin}^{-1}$, $T_{\text{Ofen}} = 1200\text{ }^{\circ}\text{C}$, $T_{\text{Gas}} = 910\text{ }^{\circ}\text{C}$	55
4.2	Gravimetrisch bestimmte Massenströme der generierten Aschepartikeln bei variierten Öltemperatur und Düsenvolumenstrom. Prozessparameter: SAG = 4,5 %, $T_{\text{Öl}} = \text{variiert}$, $\dot{V}_{\text{Düse}} = \text{variiert}$, $T_{\text{Ofen}} = 1200\text{ }^{\circ}\text{C}$, $T_{\text{Gas}} = 910\text{ }^{\circ}\text{C}$	62
4.3	Prozessparameter des ausgewählten Betriebspunktes der Aschesynthese für die folgenden Untersuchungen der Umlagerungsvorgänge mit Filterregeneration.	63
4.4	Elementanalyse der Aschepartikeln mittels ICP-OES und vorherigem Mikrowellenaufschluss.	66
4.5	Verwendete Betriebsparameter des Rußgenerators für die Herstellung der Rußpartikeln.	67
4.6	Kinetische Parameter für die Anpassung der experimentellen TGA-Experimente und Temperatur der maximalen Umwandlung T_{max} . Prozessparameter: $c_{\text{O}_2} = 21\text{ }%$, $c_{\text{N}_2} = 79\text{ }%$, $\beta = 5\text{ K min}^{-1}$	70
6.1	Betriebsparameter für das Experiment zu den Umlagerungsvorgängen von Partikelstrukturen während der Regeneration des MFks.	91
6.2	Evaluierte Parameter des Transports von vier resuspendierten Partikelstrukturen bei einer Filterbelastung von $m = 18\text{ mg}$. Prozessparameter: $T_{\text{Reg}} = 570\text{ }^{\circ}\text{C}$, $m_{\text{Ruß}}(t = 0\text{ min}) = 18\text{ mg}$ auf Sintermetallfilter (100 % reaktiv), $h = 200\text{ }\mu\text{m}$, Regenerationsgas = Luft (21 % O_2), $v_{\text{Gas}} = 60\text{ ms}^{-1}$	102
6.3	Evaluierte Parameter der Regenerationsexperimente bei variierten Regenerationstemperaturen. Prozessparameter: $T_{\text{Reg}} = \text{variiert}$, $m_{\text{Ruß}}(t = 0\text{ min}) = 6\text{ mg}$ auf Sintermetallfilter (100 % reaktiv), $h = 68\text{ }\mu\text{m}$, $\text{RI} = 100/0$, Regenerationsgas = Luft (21 % O_2), $v_{\text{Gas}} = 60\text{ ms}^{-1}$	105

6.4 Evaluierte Parameter der Regenerationsexperimente bei variierten Schichtdicken der Rußpartikelschicht.
 Prozessparameter: $T_{\text{Reg}} = 570 \text{ }^\circ\text{C}$, $m_{\text{Ruß}}(t = 0 \text{ min}) = \text{variiert auf Sintermetallfilter}$, $h = \text{variiert}$, $\text{RI} = 100/0$, Regenerationsgas = Luft (21 % O_2), $v_{\text{Gas}} = 60 \text{ m s}^{-1}$ 116

6.5 Evaluierte Parameter der Regenerationsexperimente bei variierten Schichtdicken für Partikelschichten mit $\text{RI} = 75/25$.
 Prozessparameter: $T_{\text{Reg}} = 570 \text{ }^\circ\text{C}$, $m(t = 0 \text{ min}) = \text{variiert auf Sintermetallfilter}$, $h = \text{variiert}$, $\text{RI} = 75/25$, Regenerationsgas = Luft (21 % O_2), $v_{\text{Gas}} = 60 \text{ m s}^{-1}$ 121

A.1 Betriebsparameter des Staubdispergierers für die Dispergierung der Glaskugeln 133

A.2 Evaluierte Parameter der Regenerationsexperimente bei variierten RI-Verhältnissen.
 Prozessparameter: $T_{\text{Ende}} = 570 \text{ }^\circ\text{C}$, $m(t = 0 \text{ min}) = 18 \text{ mg}$ auf Sintermetallfilter mit variiertem RI-Verhältnis, Regenerationsgas = Luft (21 % O_2), $v_{\text{Ende}} = 60 \text{ m s}^{-1}$ 133

A.3 Evaluierte Parameter der Regenerationsexperimente bei variierten Strömungsgeschwindigkeiten.
 Prozessparameter: $T_{\text{Reg}} = 570 \text{ }^\circ\text{C}$, $m_{\text{Ruß}}(t = 0 \text{ min}) = 6 \text{ mg}$, $h = 68 \text{ } \mu\text{m}$ auf Sintermetallfilter (100 % reaktiv), Regenerationsgas = Luft (21 % O_2), $v_{\text{Gas}} = \text{variiert}$ 137

Eigene Veröffentlichungen

Journalartikel

- [1] Nicolas Hafen, Julia R. D. Thieringer, Jörg Meyer, Mathias J. Krause, and Achim Dittler. Numerical investigation of detachment and transport of particulate structures in wall-flow filters using lattice boltzmann methods. *Journal of Fluid Mechanics*, 956, 2023. ISSN 0022-1120. doi: 10.1017/jfm.2023.35.
- [2] Julia R. D. Thieringer, Nicolas Hafen, Jörg Meyer, Mathias J. Krause, and Achim Dittler. Investigation of the rearrangement of reactive–inert particulate structures in a single channel of a wall-flow filter. *Separations*, 9(8):195, 2022. ISSN 2297-8739. doi: 10.3390/separation s9080195.
- [3] Julia R. D. Thieringer, Julia Szabadi, Jörg Meyer, and Achim Dittler. Impact of residential real-world wood stove operation on air quality concerning pm2.5 immission. *Processes*, 10(3):545, 2022. doi: 10.3390/pr10030545.
- [4] Julia R. D. Thieringer, Anne Katrin Watzek, Jörg Meyer, and Achim Dittler. Generation of ash particles from different lube oil mists. *Aerosol Science and Technology*, 56(8):744–756, 2022. ISSN 0278-6826. doi: 10.1080/02786826.2022.2073192.
- [5] Julia R. D. Thieringer, Heike Werling, Jörg Meyer, and Achim Dittler. In situ tracking of break-up, resuspension, and transport of reactive particle structures in a single wall-flow filter channel. *Emission Control Science and Technology*, 2023. ISSN 2199-3629. doi: 10.1007/s40825-023-00228-x.

Konferenzbeiträge

- [6] Julia R. D. Thieringer, Jörg Meyer, and Achim Dittler. Investigation of the rearrangement of reactive-inert particle structures at different temperatures in a model filter channel of a particulate filter. *11th International Aerosol Conference IAC 202*, 04.-09.09.2022.
- [7] Julia R. D. Thieringer, Jörg Meyer, and Achim Dittler. Detachment and transport of reavtive-inert agglomerates at different flow velocities in a gas cleaning model filter channel. *FILTECH 2022 - The Filtration Event*, 08.-10.03.2022.
- [8] Julia R. D. Thieringer, Jörg Meyer, and Achim Dittler. Formation and characterisation of inorganic particle residues from lube oil droplets. *PARTEC 2019*, 09.-11.04.2019.
- [9] Julia R. D. Thieringer, Jörg Meyer, and Achim Dittler. Untersuchungen der ablagerungen von reaktiven und inerten partikeln in einem filterkanal. *DEHEMA Jahrestreffen ProcessNet-Fachgruppen Computational Fluid Dynamics und Gasreinigung*, 10.-11.03.2020.
- [10] Julia R. D. Thieringer, Jörg Meyer, and Achim Dittler. Detachment and transport of agglomerates in a single channel of a particle filter. *22. Internationales Stuttgarter Symposium, Automobil- und Motorentchnik*, 15.-16.03.2022.
- [11] Julia R. D. Thieringer, Jörg Meyer, and Achim Dittler. Experimentelle beobachtung des schichtdicken-einflusses reaktiver und inerter partikeln auf die filterregeneration. *DEHEMA Jahrestreffen ProcessNet-Fachgruppen Gasreinigung und Partikelmesstechnik*, 18.-19.02.2023.
- [12] Julia R. D. Thieringer, Jörg Meyer, and Achim Dittler. Generation and characterisation of reactive and inert aerosols. *FILTECH 2019 - The Filtration Event*, 22.-24.10.2019.

Literaturverzeichnis

- [13] W. Addy Majewski. Diesel particulate filters. *DieselNET Technology Guide*.
- [14] J. Appel, H. Bockhorn, and M. Frenklach. Kinetic modeling of soot formation with detailed chemistry and physics: Laminar premixed flames of c2 hydrocarbons. *Combustion and Flame*, (121):122–136, 2000. ISSN 00102180.
- [15] K. Aravelli and A. Heibel. Improved lifetime pressure drop management for robust cordierite (rc) filters with asymmetric cell technology (act). In *SAE Technical Paper Series*, SAE Technical Paper Series. SAE International400 Commonwealth Drive, Warrendale, PA, United States, 2007. doi: 10.4271/2007-01-0920.
- [16] M. M. Avulapati, T. Megaritis, J. Xia, and L. Ganippa. Experimental understanding on the dynamics of micro-explosion and puffing in ternary emulsion droplets. *Fuel*, 239:1284–1292, 2019. ISSN 00162361. doi: 10.1016/j.fuel.2018.11.112.
- [17] E. Bardasz, D. Mackney, N. Britton, G. Kleinschek, K. Olofsson, I. Murray, and A. P. Walker. Investigations of the interactions between lubricant-derived species and aftertreatment systems on a state-of-the-art heavy duty diesel engine. In *SAE Technical Paper Series*, SAE Technical Paper Series. SAE International400 Commonwealth Drive, Warrendale, PA, United States, 2003. doi: 10.4271/2003-01-1963.
- [18] S. Basu and A. Miglani. Combustion and heat transfer characteristics of nanofluid fuel droplets: A short review. *International Journal of Heat and Mass Transfer*, 96:482–503, 2016. ISSN 00179310. doi: 10.1016/j.ijheatmasstransfer.2016.01.053.
- [19] S. Basu, M. Henrichsen, P. Tandon, S. He, and A. Heibel. Filtration efficiency and pressure drop performance of ceramic partial wall flow diesel particulate filters. *SAE International Journal of Fuels and Lubricants*, 6(3):877–893, 2013. ISSN 1946-3960. doi: 10.4271/2013-01-9072.
- [20] D. Baumgardner, O. Popovicheva, J. Allan, V. Bernardoni, J. Cao, F. Cavalli, J. Cozic, E. Diapouli, K. Eleftheriadis, P. J. Genberg, C. Gonzalez, M. Gysel, A. John, T. W. Kirchstetter, T. A. J. Kuhlbusch, M. Laborde, D. Lack, T. Müller, R. Niessner, A. Petzold, A. Piazzalunga, J. P. Putaud, J. Schwarz, P. Sheridan, R. Subramanian, E. Swietlicki, G. Valli, R. Vecchi, and M. Viana. *Soot Reference Materials for instrument calibration and intercomparisons: a workshop summary with recommendations*. 2012. doi: 10.5194/amtd-5-2315-2012.

- [21] S. Bensaid, D. L. Marchisio, N. Russo, and D. Fino. Experimental investigation of soot deposition in diesel particulate filters. *Catalysis Today*, 147:S295–S300, 2009. ISSN 09205861. doi: 10.1016/j.cattod.2009.07.039.
- [22] E. J. Bisset. Mathematical model of the thermal regeneration of a wall-flow monolith diesel particulate filter. *Chemical Engineering Science*, (39):1233–1244, 1984. ISSN 00092509.
- [23] E. J. Bissett, M. Kostoglou, and A. G. Konstandopoulos. Frictional and heat transfer characteristics of flow in square porous tubes of wall-flow monoliths. *Chemical Engineering Science*, 84:255–265, 2012. ISSN 00092509. doi: 10.1016/j.ces.2012.08.012.
- [24] H. Bockhorn. *Soot Formation in Combustion: Mechanisms and Models*. Springer-Verlag Berlin Heidelberg, 1994. ISBN 3-540-58398-X.
- [25] U. Bonne, K. H. Homann, and H. G. Wagner. Carbon formation in premixed flames. *Tenth Symposium on Combustion*, pages 503–512, 1965.
- [26] M. L. Botero, Y. Huang, D. L. Zhu, A. Molina, and C. K. Law. Synergistic combustion of droplets of ethanol, diesel and biodiesel mixtures. *Fuel*, 94:342–347, 2012. ISSN 00162361. doi: 10.1016/j.fuel.2011.10.049.
- [27] R. Boudhan, A. Joubert, S. Durécu, K. Gueraoui, and L. Le Coq. Influence of air humidity on particle filtration performance of a pulse-jet bag filter. *Journal of Aerosol Science*, 130: 1–9, 2019. ISSN 00218502. doi: 10.1016/j.jaerosci.2019.01.002.
- [28] D. A. Braaten, K. T. Paw U, and R. H. Shaw. Particle resuspension in a turbulent boundary layer - observed and modeled. *Journal of Aerosol Science*, 21(5):613–628, 1990. ISSN 00218502.
- [29] H. Burtscher. Physical characterization of particulate emissions from diesel engines: a review. *Journal of Aerosol Science*, 36(7):896–932, 2005. ISSN 00218502. doi: 10.1016/j.jaerosci.2004.12.001.
- [30] S. Choi and K. Lee. Detailed investigation of soot deposition and oxidation characteristics in a diesel particulate filter using optical visualization. In *SAE Technical Paper Series*, SAE Technical Paper Series. SAE International400 Commonwealth Drive, Warrendale, PA, United States, 2013. doi: 10.4271/2013-01-0528.
- [31] S. Choi, K.-C. Oh, and C.-B. Lee. The effects of filter porosity and flow conditions on soot deposition/oxidation and pressure drop in particulate filters. *Energy*, 77:327–337, 2014. ISSN 03605442. doi: 10.1016/j.energy.2014.08.049.
- [32] E. S. Cross, T. B. Onasch, A. Ahern, W. Wrobel, J. G. Slowik, J. Olfert, D. A. Lack, P. Massoli, C. D. Cappa, J. P. Schwarz, J. R. Spackman, D. W. Fahey, A. Sedlacek, A. Trimborn, J. T. Jayne, A. Freedman, L. R. Williams, N. L. Ng, C. Mazzoleni, M. Dubex, Brem, Benjamin: Kok,

- Greg, R. Subramanian, S. Freitag, A. Clarke, D. Thornhill, L. C. Marr, C. E. Kolb, Worsnop, Douglas, R., and P. Davidovits. Soot particle studies - instrument inter-comparison - project overview. *Aerosol Science and Technology*, 44(8):592–611, 2010. ISSN 0278-6826. doi: 10.1080/02786826.2010.482113.
- [33] I. Dimou, A. Sappok, V. Wong, S. Fujii, H. Sakamoto, K. Yuuki, and C. D. Vogt. Influence of material properties and pore design parameters on non-catalyzed diesel particulate filter performance with ash accumulation. In *SAE Technical Paper Series*, SAE Technical Paper Series. SAE International400 Commonwealth Drive, Warrendale, PA, United States, 2012. doi: 10.4271/2012-01-1728.
- [34] A. Dittler. Ash transport in diesel particle filters. In *SAE Technical Paper Series*, SAE Technical Paper Series. SAE International400 Commonwealth Drive, Warrendale, PA, United States, 2012. doi: 10.4271/2012-01-1732.
- [35] A. Dittler. *Abgasnachbehandlung mit Partikelfiltersystemen in Nutzfahrzeugen: Zugl.: Wuppertal, Univ., Habil.-Schr., 2014.* Wuppertaler Reihe zur Umweltsicherheit. Shaker, Aachen, 2014. ISBN 9783844030105.
- [36] F. Dorscheidt, S. Sterlepper, M. Görgen, M. Nijs, J. Claßen, S. K. Yadla, R. Maurer, S. Pischinger, S. Krysmo, and A. Abdelkader. Gasoline particulate filter characterization focusing on the filtration efficiency of nano-particulates down to 10 nm. In *SAE Technical Paper Series*, SAE Technical Paper Series. SAE International400 Commonwealth Drive, Warrendale, PA, United States, 2020. doi: 10.4271/2020-01-2212.
- [37] S. Eakle, S. Avery, P. Weber, and C. Henry. Comparison of accelerated ash loading methods for gasoline particulate filters. In *SAE Technical Paper Series*, SAE Technical Paper Series. SAE International400 Commonwealth Drive, Warrendale, PA, United States, 2018. doi: 10.4271/2018-01-1703.
- [38] M. N. Ess, H. Bladt, W. Mühlbauer, S. I. Seher, C. Zöllner, S. Lorenz, D. Brüggemann, U. Nienken, N. P. Ivleva, and R. Niessner. Reactivity and structure of soot generated at varying biofuel content and engine operating parameters. *Combustion and Flame*, 163:157–169, 2016. ISSN 00102180. doi: 10.1016/j.combustflame.2015.09.016.
- [39] J. R. Farrar-Khan, G. E. Andrews, P. T. Williams, and K. D. Bartle. The influence of noule sac volume on the composition of diesel particulate fuel derived sof. *SAE Technical Paper*, 1992.
- [40] H. Fissan, H. Kaminski, C. Asbach, B. Stahlmecke, H. Finger, and S. Haep. Comparison of differently generated soots used for filter testing. *FILTECH 2009*, pages 165–171, 2009.

- [41] R. W. Frank and H. O. Hardenberg. Reduction of particulate emission from the break-in facilities of a heavy-duty engine plant by means of ceramic monolith traps. In *SAE Technical Paper Series*, SAE Technical Paper Series. SAE International400 Commonwealth Drive, Warrendale, PA, United States, 1985. doi: 10.4271/850268.
- [42] M. Frenklach. Reaction mechanism of soot formation. *Physical chemistry chemical physics : PCCP*, (4):2028–2037, 2002.
- [43] M. Frenklach and A. M. Mebel. On the mechanism of soot nucleation. *Physical chemistry chemical physics : PCCP*, 22(9):5314–5331, 2020. doi: 10.1039/d0cp00116c.
- [44] M. Frenklach and H. Wang. Detailed modeling of soot particle nucleation and growth. *Symposium (International) on Combustion*, 23(1):1559–1566, 1991. ISSN 00820784. doi: 10.1016/S0082-0784(06)80426-1.
- [45] G. Gaiser and P. Mucha. Prediction of pressure drop in diesel particulate filters considering ash deposit and partial regenerations. In *SAE Technical Paper Series*, SAE Technical Paper Series. SAE International400 Commonwealth Drive, Warrendale, PA, United States, 2004. doi: 10.4271/2004-01-0158.
- [46] W. A. Givens, W. H. Buck, A. Jackson, A. Kaldor, A. Hertzberg, W. Moehrmann, S. Mueller-Lunz, N. Pelz, and G. Wenninger. Lube formulation effects on transfer of elements to exhaust after-treatment system components. In *SAE Technical Paper Series*, SAE Technical Paper Series. SAE International400 Commonwealth Drive, Warrendale, PA, United States, 2003. doi: 10.4271/2003-01-3109.
- [47] B. Guan, R. Zhan, H. Lin, and Z. Huang. Review of the state-of-the-art of exhaust particulate filter technology in internal combustion engines. *Journal of environmental management*, 154:225–258, 2015. doi: 10.1016/j.jenvman.2015.02.027.
- [48] N. Hafen, A. Dittler, and M. J. Krause. Simulation of particulate matter structure detachment from surfaces of wall-flow filters applying lattice boltzmann methods. *Computers & Fluids*, 239:105381, 2022. ISSN 00457930. doi: 10.1016/j.compfluid.2022.105381.
- [49] N. Hafen, J. E. Marquardt, A. Dittler, and M. J. Krause. Simulation of particulate matter structure detachment from surfaces of wall-flow filters for elevated velocities applying lattice boltzmann methods. *Fluids*, 8(3):99, 2023. doi: 10.3390/fluids8030099.
- [50] F. Hagen, F. Hardock, S. Koch, N. Sebbar, H. Bockhorn, A. Loukou, H. Kubach, R. Suntz, D. Trimis, and T. Koch. Why soot is not alike soot: A molecular/nanostructural approach to low temperature soot oxidation. *Flow, Turbulence and Combustion*, 106(2):295–329, 2021. ISSN 1386-6184. doi: 10.1007/s10494-020-00205-2.

- [51] F. P. Hagen, A. Rinkenburger, J. Günther, H. Bockhorn, R. Niessner, R. Suntz, A. Loukou, D. Trimis, and C. Haisch. Spark discharge-generated soot: Varying nanostructure and reactivity against oxidation with molecular oxygen by synthesis conditions. *Journal of Aerosol Science*, 143:105530, 2020. ISSN 00218502. doi: 10.1016/j.jaerosci.2020.105530.
- [52] F. P. Hagen, D. Kretzler, T. Häber, H. Bockhorn, R. Suntz, and D. Trimis. Carbon nanostructure and reactivity of soot particles from non-intrusive methods based on uv-vis spectroscopy and time-resolved laser-induced incandescence. *Carbon*, 182:634–654, 2021. ISSN 00086223. doi: 10.1016/j.carbon.2021.06.006.
- [53] K. Hanamura, P. Karin, L. Cui, P. Rubio, T. Tsuruta, T. Tanaka, and T. Suzuki. Micro- and macroscopic visualization of particulate matter trapping and regeneration processes in wall-flow diesel particulate filters. *International Journal of Engine Research*, 10(5):305–321, 2009. ISSN 1468-0874. doi: 10.1243/14680874JER04209.
- [54] S. J. Harris and M. M. Maricq. Signature size distributions for diesel and gasoline engine exhaust particulate matter. *Journal of Aerosol Science*, (32):749–764, 2001. ISSN 00218502.
- [55] J. Heikkilä, A. Virtanen, T. Rönkkö, J. Keskinen, P. Aakko-Saksa, and T. Murtonen. Nanoparticle emissions from a heavy-duty engine running on alternative diesel fuels. *Environmental science & technology*, 43(24):9501–9506, 2009. ISSN 0013-936X. doi: 10.1021/es9013807.
- [56] M. Heim, B. J. Mullins, H. Umhauer, and G. Kasper. Performance evaluation of three optical particle counters with an efficient “multimodal” calibration method. *Journal of Aerosol Science*, 39(12):1019–1031, 2008. ISSN 00218502. doi: 10.1016/j.jaerosci.2008.07.006.
- [57] M. Hemmat Esfe, M. Afrand, S. Gharehkhani, H. Rostamian, D. Toghraie, and M. Dahari. An experimental study on viscosity of alumina-engine oil: Effects of temperature and nanoparticles concentration. *International Communications in Heat and Mass Transfer*, 76: 202–208, 2016. ISSN 07351933. doi: 10.1016/j.icheatmasstransfer.2016.05.013.
- [58] Hinds, William, C. *Aerosol Technology: Properties, Behavior and Measurement of Airborne Particles*. John Wiley & Sons, 2 edition, 1999. ISBN 0-471-19410-7.
- [59] HJS Emission Technology. Hjs - lieferprogramm, diesel-partikelfilter, modulare smf- und smf-ar-system, mobile maschinen. (26035121).
- [60] S.-S. Hou, F. M. Rizal, T.-H. Lin, T.-Y. Yang, and H.-P. Wan. Microexplosion and ignition of droplets of fuel oil/bio-oil (derived from lauan wood) blends. *Fuel*, 113:31–42, 2013. ISSN 00162361. doi: 10.1016/j.fuel.2013.05.066.
- [61] J. S. Howitt and M. R. Montierth. Cellular ceramic diesel particulate filter. *SAE Transactions*, (9):493–501, 1981.

- [62] J. Hu, J. Yu, Y. Li, X. Liao, X. Yan, and L. Li. Nano carbon black-based high performance wearable pressure sensors. *Nanomaterials (Basel, Switzerland)*, 10(4), 2020. ISSN 2079-4991. doi: 10.3390/nano10040664.
- [63] L. Hua, J. Pan, S. MIAO, D. Gu, H. Shao, Y. Wang, F. Yang, and S. He. Effect of ash on gasoline particulate filter using an accelerated ash loading method. In *SAE Technical Paper Series*, SAE Technical Paper Series. SAE International400 Commonwealth Drive, Warrendale, PA, United States, 2018. doi: 10.4271/2018-01-1258.
- [64] T. Ishizawa, H. Yamane, H. Satoh, K. Sekiguchi, M. Arai, N. Yoshimoto, and T. Inoue. Investigation into ash loading and its relationship to dpf regeneration method. *SAE International Journal of Commercial Vehicles*, 2(2):164–175, 2009. ISSN 1946-3928. doi: 10.4271/2009-01-2882.
- [65] J. Jiang, J. Gong, W. Liu, T. Chen, and C. Zhong. Analysis on filtration characteristic of wall-flow filter for ash deposition in cake. *Journal of Aerosol Science*, 95(6):73–83, 2016. ISSN 00218502. doi: 10.1016/j.jaerosci.2016.01.009.
- [66] Y. Kameya and K. O. Lee. Soot cake oxidation on a diesel particulate filter: Environmental scanning electron microscopy observation and thermogravimetric analysis. *Energy Technology*, 1(11):695–701, 2013. ISSN 21944288. doi: 10.1002/ente.201300103.
- [67] C. J. Kamp, A. Sappok, Y. Wang, W. Bryk, A. Rubin, and V. Wong. Direct measurements of soot/ash affinity in the diesel particulate filter by atomic force microscopy and implications for ash accumulation and dpf degradation. *SAE International Journal of Fuels and Lubricants*, 7(1):307–316, 2014. ISSN 1946-3960. doi: 10.4271/2014-01-1486.
- [68] C. J. Kamp, P. Folino, Y. Wang, A. Sappok, J. Ernstmeyer, A. Saeid, R. Singh, B. Kharraja, and V. W. Wong. Ash accumulation and impact on sintered metal fiber diesel particulate filters. *SAE International Journal of Fuels and Lubricants*, 8(2):487–493, 2015. ISSN 1946-3960. doi: 10.4271/2015-01-1012.
- [69] P. Karin, L. Cui, P. Rubio, T. Tsuruta, and K. Hanamura. Microscopic visualization of pm trapping and regeneration in micro-structural pores of a dpf wall. *SAE International Journal of Fuels and Lubricants*, 2(1):661–669, 2009. ISSN 1946-3960. doi: 10.4271/2009-01-1476.
- [70] G. A. Kelesidis and S. E. Pratsinis. Estimating the internal and surface oxidation of soot agglomerates. *Combustion and Flame*, 209:493–499, 2019. ISSN 00102180. doi: 10.1016/j.combustflame.2019.08.001.
- [71] M. K. Khair. A review of diesel particulate filter technologies. In *SAE Technical Paper Series*, SAE Technical Paper Series. SAE International400 Commonwealth Drive, Warrendale, PA, United States, 2003. doi: 10.4271/2003-01-2303.

- [72] K. Kimura, M. Lynskey, E. R. Corrigan, D. L. Hickman, J. Wang, H. L. Fang, and S. Chatterjee. Real world study of diesel particulate filter ash accumulation in heavy-duty diesel trucks. In *SAE Technical Paper Series*, SAE Technical Paper Series. SAE International400 Commonwealth Drive, Warrendale, PA, United States, 2006. doi: 10.4271/2006-01-3257.
- [73] D. B. Kittelson. Engines and nanoparticles: A review. *Journal of Aerosol Science*, 29(5/6): 575–588, 1998. ISSN 00218502.
- [74] S. Koch, H. Kubach, A. Velji, T. Koch, F. P. Hagen, H. Bockhorn, A. Loukou, D. Trimis, and R. Suntz. Impact of the injection strategy on soot reactivity and particle properties of a gdi engine. In *SAE Technical Paper Series*, SAE Technical Paper Series. SAE International400 Commonwealth Drive, Warrendale, PA, United States, 2020. doi: 10.4271/2020-01-0392.
- [75] S. Koch, F. P. Hagen, L. Büttner, J. Hartmann, A. Velji, H. Kubach, T. Koch, H. Bockhorn, D. Trimis, and R. Suntz. Influence of global operating parameters on the reactivity of soot particles from direct injection gasoline engines. *Emission Control Science and Technology*, 8(1-2):9–35, 2022. ISSN 2199-3629. doi: 10.1007/s40825-022-00211-y.
- [76] A. G. Konstandopoulos and J. H. Johnson. Wall-flow diesel particulate filters—their pressure drop and collection efficiency. *SAE Transactions*, (98):625–647, 1989.
- [77] A. G. Konstandopoulos and E. Papaioannou. Update on the science and technology of diesel particulate filters. *KONA Powder and Particle Journal*, (26):36–65, 2008. doi: 10.14356/kona.2008007.
- [78] A. G. Konstandopoulos, E. Skaperdas, J. Warren, and R. Allansson. Optimized filter design and selection criteria for continuously regenerating diesel particulate traps. In *SAE Technical Paper Series*, SAE Technical Paper Series. SAE International400 Commonwealth Drive, Warrendale, PA, United States, 1999. doi: 10.4271/1999-01-0468.
- [79] A. G. Konstandopoulos, M. Kostoglou, E. Skaperdas, E. Papaioannou, D. Zarvalis, and E. Kladopoulou. Fundamental studies of diesel particulate filters: Transient loading, regeneration and aging. In *SAE Technical Paper Series*, SAE Technical Paper Series. SAE International400 Commonwealth Drive, Warrendale, PA, United States, 2000. doi: 10.4271/2000-01-1016.
- [80] Kraftfahrt-Bundesamt. Jahresbilanz 2022 - neuzulassungen von personenkraftwagen im jahr 2022 nach ausgewählten kraftstoffarten. URL https://www.kba.de/DE/Statistik/FAhrzeuge/Neuzulassungen/Jahresbilanz_Neuzulassungen/2022/2022_n_jahresbilanz_generische.html?nn=3547466&fromStatistic=3547466&yearFilter=2022&fromStatistic=3547466&yearFilter=2022.
- [81] P. Kurzweil. *Chemie*. Springer Fachmedien Wiesbaden, Wiesbaden, 2020. ISBN 978-3-658-27502-0. doi: 10.1007/978-3-658-27503-7.

- [82] T. Lähde, T. Rönkkö, A. Virtanen, T. J. Schuck, L. Pirjola, K. Hämeri, M. Kulmala, F. Arnold, D. Rothe, and J. Keskinen. Heavy duty diesel engine exhaust aerosol particle and ion measurements. *Environmental science & technology*, (43):163–168, 2009. ISSN 0013-936X.
- [83] M. Lapuerta, F. Oliva, J. R. Agudelo, and A. L. Boehman. Effect of fuel on the soot nanostructure and consequences on loading and regeneration of diesel particulate filters. *Combustion and Flame*, 159(2):844–853, 2012. ISSN 00102180. doi: 10.1016/j.combustflame.2011.09.003.
- [84] A. Liati, A. Spiteri, P. Dimopoulos Eggenschwiler, and N. Vogel-Schäuble. Microscopic investigation of soot and ash particulate matter derived from biofuel and diesel: implications for the reactivity of soot. *Journal of Nanoparticle Research*, 14(11):233, 2012. ISSN 1388-0764. doi: 10.1007/s11051-012-1224-7.
- [85] A. Mamakos, I. Khalek, R. Giannelli, and M. Spears. Characterization of combustion aerosol produced by a mini-cast and treated in a catalytic stripper. *Aerosol Science and Technology*, 47(8):927–936, 2013. ISSN 0278-6826. doi: 10.1080/02786826.2013.802762.
- [86] D. Meschede. *Gerthsen Physik*. Springer Berlin Heidelberg, Berlin, Heidelberg, 2015. ISBN 978-3-662-45976-8. doi: 10.1007/978-3-662-45977-5.
- [87] A. Messerer, R. Niessner, and U. Pöschl. Comprehensive kinetic characterization of the oxidation and gasification of model and real diesel soot by nitrogen oxides and oxygen under engine exhaust conditions: Measurement, langmuir–hinshelwood, and arrhenius parameters. *Carbon*, 44(2):307–324, 2006. ISSN 00086223. doi: 10.1016/j.carbon.2005.07.017.
- [88] G. L. Messing, S.-C. Zhang, and G. V. Jayanthi. Ceramic powder synthesis by spray pyrolysis. *Journal of the American Ceramic Society*, 76(11):2707–2726, 1993. ISSN 0002-7820. doi: 10.1111/j.1151-2916.1993.tb04007.x.
- [89] H. A. Michelsen, M. B. Colket, P.-E. Bengtsson, A. D’Anna, P. Desgroux, B. S. Haynes, J. H. Miller, G. J. Nathan, H. Pitsch, and H. Wang. A review of terminology used to describe soot formation and evolution under combustion and pyrolytic conditions. *ACS nano*, 14(10):12470–12490, 2020. doi: 10.1021/acsnano.0c06226.
- [90] R. H. Moore, L. D. Ziemba, D. Dutcher, A. J. Beyersdorf, K. Chan, S. Crumeyrolle, T. M. Raymond, K. L. Thornhill, E. L. Winstead, and B. E. Anderson. Mapping the operation of the miniature combustion aerosol standard (mini-cast) soot generator. *Aerosol Science and Technology*, 48(5):467–479, 2014. ISSN 0278-6826. doi: 10.1080/02786826.2014.890694.
- [91] M. Morcos, P. Ayyappan, and T. Harris. Characterization of dpf ash for development of dpf regeneration control and ash cleaning requirements. In *SAE Technical Paper Series*, SAE Technical Paper Series. SAE International400 Commonwealth Drive, Warrendale, PA, United States, 2011. doi: 10.4271/2011-01-1248.

- [92] S. Nemoto, Y. Kishi, K. Matsuura, M. Miura, S. Togawa, T. Ishikawa, T. Hashimoto, and T. Yamazaki. Impact of oil-derived ash on continuous regeneration-type diesel particulate filter - jcapii oil wg report. In *SAE Technical Paper Series*, SAE Technical Paper Series. SAE International 400 Commonwealth Drive, Warrendale, PA, United States, 2004. doi: 10.4271/2004-01-1887.
- [93] R. Niessner. The many faces of soot: characterization of soot nanoparticles produced by engines. *Angewandte Chemie (International ed. in English)*, 53(46):12366–12379, 2014. doi: 10.1002/anie.201402812.
- [94] D. Nitschke and E. Schmidt. A new approach to model the re-entrainment of settled particles based on film theory of fluid mass transfer processes. *Particle & Particle Systems Characterization*, 26(1-2):58–68, 2009. ISSN 09340866. doi: 10.1002/ppsc.200800008.
- [95] H. Oki, P. Karin, and K. Hanamura. Visualization of oxidation of soot nanoparticles trapped on a diesel particulate membrane filter. *SAE International Journal of Engines*, 4(1):515–526, 2011. ISSN 1946-3944. doi: 10.4271/2011-01-0602.
- [96] Y. Onel, A. Lange, A. Staude, K. Ehrig, A. Kupsch, M. P. Hentschel, T. Wolk, B. R. Müller, and G. Bruno. Evaluating porosity in cordierite diesel particulate filter materials, part 2 statistical analysis of computed tomography data. *J. Ceram. Sci. Tech.*, (5):13–22, 2013.
- [97] K. Park, D. B. Kittelson, M. R. Zachariah, and P. H. McMurry. Measurement of inherent material density of nanoparticle agglomerates. *Journal of Nanoparticle Research*, (6):267–272, 2004.
- [98] N. Probst and E. Grivei. Structure and electrical properties of carbon black. *Carbon*, 40(2): 201–205, 2002. ISSN 00086223. doi: 10.1016/S0008-6223(01)00174-9.
- [99] T. Rönkkö, A. Virtanen, J. Kannosto, J. Keskinen, M. Lappi, and L. Pirjola. Nucleation mode particles with a nonvolatile core in the exhaust of a heavy duty diesel vehicle. *Environmental science & technology*, 41(18):6384–6389, 2007. ISSN 0013-936X. doi: 10.1021/es0705339.
- [100] T. Rönkkö, L. Pirjola, L. Ntziachristos, J. Heikkilä, P. Karjalainen, R. Hillamo, and J. Keskinen. Vehicle engines produce exhaust nanoparticles even when not fueled. *Environmental science & technology*, 48(3):2043–2050, 2014. ISSN 0013-936X. doi: 10.1021/es405687m.
- [101] A. Sappok and V. W. Wong. Ash effects on diesel particulate filter pressure drop sensitivity to soot and implications for regeneration frequency and dpf control. *SAE International Journal of Fuels and Lubricants*, 3(1):380–396, 2010. ISSN 1946-3960. doi: 10.4271/2010-01-0811.
- [102] A. Sappok, I. Govani, C. Kamp, Y. Wang, and V. Wong. In-situ optical analysis of ash formation and transport in diesel particulate filters during active and passive dpf regeneration processes. *SAE International Journal of Fuels and Lubricants*, 6(2):336–349, 2013. ISSN 1946-3960. doi: 10.4271/2013-01-0519.

- [103] A. Sappok, Y. Wang, R.-Q. Wang, C. Kamp, and V. Wong. Theoretical and experimental analysis of ash accumulation and mobility in ceramic exhaust particulate filters and potential for improved ash management. *SAE International Journal of Fuels and Lubricants*, 7(2): 511–524, 2014. ISSN 1946-3960. doi: 10.4271/2014-01-1517.
- [104] A. G. Sappok and V. W. Wong. Detailed chemical and physical characterization of ash species in diesel exhaust entering aftertreatment systems. In *SAE Technical Paper Series*, SAE Technical Paper Series. SAE International 400 Commonwealth Drive, Warrendale, PA, United States, 2007. doi: 10.4271/2007-01-0318.
- [105] E. Schmidt and D. Nitschke. Aufwirbelung von auf oberflächen abgelagerten partikelschichten. *Chemie Ingenieur Technik*, 78(5):525–533, 2006. ISSN 0009-286X. doi: 10.1002/cite.200600006.
- [106] L. Schneider, K. Braschke, and M. Kaul. Ash behavior in wall-flow filters. *MTZ worldwide*, 83(7-8):54–58, 2022. doi: 10.1007/s38313-022-0808-6.
- [107] P. Schwanzer, M. Schillinger, J. Mieslinger, S. Walter, G. Hagen, S. Märkl, G. Haft, M. Dietrich, R. Moos, M. Gaderer, and H.-P. Rabl. A synthetic ash-loading method for gasoline particulate filters with active oil injection. *SAE International Journal of Engines*, 14(4): 493–505, 2021. ISSN 1946-3944. doi: 10.4271/03-14-04-0029.
- [108] J. R. Serrano, C. Guardiola, P. Piqueras, and E. Angiolini. Analysis of the aftertreatment sizing for pre-turbo dpf and doc exhaust line configurations. In *SAE Technical Paper Series*, SAE Technical Paper Series. SAE International 400 Commonwealth Drive, Warrendale, PA, United States, 2014. doi: 10.4271/2014-01-1498.
- [109] L. Severa, M. Havlíček, and V. Kumbár. Temperature dependent kinematic viscosity of different types of engine oils. *Acta Universitatis Agriculturae et Silviculturae Mendelianae Brunensis*, 57(4):95–102, 2014. ISSN 12118516. doi: 10.11118/actaun200957040095.
- [110] W. Shang, S. Yang, T. Xuan, Z. He, and J. Cao. Experimental studies on combustion and microexplosion characteristics of n -alkane droplets. *Energy & Fuels*, 34(12):16613–16623, 2020. ISSN 0887-0624. doi: 10.1021/acs.energyfuels.0c02904.
- [111] J. P. Shi and R. M. Harrison. Investigation of ultrafine particle formation during diesel exhaust dilution. *Environmental Science & Technology*, 33(21):3730–3736, 1999. ISSN 0013-936X. doi: 10.1021/es981187l.
- [112] M. Smoluchowski. Drei vorträge über diffusion, brownsche molekularbewegung und koagulation von kolloidteilchen. *Physikalische Zeitschrift*, 17:567 – 571, 587 – 599, 1916.
- [113] J. Sneddon and M. D. Vincent. Icp-oes and icp-ms for the determination of metals: Application to oysters. *Analytical Letters*, 41(8):1291–1303, 2008. ISSN 0003-2719. doi: 10.1080/00032710802013991.

- [114] J. Song, M. Alam, A. L. Boehman, and U. Kim. Examination of the oxidation behavior of biodiesel soot. *Combustion and Flame*, 146(4):589–604, 2006. ISSN 00102180. doi: 10.1016/j.combustflame.2006.06.010.
- [115] F. Sonntag and P. Eilts. Schnelle veraschung von partikelfiltern. *MTZ - Motortechnische Zeitschrift*, 76(12):76–83, 2015. ISSN 0024-8525. doi: 10.1007/s35146-015-0150-5.
- [116] Springer-Verlag GmbH. *VDI-Wärmeatlas*. Springer Berlin Heidelberg, Berlin, Heidelberg, 2013. ISBN 978-3-642-19980-6. doi: 10.1007/978-3-642-19981-3.
- [117] B. Stanmore, J. Brillhac, and P. Gilot. The oxidation of soot: a review of experiments, mechanisms and models. *Carbon*, 39(15):2247–2268, 2001. ISSN 00086223. doi: 10.1016/S0008-6223(01)00109-9.
- [118] M. Stieß. *Mechanische Verfahrenstechnik 2*. Springer Berlin Heidelberg, 1997. ISBN 978-3-540-55852-1.
- [119] M. Stieß. *Mechanische Verfahrenstechnik - Partikeltechnologie 1*. Springer Berlin Heidelberg, Berlin, Heidelberg, 2009. ISBN 978-3-540-32551-2. doi: 10.1007/978/3-540-32552-9.
- [120] A. Suresh, A. Khan, and J. H. Johnson. An experimental and modeling study of cordierite traps - pressure drop and permeability of clean and particulate loaded traps. *SAE Technical Paper*, pages 1–20, 2000.
- [121] P. Tandon, A. Heibel, J. Whitmore, N. Kekre, and K. Chithapragada. Measurement and prediction of filtration efficiency evolution of soot loaded diesel particulate filters. *Chemical Engineering Science*, 65(16):4751–4760, 2010. ISSN 00092509. doi: 10.1016/j.ces.2010.05.020.
- [122] C. Tien and R. Bai. An assessment of the conventional cake filtration theory. *Chemical Engineering Science*, 58(7):1323–1336, 2003. ISSN 00092509. doi: 10.1016/S0009-2509(02)00655-3.
- [123] C. Tien and A. C. Payatakes. Advances in deep bed filtration. *AIChE Journal*, 25(5):737–759, 1979.
- [124] J. D. Ulmer. Strain dependence of dynamic mechanical properties of carbon black filled rubber compunds. *Rubber Chemistry and Technology*, 69:15–47, 1996.
- [125] K. Vaaraslahti, J. Keskinen, B. Giechaskiel, A. Solla, T. Murtonen, and H. Vesala. Effect of lubricant on the formation of heavy-duty diesel exhaust nanoparticles. *Environmental science & technology*, 39(21):8497–8504, 2005. ISSN 0013-936X. doi: 10.1021/es0505503.
- [126] P. Walzel. Zerstäuben von flüssigkeiten. *Chemie Ingenieur Technik*, 62(12):983–994, 1990. ISSN 0009-286X. doi: 10.1002/cite.330621203.

- [127] H. Wang. Formation of nascent soot and other condensed-phase materials in flames. *Proceedings of the Combustion Institute*, 33(1):41–67, 2011. ISSN 15407489. doi: 10.1016/j.proci.2010.09.009.
- [128] H.-C. Wang. Effects of inceptive motion on particle detachment from surfaces. *Aerosol Science and Technology*, 13(3):386–393, 1990. ISSN 0278-6826. doi: 10.1080/02786829008959453.
- [129] Y. Wang, C. J. Kamp, Y. Wang, T. J. Toops, C. Su, R. Wang, J. Gong, and V. W. Wong. The origin, transport, and evolution of ash in engine particulate filters. *Applied Energy*, 263(9): 114631, 2020. ISSN 03062619. doi: 10.1016/j.apenergy.2020.114631.
- [130] L. Xu, R. W. McCabe, and C. P. H. Hubbard. Impact of oil consumption modes and pathways on oil-derived catalyst deposits. *SAE Technical Paper*, 2007.
- [131] S. Yamaguchi, S. Fujii, R. Kai, M. Miyazaki, Y. Miyairi, S. Miwa, and P. Busch. Design optimization of wall flow type catalyzed cordierite particulate filter for heavy duty diesel. *SAE Technical Paper*, (01), 2005.
- [132] D. Zarvalis, S. Lorentzou, and A. G. Konstandopoulos. A methodology for the fast evaluation of the effect of ash aging on the diesel particulate filter performance. In *SAE Technical Paper Series*, SAE Technical Paper Series. SAE International400 Commonwealth Drive, Warrendale, PA, United States, 2009. doi: 10.4271/2009-01-0630.
- [133] J. Zhang, Y. Li, V. W. Wong, S. Shuai, J. Qi, G. Wang, F. Liu, and L. Hua. Experimental study of lubricant-derived ash effects on diesel particulate filter performance. *International Journal of Engine Research*, 22(3):921–934, 2021. ISSN 1468-0874. doi: 10.1177/1468087419874577.
- [134] C. Zhao, Y. Zhu, and S. Huang. Pressure drop and soot accumulation characteristics through diesel particulate filters considering various soot and ash distribution types. In *SAE Technical Paper Series*, SAE Technical Paper Series. SAE International400 Commonwealth Drive, Warrendale, PA, United States, 2017. doi: 10.4271/2017-01-0959.
- [135] H. Zhu, W. Li, H. Tao, J. Li, and X. Sui. Effect of sulfated ash in lubricant on the performance and durability of diesel particulate filter (dpf). In *SAE Technical Paper Series*, SAE Technical Paper Series. SAE International400 Commonwealth Drive, Warrendale, PA, United States, 2014. doi: 10.4271/2014-01-2796.
- [136] G. Ziskind, M. Fichman, and C. Gutfinger. Resuspension of particulates from surfaces to turbulent flows - review and analysis. *Journal of Aerosol Science*, 20(4):613–644, 1995. ISSN 00218502.

- [137] C. Zöllner and D. Brueggemann. Optical and analytical studies on dpf soot properties and consequences for regeneration behavior. In *SAE Technical Paper Series*, SAE Technical Paper Series. SAE International 400 Commonwealth Drive, Warrendale, PA, United States, 2017. doi: 10.4271/2017-24-0126.