Marcus Wienecke

Aufbau und Betrieb einer Versuchsanlage zur Untersuchung des Strömungssiedens hochviskoser Gemische

Paderborn 2006

Aufbau und Betrieb einer Versuchsanlage zur Untersuchung des Strömungssiedens hochviskoser Gemische

zur Erlangung des akademischen Grades eines DOKTORS DER INGENIEURWISSENSCHAFTEN (Dr.-Ing.) der Fakultät für Maschinenbau der Universität Paderborn

genehmigte DISSERTATION

von Marcus Wienecke aus Bielefeld

Tag des Kolloquiums:	16.12.2005
Referent:	Prof. DrIng. Roland Span
Korreferent:	Prof. DrIng. Dieter Gorenflo

Vorwort

Die vorliegende Dissertation entstand während meiner Tätigkeit als wissenschaftlicher Mitarbeiter am ehemaligen Lehrstuhl für Wärme- und Kältetechnik (WKT) und dem jetzigen Lehrstuhl für Thermodynamik und Energietechnik (ThEt) der Fakultät für Maschinenbau der Universität Paderborn.

Begonnen habe ich meine Forschungsarbeit am Lehrstuhl von Herrn Prof. Dr.-Ing. Dieter Gorenflo (WKT), der dieses Projekt zusammen mit der Firma Bayer ins Leben gerufen hat und somit meine Dissertation erst ermöglichte. Dafür sowie für sein beständiges Interesse am Fortgang der Untersuchungen und die bereitwillige Übernahme des Korreferats möchte ich ihm an dieser Stelle herzlich danken.

Mein besonderer Dank gilt dem Leiter des Lehrstuhls für Thermodynamik und Energietechnik, Herrn Prof. Dr.-Ing. Roland Span, für die Betreuung und die Förderung meiner Dissertation. Die erfolgreiche Fortführung des Forschungsprojektes mit der Firma Bayer Technology Services durch ihn und seine wertvollen Anregungen haben wesentlich zum gelingen der Arbeit beigetragen.

Ebenso danke ich Herrn Dipl. Physikingenieur Elmar Baumhögger, Herrn Dipl.-Ing. Josef Schütte und Herrn Dipl.-Ing. Thorsten Föhrer für die tatkräftige Hilfe beim Aufbau der Versuchsapparatur und bei der Durchführung der Experimente. Sehr herzlich bedanke ich mich auch bei allen jetzigen und ehemaligen Mitarbeitern des Lehrstuhls, die direkt durch ihre Unterstützung und Anregungen oder indirekt durch das gute Arbeitsklima zum gelingen dieser Arbeit beigetragen haben.

Für die Finanzierung meiner Arbeit durch die Firma Bayer Technology Services GmbH und die gute Zusammenarbeit danke ich Herrn Dr.-Ing. Klemens Kohlgrüber und Herrn Dipl.-Ing. Ulrich Liesenfelder sowie ihren Kollegen.

Meinen Eltern danke ich, dass sie den von mir eingeschlagenen Bildungsweg unterstützt und meine Arbeit bis zum Schluss mit großem Interesse verfolgt haben.

Danke Jamila. Dafür, dass Du so lange Geduld und Verständnis für mich hattest und mir stets geholfen hast, wo und wann Du nur konntest.

Paderborn, im Juni 2006

Marcus Wieseche

Inhaltsverzeichnis

1.	. Einleitung			
2.	Wä	rmeü	ibertragung beim Strömungssieden hochviskoser	
	Flu	ide -	- Stand der Forschung	5
	2.1	Wä	rmeübergangskorrelationen für niedrigviskose Fluide	5
	2.2	Wä	rmeübergangskorrelationen für hochviskose Fluide	18
3.	Ver	such	sanlage zum Strömungssieden hochviskoser Fluide	29
	3.1 Gru		indlegende Überlegungen zum Design der Versuchsstrecken	29
	3.2 Aus		swahl eines geeigneten Versuchsstoffgemisches	31
	3.3 Anfor		orderungen an die Versuchsanlage	34
	3.4 Gesamtkonzept der V		samtkonzept der Versuchsanlage	36
	3.5	5 Ringspaltversuchsstrecke		38
	3.6	Anl	agengestell	47
3.7		Klin	Klimakammer	
	3.8	Anl	agenkomponenten und Peripherie	55
4.	Messtechnik		65	
	4.1 Temperaturmessung		65	
	4.1.1		Temperaturmessung mit Thermoelementen	65
	4.1.2		Einfache Fluidtemperaturmessung	68
	4.	1.3	Dreifache Fluidtemperaturmessung	70
	4.	1.4	Temperaturmessung mit Platinthermometern	80
	4.	1.5	Verarbeitung der Temperatur-Sensorsignale	81
	4.2 Druckmessung		84	
	4.3 Messwerterfassung		90	
	4.4 Kalik		ibrierung und Messunsicherheit	93
	4.	4.1	Kalibrierung und Messunsicherheit der Druckaufnehmer	93
	4.4.2		Kalibrierung und Messunsicherheit der Temperatursensoren	97
	4.5	Anf	angs- und Restgehaltbestimmung des Lösungsmittels im Silikonöl	106

5.	Versuchsdurchführung			109
	5.1	Ver	suchsvorbereitungen	109
	5.1.1		Ansetzen des Versuchsstoffgemisches	109
	5.	1.2	Versuchsvorbereitungen vor dem Messtag	110
	5.1.3		Versuchsvorbereitungen am Messtag	112
	5.2 Ver		suchsablauf	113
	5.3	Ver	suchsprogramm	117
6.	Sys	tema	atische Untersuchungen zum Einfluss von Betriebsparametern	121
	6.1	Ein	leitung	121
	6.2 Versue		suche mit Silikonöl M100k	126
	6.2	2.1	Variation des Durchsatzes bei jeweils gleichem spezifischen	
			Energieeintrag	126
	6.2.2		Variation der Pentankonzentration bei gleicher Wärmestromdichte	
			und gleichzeitig konstantem Durchsatz	131
	6.2.3		Vergleich der Betriebsarten konst. Wärmestromdichte und konst.	
			Wandtemperatur bei ansonsten gleichen Versuchsbedingungen	138
	6.3	Ver	suche mit Silikonöl M1000k	143
	6.3	3.1	Einfluss der Betriebsart auf den Wärmeübergang bei Variation	
			der Silikonölviskosität und jeweils gleichem Pentangehalt	144
	6.3.2		Variation des Durchsatzes bei konstanter Heizwandtemperatur	
			und jeweils gleicher Pentankonzentration	154
	6.4	Dru	ck- und Temperaturschwingungen	163
	6.5	Erg	ebnisse der neuen Fluidtemperatur - Messtechnik	184
7.	7. Zusammenfassung 8. Nomenklatur			
8.				
9.	Lite	ratu	rverzeichnis	200
10). Anhang			206
	10.1	Ber	echnung der Schauglas-Schraubverbindung	206
	10.2	Pro	benaufbereitung und Behälterreinigung	209

1. Einleitung und Problemstellung

Im Rahmen eines von der Firma Bayer Technology Services GmbH – vormals Technische Entwicklung der Bayer AG – initiierten Kooperationsprojektes, wird am Lehrstuhl für Thermodynamik und Energietechnik der Universität Paderborn das Strömungssieden von hochviskosen Fluiden experimentell untersucht. Die Wärmeübertragung beim Strömungssieden ist in einer Vielzahl von technischen Anwendungen zu finden, wie z.B. der Verdampfung von Wasser in Kraftwerken, Kältemitteln in der Klima- und Kältetechnik, Leichtsiedern in der Petrochemie oder auch von Lösungsmitteln und Monomeren beim Eindampfen von Polymerlösungen [1 - 4]. Die Vorausberechnung des Wärmeübergangs und der sich einstellenden Fluid- und Wandtemperaturen in der 2-Phasenströmung zur Auslegung dieser Apparate ist daher von großer technischer Bedeutung.

Ausgehend von Fragestellungen aus der Kältetechnik und der Kernenergie wurde das Strömungssieden in Rohren und rohrähnlichen Geometrien in einer Vielzahl von Arbeiten grundlegend experimentell und theoretisch untersucht. Aus diesen Arbeiten resultiert eine große Zahl von verschiedenen Korrelationen zur Berechnung des Wärmeübergangs, siehe [2 - 9], die jedoch hauptsächlich für Stoffe und Stoffgemische im niedrigviskosen Bereich entwickelt wurden, wie zum Beispiel für Wasser, Kältemittel oder organische Lösungsmittel.

Im Bereich der hochviskosen Fluide, wie sie z.B. in der Kunststoffproduktion bei der Eindampfung von Polymer-Lösungsmittelgemischen, der Nahrungsmittelverarbeitung und der Kautschukindustrie vorkommen, ist dagegen eine deutlich geringere Anzahl experimenteller Untersuchungen zu finden, die sich weniger mit grundlegenden Zusammenhängen beschäftigen, sondern vielmehr mit direkt anwendungsbezogenen Problemen¹. In Folge dessen wurden bis heute nur wenige Korrelationen zur Berechnung des Wärmeübergangs beim Strömungssieden hochviskoser Fluide veröffentlicht, die zudem jeweils nur an ein einzelnes Stoffsystem angepasst wurden. Da die Stoffsysteme der verschiedenen Korrelationen zum Teil sehr verschieden sind, wie z.B. Gemische aus Polymeren und Lösungsmitteln [4 & 5] oder Wasser und Methylcellulose [6], ist die Anwendbarkeit dieser Korrelationen auf ihr jeweiliges Stoffsystem beschränkt.

¹ Da die zu lösenden Problemstellungen bei hochviskosen Medien zum Teil sehr speziell und anwendungsbezogen sind, findet ein Grossteil der experimentellen Arbeiten in den betreffenden Firmen statt; die Ergebnisse aus diesen Untersuchungen stellen in der Regel einen Technologievorsprung gegenüber den Mitbewerbern dar, und werden daher nicht oder nur zum Teil veröffentlicht.

Aufgrund der bis heute sehr unbefriedigenden Datenlage für hochviskose Stoffsysteme, lassen sich die existierenden Korrelationen nicht bzw. nur sehr eingeschränkt auf ihre Übertragbarkeit auf andere Stoffsysteme hin untersuchen. Auch die Entwicklung einer neuen, allgemeingültigen Korrelation wird durch diesen Umstand erschwert. Für ein zuverlässiges, in einem weiten Bereich anwendbares Modell kommt hinzu, dass neben den für die Modellierung obligatorischen Messdaten grundlegende Kenntnisse über den Wärmeübergang beim Strömungssieden hochviskoser Fluide und der dabei auftretenden Phänomene nötig sind.

Insbesondere in der Kunststoffindustrie hat sich in den letzten Jahren aufgrund des sich verschärfenden Wettbewerbs die Notwendigkeit ergeben, den Produktionsprozess immer weiter zu optimieren. Dazu kommt, dass an moderne Kunststoffe immer größere Ansprüche hinsichtlich der Qualität und des Restgehalts an Lösungsmitteln gestellt werden, sowohl vom Gesetzgeber als auch von der Kunststoff verarbeitenden Industrie (staatliche Institutionen: Verschärfung der Restgehalt-Grenzwerte aufgrund des gesundheitsschädlichen Potentials der Lösungsmittel, Autoindustrie: Geruchsbelästigung durch Lösungsmittel im PKW, Lebensmittelindustrie: schädliche Wirkung durch Verpackungsmaterial).

Ein entscheidender Teilbereich der Kunststoffherstellung besteht in der Entgasung der Kunststoff-Lösungsmittelgemische nach der Polymerisation. Da nach der Polymerisation in der Regel große Mengen an nicht umgesetzten Monomeren und/oder Lösungsmitteln im Polymer verbleiben [4], müssen diese entfernt werden. Neben der Produktqualität und dem Lösungsmittelrestgehalt wird durch diesen Verfahrensschritt auch die wirtschaftliche Rentabilität des gesamten Produktionsprozesses mitbestimmt. Dies äußert sich beispielsweise in dem zur Entgasung benötigten Energieaufwand oder in den Investitionskosten für den Bau der Anlage.

Eine gängige Methode die Lösungsmittel aus dem Produkt zu entfernen besteht darin, das Gemisch durch Rohrbündel-Wärmeübertrager zu pumpen und dabei zu beheizen². Hierdurch bildet sich im Verlauf des Wärmeübertragers eine 2-Phasenströmung aus Lösungsmitteldampf und flüssigem Polymer mit noch gelösten Resten

² Die Verfahren, die bisher zur Entgasung eingesetzt werden, beruhen im wesentlichen auf zwei Technologien: 1. kontinuierlich arbeitende Apparate, in denen dem Gemisch aus flüssigem Kunststoff und Lösungsmittel Wärme zugeführt wird und der dabei entstehende Lösungsmitteldampf von der Kunststoffschmelze getrennt wird, oder 2. Schneckenmaschinen, in welchen dem Polymer Energie durch Schervorgänge zugeführt wird, und zusätzlich an bestimmten Positionen in den Maschinen Unterduckzonen erzeugt werden, in welchen das/die Lösungsmittel verdampfen können. In dieser Arbeit wird ausschließlich das erste Verfahren behandelt.

an Lösungsmittel. Das Polymer ist dabei praktisch nicht an der Verdampfung beteiligt, da der Dampfdruck des reinen Polymers bei den üblichen Prozesstemperaturen zu vernachlässigen ist. Das Ende des Wärmeübertragers mündet normalerweise in einen Abscheidebehälter, in dem die dampfförmigen Lösungsmittel und Monomere vom flüssigen Polymer getrennt werden.

Obwohl die Entgasung mit dieser Apparatetechnik schon lange bekannt und weit verbreitet ist, sind die dabei auftretenden Strömungsvorgänge und Wärmeübergangsmechanismen bis heute nicht genau beschreibbar. Auch für den sich in den Apparaten einstellenden Druckverlust sind bis dato keine zuverlässigen Berechnungsmethoden bekannt. Um die Produktionsanlagen und deren Prozessablauf weiter optimieren zu können, sind sowohl die Kenntnis des Wärmeübergangs und des zu erwartenden Druckverlustes als auch ein grundlegendes Verständnis der Strömungsvorgänge in den Wärmeübertragern unter verschiedenen Betriebszuständen unverzichtbar.

Aus diesem Grund wurde eine Kooperation zwischen Bayer Technologies Services (BTS) und dem damaligen Lehrstuhl für Wärme- und Kältetechnik (WKT) – jetzt Lehrstuhl für Thermodynamik und Energietechnik (ThEt) – zur detaillierten Untersuchung des Strömungssiedens hochviskoser Gemische ins Leben gerufen. Langfristiges Ziel dieses Vorhabens ist es, eine Korrelation für die Vorausberechnung des Wärme- und Stoffübergangs beim Strömungssieden hochviskoser Gemische zu entwickeln. Des Weiteren soll eine Berechnungsmethode zur Vorhersage des Druckverlustes einer hochviskosen 2-Phasenströmung in Wärmeübertragern entwickelt werden. Als Grundlage für eine zuverlässige Modellierung ist dabei neben einer breiten experimentellen Datenbasis vor allem auch ein grundlegendes Verständnis des Wärmeübergangs beim Strömungssieden hochviskoser Fluide und der dabei auftretenden Phänomene nötig.

Um die Entwicklung derartiger Korrelationen zu ermöglichen, soll im Rahmen der vorliegenden Arbeit

 eine Versuchsanlage zur Untersuchung des Wärmeübergangs, Strömungsverhaltens und Druckverlustes beim Strömungssieden hochviskoser Gemische konstruiert, aufgebaut und in Betrieb genommen werden, und damit begonnen werden, mit dieser Versuchsanlage eine Datenbasis zu schaffen, die für die Entwicklung einer Wärmeübergangs- bzw. Druckverlustkorrelation genutzt werden kann. Gleichzeitig sollen grundlegende Untersuchungen zum Verständnis der Vorgänge beim Strömungssieden hochviskoser Gemische durchgeführt werden.

Dazu werden zunächst die beim Strömungssieden zu beobachtenden Arten der Wärmeübertragung näher erläutert. Danach wird ein Überblick über die wichtigsten Wärmeübergangskorrelationen für niedrigviskose Fluide gegeben und die bisher bekannten Korrelationen für hochviskose Fluide werden vorgestellt.

Das Gesamtkonzept der Versuchsanlage, die Auswahl des Versuchsstoffsystems, die Versuchsstrecke sowie der Aufbau der Anlage mit ihren verschiedenen Komponenten sind im dritten Kapitel zusammengefasst. Da die Temperatur- und Druckmesstechnik in diesem Projekt einen besonderen Stellenwert einnehmen, werden diese ausführlich im vierten Kapitel behandelt.

Den zweiten Schwerpunkt der Arbeit bilden das fünfte und sechste Kapitel. Im fünften Kapitel wird auf die Vorbereitungen und den Ablauf der Experimente sowie auf die bisher durchgeführten Versuche eingegangen. Im sechsten Kapitel werden anhand eines Teils der vorhandenen Versuchsergebnisse vor allem die systematischen Zusammenhänge der verschiedenen Prozessparameter und Messgrößen veranschaulicht. Des Weiteren werden einige besondere Vorgänge und Phänomene, die während der Experimente beobachtet werden konnten, im Detail analysiert.

Im siebten Kapitel werden abschließend die wichtigsten Eigenschaften der Versuchsanlage und der aufgrund von fortlaufenden Optimierungen erreichte Status der Messtechnik noch einmal kurz beschrieben. Des Weiteren wird ein Überblick über die mit der Anlage insgesamt durchgeführten Experimente gegeben und die wichtigsten Erkenntnisse aus dem Betrieb der Versuchsanlage und der Versuchsauswertung werden zusammengefasst.

Wärmeübertragung beim Strömungssieden hochviskoser Fluide – Stand des Wissens

Wie bereits erläutert, sind bis heute keine verlässlichen Berechnungsmethoden bekannt, die zur Voraussage des Wärmeübergangs beim Strömungssieden hochviskoser Fluide anwendbar wären. Für Fluide im niedrigviskosen Bereich existiert dagegen eine Vielzahl verschiedener Korrelation, die sich in drei verschiedene Modellklassen zusammenfassen lassen. Die Klassen unterscheiden sich im Wesentlichen dadurch, wie die beiden Hauptmechanismen der Wärmeübertragung beim Strömungssieden – Strömungsblasensieden und erzwungene Konvektion – kombiniert werden, siehe Webb & Gupte [7].

Da ein zukünftiger Ansatz zur Berechnung des Wärmeübergangs von einer oder mehreren der bisher bekannten Korrelationen für niedrigviskose Stoffe ausgehen könnte, sollen hier zuerst die wichtigsten in der Literatur beschriebene Ansätze für solche Stoffe vorgestellt werden. Danach wird auf den experimentellen und theoretischen Wissensstand bei hochviskosen Fluiden eingegangen.

2.1 Wärmeübergangskorrelationen für niedrigviskose Fluide

Zunächst werden die beim Strömungssieden zu beobachtenden Arten der Wärmeübertragung näher erläutert. Bild 2.1 zeigt die unterschiedlichen Verdampfungs- und Strömungsphänomene in einem Siederohr mit *aufwärts* strömendem *niedrigviskosen* Fluid, wie sie beispielsweise Mayinger [2] darstellt. Im Unterschied zu den in dieser Arbeit untersuchten hochviskosen Polymer-Lösungsmittelgemischen kann das niedrigviskose Fluid in der Regel vollständig verdampfen. Im unteren Bereich des Rohres wird die unterkühlte *einphasige* Flüssigkeit nur durch *erzwungene Konvektion* erwärmt, da die Überhitzung der Heizwand gegenüber dem Fluid noch zu niedrig ist um Dampfblasen bilden zu können. Nach einem bestimmten Strömungsweg ist eine erste Blasenbildung an der Heizwandoberfläche zu beobachten, obwohl die mittlere Flüssigkeitstemperatur noch nicht den Siedezustand erreicht hat. Teilweise kondensieren diese Blasen aufgrund der unterkühlten Flüssigkeit wieder unmittelbar an der Wand, können sich im weiteren Rohrverlauf jedoch auch von der Oberfläche lösen, um dann erst im Rohrinneren zu kondensieren, wo das Fluid noch deutlich kühler ist als an der Heizwandoberfläche. Dieser Vorgang wird *unterkühltes Sieden* genannt, und ist durch ein radiales Temperaturprofil im Rohr gekennzeichnet, bei dem das Fluid direkt an der Heizwand (Grenzschicht) schon die dem örtlichen Druck zugehörige Sättigungstemperatur (*Siedetemperatur*) erreicht hat und im Rohrinneren noch deutlich unterkühlt ist. Während die Wandtemperatur im einphasigen Bereich ohne Dampfblasen kontinuierlich angestiegen ist, bleibt sie im Bereich der Blasenbildung annähernd konstant auf einem Niveau, welches – je nach niedrigviskosem Stoff bzw. Stoffsystem – einige Zehntel Kelvin bis einige Kelvin über der lokalen Sättigungstemperatur liegen kann.



Bild 2.1: Verdampfungs- und Strömungsphänomene in einem Siederohr mit einem aufwärts strömenden niedrigviskosen Fluid (nach [2])

Da im weiteren Verlauf der Rohrstrecke kontinuierlich immer mehr Blasen gebildet werden, die zusammen mit der Konvektion Wärme in das Rohrinnere transportieren, steigt die mittlere Fluidtemperatur allmählich auf die Sättigungstemperatur an. Der jetzt folgende Siedevorgang wird allgemein *Blasensieden*³, bzw. hier *Strömungsblasensieden* (*Index SBS*) genannt.

Der Zustand des *Blasensiedens* hält so lange an, wie eine ausreichend dicke Flüssigkeitsschicht an der Heizwandoberfläche vorhanden ist, um darin Dampfblasen entstehen und wachsen zu lassen. Unterschreitet der Flüssigkeitsfilm jedoch eine gewisse Dicke, kann die Wärme an die im Kern schneller strömende Dampfphase ohne Blasenbildung mittels Konvektion und Leitung durch die Flüssigkeitsschicht übertragen werden. Die Temperatur der wandnahen Flüssigkeitsschicht reicht ab jetzt nicht mehr aus, um die Bedingungen für die Keimbildung des *Blasensiedens* zu erfüllen; die notwendige Überhitzung kann aufgrund des niedrigen Wärmeleitwiderstandes des dünnen Flüssigkeitsfilmes nicht mehr aufgebaut werden. Der sich nun einstellende Wärmetransportmechanismus wird stilles Sieden bzw. *konvektives Sieden (Index KS)* genannt, Mayinger [2].

Im weiteren Verlauf der Verdampfung wird der Flüssigkeitsfilm an der Rohrwand nicht nur aufgrund der zugeführten Wärme vollständig verschwinden, sondern auch durch die Scherkräfte des sich mit hoher Geschwindigkeit bewegenden Dampfstromes. Der Punkt an dem die letzte Flüssigkeit an der Wand verdampft, wird als "Dryout Point" bezeichnet. Danach wird die Wand nur noch durch die sich im Dampf befindlichen Flüssigkeitströpfchen gekühlt (Bereich der *Sprühkühlung*), bis auch diese an der Heizwand und durch den sie umgebenden überhitzen Dampf vollständig verdampft werden.

Da in dem darauf folgenden Rohrabschnitt nur noch Dampf vorhanden ist, ist der hier vorherrschende Wärmeübergangsmechanismus wie schon zu Anfang des Siederohres wieder die *einphasige erzwungene Konvektion*. Je nach Temperaturniveau wird zusätzlich noch eine mehr oder weniger große Wärmemenge durch Strahlung an den Dampf übertragen (Absorptionseigenschaften des Dampfes).

Neben den oben beschriebenen Mechanismen der Wärmeübertragung beim Strömungssieden ist das *Blasensieden im Behälter (Index BBS)* von besonderer Wichtigkeit, da es oft Grundlage der Berechnung des Wärmeübergangs beim *Strömungs*-

³ Blasensieden ist der allgemeine Begriff für die Wärmeübertragung durch Dampfblasenbildung, die sowohl in "ruhenden" (Behälter) als auch in strömenden Flüssigkeiten (Rohre) stattfinden kann.

blasensieden ist. Technische Anwendung findet das *Blasensieden* in der Regel in Verdampferkesseln mit ruhender oder sich nur sehr langsam bewegender Flüssigkeit im Siedezustand (z.B. Kälte- und Klimatechnik: sog. überflutete Verdampfer), in denen einzelne beheizte Rohre oder Rohrbündel zur Wärmeübertragung benutzt werden. Ist die Überhitzung der Rohre gegenüber der sie umgebenden Flüssigkeit hoch genug, bilden sich an Keimstellen auf der Heizwandoberfläche Dampfblasen, durch die jetzt ein großer Teil der Wärme von der Heizwandoberfläche an die Flüssigkeit übertragen wird. Mit zunehmender Wärmestromdichte wird der Anteil am gesamten Wärmestrom, der durch freie Konvektion übertragen wird, im Vergleich zu der Wärmeübertragung durch Blasensieden immer geringer, bis er nur noch eine vernachlässigbare Größe darstellt.

Aufgrund des deutlich besseren Wärmeübergangskoeffizienten gegenüber der freien Konvektion (FK) – der Wärmeübergangskoeffizient des Blasensiedens (α_{BBS}) steigt mit $\alpha_{BBS} \sim \Delta T^3$ im Vergleich zur freien Konvektion mit $\alpha_{FK} \sim \Delta T^{1/4}$ wesentlich stärker an, siehe [3] – besitzt das Blasensieden eine hohe technische Relevanz. Dieser Umstand führte zu einer Vielzahl von experimentellen und theoretischen Untersuchungen zum Blasensieden, siehe z.B. [10,11], mit deren Hilfe eine Reihe von unterschiedlichen Korrelationen entwickelt wurde. Da die verschiedenen Korrelationen zum Blasensieden in Behältern teilweise deutliche Unterschiede zueinander aufweisen, stellt deren Anwendung in den jeweiligen Korrelationen zum Strömungssieden ein wichtiges Unterscheidungsmerkmal dar und kann entscheidend für die Qualität der gesamten Korrelation sein.

Im Folgenden sollen die wichtigsten Korrelationen zum Strömungssieden niedrigviskoser Stoffe in Rohren und rohrähnlichen Geometrien unterschiedlicher Orientierung vorgestellt werden, wie sie von Webb [7] zusammengefasst wurden. Da bisher kein analytisch geschlossenes Modell existiert, beruhen alle veröffentlichen Korrelationen auf empirisch ermittelten Konstanten und Funktionsformen.

Alle bisher bekannten Korrelationen zur Berechnung des Wärmeübergangs in der 2-Phasenströmung lassen sich in drei gebräuchliche Modellvorstellungen einordnen:

- 1. Korrelationen nach dem Superpositions-Prinzip
- 2. Korrelationen mit Verbesserungsfaktor
- 3. Asymptotische Korrelationen

Zu 1: Modelle auf Basis des Superpositions Prinzips gehen von der Annahme aus, dass der gesamte übertragene Wärmestrom \dot{q}_{ges} an der Verdampferwand die Summe aus den beiden Einzelkomponenten Strömungsblasensieden \dot{q}_{SBS} und konvektivem Sieden \dot{q}_{KS} ist,

$$\dot{q}_{\text{Ges}} = \dot{q}_{\text{SBS}} + \dot{q}_{\text{KS}}. \tag{2.1}$$

Als erster hat Rohsenow [12] diesen Ansatz zur Berechnung des Wärmeübergangs beim Strömungssieden benutzt. Er ging davon aus, dass ein Großteil der Wärmeübertragung durch die Entstehung von Dampfblasen stattfindet und nur ein relativ kleiner Teil durch Mikrokonvektion im Nachlauf der Blase und die überlagerte Strömung übertragen wird. Der durch Blasen verursachte Wärmetransport wird dabei nach Gleichung 2.2 berechnet. Darin ist α_{BBS} der Wärmeübergangskoeffizient des Blasensiedens im Behälter und für die Nusselt-Zahl ergibt sich:

$$Nu_{\rm SBS} = \frac{\alpha_{\rm BBS} b}{\lambda_{\rm F}} = C_f Re_{\rm BI}^{0.667} Pr_{\rm F}^{-0.7}.$$
(2.2)

Die Reynolds- und Prandtlzahl, Re_{BI} und Pr_{F} , sowie die Laplace-Konstante *b* sind folgendermaßen definiert:

$$Re_{BI} = \frac{\dot{q} b}{v_F \Delta h_V \rho_F} \quad (2.3) \qquad Pr_F = \frac{c_F v_F \rho_F}{\lambda_F} \quad (2.4) \qquad b = \sqrt{\frac{2 \sigma}{g(\rho_F - \rho_G)}} \quad (2.5)$$

mit \dot{q} als aufgeprägter Wärmestromdichte, der Verdampfungsenthalpie Δh_{V} , den Flüssigkeitsstoffgrößen Wärmeleitfähigkeit λ_{F} , Wärmekapazität c_{F} , Dichte ρ_{F} und Oberflächenspannung σ . v_{F} steht für die Strömungsgeschwindigkeit an der Verdampferoberfläche, C_{f} für deren Materialeigenschaften.

Die Wärmestromdichte \dot{q}_{KS} infolge der erzwungenen Konvektion kann nach Gleichung (2.6), siehe Mayinger [2], berechnet werden:

$$Nu_{\rm KS} = \frac{\alpha_{\rm KS} d_{\rm hyd}}{\lambda_{\rm F}} = 0.023 \cdot Re^{0.7} Pr^{0.33}$$
(2.6)

mit Re = $v_F \cdot d_{hyd} \cdot \rho_F / \eta_F$ (ρ = Dichte, η = dynamische Viskosität), Pr = $\eta \cdot c_F / \lambda_F$ und d_{hyd} als hydraulischem Durchmesser für unterschiedliche Rohrgeometrien.

Hat sich nach einer gewissen Rohrlänge ein großer Dampfgehalt ausgebildet, ist der nach Mayinger berücksichtigte Anteil der erzwungenen Konvektion an der Wärmeübertragung zu gering, da auf der Heizwandoberfläche nur noch ein sehr dünner Flüssigkeitsfilm vorhanden ist, der keine ausgeprägte Blasenbildung mehr zulässt, siehe auch Bild 2.1. Der Wärmetransport wird deshalb im Wesentlichen durch die Strömungsvorgänge in dieser Flüssigkeitsschicht bestimmt, an deren freien Oberfläche ein Großteil des Dampfes entsteht (*konvektives Sieden*).

Diesen Fall hat Chen [13] in seiner Korrelation für Strömungen in vertikalen Rohren mitberücksichtigt. Er addiert allerdings nicht einfach die beiden Wärmeströme, sondern geht davon aus, dass das treibende Temperaturgefälle für beide Transportmechanismen mit $\Delta T_{WF} = T_{Wand} - T_{Fluid}$ jeweils das Gleiche ist, und man die Wärmeströmelten für das Blasen- und konvektive Sieden durch ΔT_{WF} dividiert und so die Wärmeübergangskoeffizienten nach Gleichung 2.7 erhält,

$$\alpha_{\text{Ges}} = \alpha_{\text{SBS}} + \alpha_{\text{KS}}.$$
(2.7)

Um den konvektiven Beitrag zum Wärmeübergang zu berechnen, empfiehlt Chen eine einfache Abwandlung der Colburn-Beziehung, die nur auf den flüssigen Anteil in der Strömung zu beziehen ist,

$$\alpha_{\rm KS} = \frac{\lambda_{\rm F}}{d_{\rm hyd}} \quad 0.023 \quad \left(\frac{\dot{m} (1 - x) d_{\rm hyd}}{\eta_{\rm F}}\right)^{0.8} \left(\frac{\eta_{\rm F} c_{\rm F}}{\lambda_{\rm F}}\right)^{0.4} F \tag{2.8}$$

und einen zusätzlichen Korrekturfaktor *F* enthält, auch konvektiver zwei Phasen Multiplikator genannt, der die unterschiedlichen Strömungsverhältnisse in Gas/Flüssigkeits-Gemischen im Vergleich zu rein einphasigen Fluiden berücksichtigen soll. In Gleichung 2.8 ist η_F die dynamische Viskosität, c_F die Wärmekapazität und λ_F die Wärmeleitfähigkeit der Flüssigkeit, \dot{m} der Gesamtmassenstrom, *x* der Strömungsdampfgehalt und d_{hyd} der hydraulische Durchmesser der Rohrgeometrie.

Da das Temperaturfeld in der wandnahen Grenzschicht durch den Geschwindigkeitsverlauf in der Flüssigkeit geprägt ist, und dieser sich seinerseits nach den Schubspannungsverhältnissen und dem Dampfgehalt richtet, kann man beide Kennwerte durch den Martinelli-Parameter ausdrücken, Mayinger [2], Webb [7] und Martinelli [14], der in modifizierter Form nach Chen folgendermaßen lautet:

$$X_{tt} = \left(\frac{1-x}{x}\right)^{0,9} \cdot \left(\frac{\rho_{\rm D}}{\rho_{\rm L}}\right)^{0,5} \cdot \left(\frac{\mu_{\rm L}}{\mu_{\rm D}}\right)^{0,1}$$
(2.9)

mit der Dampf- und Flüssigdichte ρ_D und ρ_F , der kinematischen Viskosität des Dampfes μ_D und der Flüssigkeit μ_F , sowie des Strömungsdampfgehaltes *x*. Der Korrekturfaktor *F* wurde daher von Chen als reziproke Funktion des Martinelli-Parameters X_{tt} korreliert, mit

$$F = 1 + 1.8 \cdot X_{\rm tt}^{-0.79}. \tag{2.10}$$

Um den Korrekturfaktor *F* durch experimentelle Daten bestimmen zu können, wird von Chen die empirische Gleichung

$$F = \frac{\dot{q} - \dot{q}_{SBS}}{\dot{q}_{L}} = \frac{\alpha - S \cdot \alpha_{BBS}}{\alpha_{L}}$$
(2.11)

angegeben, mit \dot{q}_{L} für die Wärmestromdichte bzw. α_{L} für den Wärmeübergangskoeffizienten bei ausschließlich einphasiger Strömung. Der Faktor *S* in Gleichung 2.11 stellt wiederum einen Korrekturfaktor für den Blasensiedeanteil der Wärmeübertragung dar. Chen argumentierte, dass mit zunehmender Strömungsgeschwindigkeit im Rohr das Blasensieden immer stärker unterdrückt würde, und daher nicht der Wärmestrom bzw. Wärmeübergangskoeffizient des reinen Behältersiedens angewandt werden könnte, sondern ein mit einem Unterdrückungsfaktor *S* multiplizierter Wert gemäß der Beziehung $\alpha_{SBS} = S \cdot \alpha_{BBS}$. *S* dient hierbei zur Berücksichtigung der Temperaturverhältnisse in der Grenzschicht. Für die Berechnung des Wärmeübergangskoeffizienten des Behältersiedens α_{BBS} gibt Chen eine Korrelation von Foster und Zuber [15] an. Die Definition des *S*-Faktors von Chen lautet:

$$S = \frac{1}{1 + 2,53 \cdot 10^{-6} Re_{2Ph}^{1,17}}$$
(2.12)

der wiederum von der 2-Phasen-Reynolds-Zahl *Re*_{2Ph} für das Gas-Flüssigkeits-Gemisch abhängt,

$$Re_{2Ph} = \left(\frac{\dot{m}(1 - x)}{\eta_{F} d_{hyd}}\right) F^{1,25}$$
 bzw. $Re_{2Ph} = F^{1,25} \cdot Re_{FL}$. (2.13)

11

Über den Korrekturfaktor *F* ist somit der Mechanismus des Blasensiedens mit der erzwungenen Konvektion verbunden.

Der Chen-Ansatz in der oben beschriebenen Form wurde von einer Reihe von Autoren variiert (u.a. für andere Stoffe und Geometrien), wobei sich die Korrelationen dieser Arbeiten hauptsächlich durch unterschiedliche Berechnung der *F*- & *S*-Faktoren sowie die Anwendung aktuellerer Gleichungen zur Berechnung des Wärmeübergangskoeffizienten beim Behältersieden unterscheiden, siehe z.B. Collier [16], Chisholm [17], Ishihara et al. [18] oder Wadekar [19]. Auf diese Arbeiten soll an dieser Stelle aber nicht weiter eingegangen werden.

Zu 2: Eine Korrelation mit Verbesserungsfaktor wurde zuerst von Shah [20] für die Berechnung des Wärmeübergangs in vertikalen Rohren vorgeschlagen; sie lautet:

$$\alpha = E \cdot \alpha_{\rm I} \tag{2.14}$$

mit *E* als Verbesserungsfaktor, der eine Funktion der Siedezahl *Bo* und der Konvektionszahl *Co* ist. α_i stellt den Wärmeübergangskoeffizienten für die einphasige (flüssige) Strömung im Rohr ohne Dampfanteil dar. Die beiden Kennzahlen *Bo* und *Co* sind folgendermaßen definiert:

$$Bo = \frac{\dot{q}}{\lambda \dot{m}} \qquad (2.15) \qquad \text{und} \qquad Co = \left(\frac{1-x}{x}\right)^{0,8} \cdot \left(\frac{\rho_v}{\rho_1}\right)^{0,5}. \qquad (2.16)$$

Allerdings wird bei Shah zwischen zwei Verbesserungsfaktoren unterschieden, die jeweils unterschiedlich von *Bo* und *Co* abhängen: E_{KS} für rein konvektives Sieden und $E_{KS,SBS}$ für die Kombination aus konvektivem Sieden und Blasensieden. Diese Werte müssen zuerst bestimmt werden; mit dem jeweils größeren Faktor wird die Berechnung fortgesetzt. Auf den genauen Zusammenhang zwischen α und den beiden Kennzahlen soll hier nicht näher eingegangen werden, da die verwendeten Beziehungen zudem von den jeweiligen Werten für *Bo* und *Co* abhängen. Um im Fall einer horizontalen Strömung die partielle Benetzung der Rohrwand zu berücksichtigen wird zusätzlich zu *Bo* und *Co* noch die Froude Zahl benutzt.

Eine Variation des Modells mit Verbesserungsfaktor wurde von Kandlikar [21] vorgestellt, bei der wie schon bei Shah α/α_l eine Funktion der Kennzahlen *Bo*, *Co* und *Fr* ist. Um den unterschiedlichen Wärmeübergang bei verschiedenen Flüssigkeiten zu berücksichtigen, wurde zusätzlich der Parameter F_{fl} zur Korrektur des Blasensiedeanteils eingefügt, woraus sich folgende Gleichung ergibt:

$$\frac{\alpha}{\alpha_{\rm I}} = D_3 B o^{\rm D4} (25 F r_{\rm I})^{\rm D6} F_{\rm fI} + D_1 C o^{\rm D2} (25 F r_{\rm I})^{\rm D5} .$$
(2.17)

Die F_{fl} sowie die Konstanten D1 bis D6 wurden dabei durch eine empirische Regressionsanalyse mit Hilfe von 5246 experimentellen Datenpunkten ermittelt.

Weitere Arbeiten zu dem Modell mit Verbesserungsfaktor wurden u.a. von Hahne et al. [22], sowie Jensen und Hsu [23] veröffentlicht.

Zu 3: Das dritte und letzte Wärmeübertragungsmodell geht von einem asymptotischen Ansatz gemäß Gleichung 2.18 aus:

$$\dot{q}_{\text{Ges}}^{n} = \dot{q}_{\text{SBS}}^{n} + \dot{q}_{\text{KS}}^{n}$$
 (2.18)

Kutadeladze [24] hat als erster das asymptotische Modell zur Berechnung des Wärmeübergangs für unterkühltes Wasser in Glattrohren benutzt (mit n = 2). Der Wert des Exponenten wird bestimmt, indem mit einem willkürlich Anfangswert die Übereinstimmung mit den experimentellen Werten getestet und je nach Ergebnis n danach solange variiert wird, bis die beste Übereinstimmung mit den Messergebnissen erreicht wird.

Dieses Modell wurde von Steiner [8,9] weiterentwickelt, der jeweils die Wärmeübergangskoeffizienten für das konvektive Sieden und das Blasensieden neu definierte. Für das konvektive Strömungssieden reiner Stoffe im Sättigungszustand in einem senkrechten Rohr gilt nach Steiner für den Wärmeübergangskoeffizient $\alpha(z)_{KS}$ im Abstand z vom Begin des Rohrs die Gleichung

$$\frac{\alpha(z)_{\rm KS}}{\alpha_{\rm LO}} = \left\{ (1-x)^{0.01} \left[(1-x)^{0.01} + 1.9x^{0.6} \left(\frac{\rho'}{\rho''}\right)^{0.35} \right]^{-2.2} + x^{0.01} \left[\frac{\alpha_{\rm GO}}{\alpha_{\rm LO}} (1+8(1-x)^{0.7} \left(\frac{\rho'}{\rho''}\right)^{0.67} \right]^{-2} \right\}^{-0.5}$$
(2.19)

mit der Flüssigkeitsdichte ρ' und der Dampfdichte ρ'' . Die einphasigen Wärmeübergangskoeffizienten α_{LO} und α_{GO} sind dabei jeweils lokal (für die Position z in Strömungsrichtung) nach Gnielinski [25] mit der Annahme zu berechnen, dass bei der Massenstromdichte \dot{m} jeweils nur Flüssigkeit (α_{LO}) bzw. nur Dampf (α_{GO}) vorliegen würde. Welche der vorhandenen Gleichungen dafür benutzt wird, hängt von der jeweiligen Geometrie (z.B. Rohr, Ringspalt oder Schlitz) ab. Dementsprechend müssen auch die Reynoldszahlen für beide Wärmeübergangskoeffizienten gemäß

$$Re_{LO} = \frac{\dot{m} d_{hyd}}{\eta_L}$$
 und $Re_{GO} = \frac{\dot{m} d_{hyd}}{\eta_G}$ (2.20)

berechnet werden, wobei der hydraulische Innendurchmesser d_{hyd} nach Collier [26] und Bennett [27] durch $d_{hyd} = 4A / U$ (A = Querschnittsfläche, U = Umfang) hier für konzentrische Ringspalte und rechteckige Rohre definiert ist.

Die Berechnung des Wärmeübergangskoeffizienten α_{SBS} in senkrechten Rohren wird nach Steiner folgendermaßen durchgeführt:

$$\frac{\alpha(z)_{\text{SBS}}}{\alpha_0} = C_F\left(\frac{\dot{q}}{\dot{q}_0}\right)^n F(p^*) F(d) F(W) F(\dot{m}, x). \qquad (2.21)$$

Darin werden die Flüssigkeitseigenschaften durch C_F , die Rohrabmessungen durch F(d) und die Strömungseinflüsse durch $F(\dot{m}, x)$ gekennzeichnet. F(W) steht für die beim Behältersieden wichtigen Eigenschaften der Heizwandoberfläche (R_a , R_{ao}), siehe [28]. Den Einfluss des Siededrucks enthält $F(p^*)$, während die Abhängigkeit von der Wärmestromdichte durch den Potenzansatz \dot{q}^n beschrieben wird. Der Normierungswert α_0 wurde aus dem Behältersieden von Gorenflo [28] übernommen.

Unter Berücksichtigung der oben genannten Einflüsse kann der Wärmeübergangskoeffizient für das Blasensieden α_{SBS} im senkrechten Rohr bei *aufwärts strömendem* Fluid an der Stelle z dann nach folgender Gleichung ermittelt werden,

$$\frac{\alpha(z)_{\text{SBS}}}{\alpha_0} = C_F \left(\frac{\dot{q}}{\dot{q}_0}\right)^{n(p^*)} \left[2,816p^{*0,45} + \left(3,4 + \frac{1,7}{1-p^{*7}}\right)p^{*3,7} \right] \cdot \left(\frac{d_0}{d}\right)^{0,4} \left(\frac{R_a}{R_{ao}}\right)^{0,133}$$
(2.22)

mit p^* als normiertem Druck ($p/p_{Kritisch}$) und dem Index 0 für die Normierungswerte.

Nach Pujol [29] sollte bei *Abwärtsströmung* im senkrechten Rohr der nach Gleichung 2.22 berechnete Wert mit dem Faktor 0.75 multipliziert werden, um realistische Werte für α_{SBS} zu erhalten.

Nach der Bestimmung der beiden Wärmeübergangskoeffizienten Blasensieden und konvektives Sieden wird α_{Gesamt} folgendermaßen berechnet:

$$\alpha(z)_{Ges} = \sqrt[3]{\alpha(z)_{KS}^{3} + \alpha(z)_{SBS}^{3}}. \qquad (2.23)$$

Des Weiteren wird bei Steiner auch das Strömungssieden von Gemischen behandelt. Wie bei Reinstoffen wird auch bei Gemischen zwischen den beiden Wärmeübertragungsmechanismen "konvektives Sieden" und "Strömungsblasensieden" unterschieden. Der Wärmeübergangskoeffizient im konvektiven Bereich soll nach Gleichung 2.19 mit den Stoffwerten des Gemisches berechnet werden, sofern es sich dabei um ein Stoffsystem ohne Mischungslücke handelt. Die Stoffwerte sind laut Steiner mit Hilfe des Abschnitts Da des VDI-Wärmeatlas [30] zu bestimmen. Handelt es sich beispielsweise um ein Kältemittel-Öl-Gemisch, sind die Stoffwerte des Kältemittels im Sättigungszustand bei dem im System herrschenden Druck einzusetzen und die Stoffwerte des Öls bei der Siedetemperatur des Kältemittels.

Der Wärmeübergangskoeffizient für das Strömungsblasensieden vollständig verdampfender Gemische ohne Mischungslücke wird nach Steiner [8] folgendermaßen berechnet,

$$\frac{1}{\alpha_{id,SBS}} = \sum_{j=1}^{K} \frac{\widetilde{\mathbf{x}}_j}{\alpha_{SBS,j}}$$
(2.24)

wobei die Reinstoffe bei gegebenem Druck *p* nach steigender Siedetemperatur geordnet werden müssen, mit j=1 als am niedrigsten siedende und j=K als am schwersten siedende Komponente. \tilde{x}_j stellt den jeweiligen Anteil an der Gesamtmasse und $\alpha_{B,j}$ den örtlich zu berechnenden Wärmeübergangskoeffizienten der reinen Stoffe nach Gleichung 2.22 dar. Zur Überprüfung der Gleichung wurden von Steiner neben eigenen auch experimentelle Daten von Schlünder [31] und Thome [32] verwendet. Hierbei wird jedoch davon ausgegangen, dass alle Komponenten des Gemisches an der Verdampfung beteiligt sind. Der Fall, dass eine der Komponenten des Gemisches nicht flüchtig ist, wie z.B. bei dem in dieser Arbeit verwendeten Versuchsstoffgemisch aus Silikonöl und einem Lösungsmittel, wurde nicht berücksichtigt.

Für ein Gemisch aus Kohlenwasserstoffen oder anorganischen Verbindungen mit Kohlenwasserstoffen schlägt Steiner Gleichung 2.25 vor, bei der nach dem Modell von Schlünder [31] *B*₀ den Anteil der zur Blasenverdampfung benötigten Heizleistung bezogen auf die gesamte Heizleistung, und β_{L} den flüssigkeitsseitigen Stoffübergangskoeffizienten darstellt:

$$\frac{B_0}{\beta_L} \cdot \frac{\alpha_{id,B}}{c_{pL}\rho_L} = 40.6 \left(\frac{\dot{q}}{\dot{q}_0}\right)^{1.19} \left(\frac{\dot{m}}{\dot{m}_0}\right)^{-0.77} x^{-0.15}.$$
(2.25)

Als Normierungswerte sind \dot{q}_0 = 20000 W/m² und \dot{m}_0 = 100 kg/m²s einzusetzen.

Eine weitere Korrelation nach dem asymptotischen Ansatz wurde von Winterton und Liu [33] vorgeschlagen:

$$\alpha_{\text{Ges}} = \left[\left(S \cdot \alpha_{\text{BBS}} \right)^2 + \left(F \cdot \alpha_{\text{KS}} \right)^2 \right]^{1/2}$$
(2.26)

mit *F* als Verbesserungsfaktor für die erzwungene Konvektion und S als Unterdrückungsfaktor für den Blasensiedeanteil der Wärmeübertragung. Diese Methode hat laut Winterton und Liu gegenüber dem rein additiven Superpositionsansatz den Vorteil, dass der Anteil des Blasensiedens an der gesamten Wärmeübertragung stärker unterdrückt wird, wenn $F \cdot \alpha_{KS}$ größer als $S \cdot \alpha_{BBS}$ wird. α_{KS} in Gleichung 2.26 wird nach der von Dittus-Boelter [34] angegebenen Gleichung 2.27 berechnet, bei der der gesamte Massenstrom als flüssig angesehen wird:

$$\alpha_{\rm KS} = 0,023 \cdot (\lambda_{\rm I}/d) \cdot Re_{\rm I}^{0,8} Pr_{\rm I}^{0,4} .$$
(2.27)

Der Wärmeübergangskoeffizient beim Blasensieden wird nach Winterton/Liu mit der Gleichung von Cooper [35] bestimmt:

$$\alpha_{\rm BBS} = 55p^{*0,12} \dot{q}^{2/3} (-\log_{10}p^*)^{-0.55} M^{-0.5} .$$
(2.28)

Die von Winterton und Liu verwendeten Faktoren *F* und *S* wurden mit Hilfe von neun Fluiden und insgesamt 4202 Datenpunkten aus 30 verschiedenen Veröffentlichungen zum experimentellen Strömungssieden empirisch bestimmt, bei denen das Fluid jeweils im Sättigungszustand vorlag:

$$F = \left[1 + x Pr_{1} \left(\frac{\rho_{1}}{\rho_{v}}\right) - 1\right]^{0.35} (2.29) \quad \text{und} \quad S = \frac{1}{1 + 0.55 F^{0.1} \cdot Re_{1}^{0.16}} \quad (2.30)$$

Ist die Wärmestromdichte bekannt, kann Gleichungen 2.28 direkt zur Berechnung des Wärmeübergangskoeffizienten benutzt werden. Des Weiteren lässt sich hiermit auch die Temperaturdifferenz $\Delta T_{WF} = T_{Wand} - T_{Fluid}$ bestimmen.

Ist jedoch die Heizwandtemperatur statt der Wärmestromdichte bekannt, kann Gleichung 2.26 mit ΔT^2 multipliziert sowie Gleichung 2.28 in 2.26 eingesetzt werden,

$$\dot{q}^{2} = (F \alpha_{\text{KS}} \Delta T_{\text{WF}})^{2} + (A_{\text{p}} S \Delta T_{\text{WF}})^{2} \dot{q}^{4/3}$$
 (2.31)

mit

$$A_{\rm p} = 55p^{*0.12} \ (-\log_{10}p^*)^{-0.55} M^{-0.5} \,. \tag{2.32}$$

Mit der Definition von

$$\dot{q}_{\rm KS} = F \alpha_{\rm KS} \Delta T_{\rm WF}$$
 (2.33) und $\dot{q}_{\rm x}^3 = \left[\frac{\dot{q}}{F \alpha_{\rm KS} \Delta T_{\rm WS}}\right]^2 = \left[\frac{\dot{q}}{\dot{q}_{\rm KS}}\right]^2$ (2.34)

sowie

$$C = (A_{p} \cdot S/F \cdot \alpha_{KS})^{2} \dot{q}_{KS}^{4/3}$$
(2.35)

kann Gleichung 2.31 in eine standardisierte kubische Gleichung umgeformt werden, die für q_x direkt gelöst werden kann:

$$\dot{q}_{x}^{3} - C\dot{q}_{x}^{2} - 1 = 0.$$
 (2.36)

Der gesamte Wärmeübergangskoeffizient α_{Ges} lässt sich abschließend mit Gleichung 2.37 bestimmen:

$$\alpha_{\rm Ges} = F \cdot \alpha_{\rm KS} \cdot \dot{q}_{\rm X}^{4/3} \,. \tag{2.37}$$

Diese Beziehungen gelten für den Fall, dass gesättigtes Strömungssieden vorliegt. Der Zustand des unterkühlten Siedens wurde ebenfalls von Winterton/Liu untersucht, indem die oben beschriebenen Gleichungen an 991 Datenpunkte aus Experimenten mit ausschließlich unterkühltem Fluid angepasst wurden. Hierauf soll an dieser Stelle jedoch nicht weiter eingegangen werden.

2.2 Wärmeübergangskorrelationen für hochviskose Fluide

Im Unterschied zu niedrig viskosen Medien existieren nur wenige wissenschaftliche Untersuchungen zu Siedevorgängen hochviskoser Medien. Im Rahmen der für diese Arbeit durchgeführten Literaturrecherche zur Thematik des Wärmeübergangs beim Strömungssieden hochviskoser Fluide konnte als erste veröffentlichte wissenschaftliche Untersuchung die Dissertation von Ritter [4] gefunden werden. In der 1969 veröffentlichten Dissertation wurde ein Polymer-Lösungsmittel-Gemisch – Polystyrol mit Ethylbenzol – untersucht, um ein besseres Verständnis des industriellen Entgasens von Polymerschmelzen in der Kunststoffproduktion zu erhalten. Die eigens hierfür gebaute Versuchsanlage orientierte sich dabei an den großindustriellen Prozessen, im Unterschied zur Großtechnik jedoch mit einer wesentlich höheren Variabilität in den verfahrenstechnischen Grenzen. Mit den so gewonnen experimentellen Daten wurde neben einer neuen Beziehung für den Wärmeübergang im Verdampferrohr auch eine Funktion für die Trennwirkung des Prozesses aufgestellt⁴.

Bei der von Ritter verwendeten Versuchsanlage handelte es sich um ein von außen mit Wärmeträgeröl beheiztes Versuchsrohr mit einer Länge von 1,88 m und einem Innendurchmesser von 16 mm, welches in sechs Segmente unterteilt wurde. Jedes Segment wurde separat beheizt, um den jeweils zugeführten Wärmestrom bestimmen zu können. Zusätzlich wurde zwischen den Segmenten jeweils ein Schauglas zur Strömungsbeobachtung eingebaut.

Die Versuche wurden mit drei unterschiedlichen Lösungsmittelkonzentrationen – 30%, 37% und 45% Ethylbenzol – sowie mit verschiedenen Durchsätzen, Gemischeintrittstemperaturen und Vorlauftemperaturen der Heizflüssigkeit (Temperatur des Wärmeträgeröls) durchgeführt.

Die von Ritter beobachteten Wärmeübergangsmechanismen im abwärts durchströmten Rohr sind dabei ähnlich wie bei der oben beschriebenen Aufwärtsströmung eines niedrigviskosen Fluids. Am Anfang des Rohres ist eine einphasige Strömung zu beobachten, in der Wärme in erzwungener Konvektion übertragen wird. Der darauf folgende Bereich ist durch unterkühltes Strömungsblasensieden gekennzeichnet, in welchem die an der Rohrwand entstehenden Blasen in der noch unterkühlten Flüssigkeit im Inneren des Rohres wieder kondensieren.

⁴ Hierbei handelt es sich um eine Art Wirkungsgrad, der die Ausdampfrate des Lösungsmittels aus dem Polymer in Abhängigkeit von den eingestellten Versuchsbedingungen bewertet.

Im Unterschied zu den zum damaligen Zeitpunkt schon vorhandenen Erkenntnissen zum Strömungssieden niedrigviskoser Fluide konnte Ritter in seinen Experimenten einen deutlich längeren Bereich mit unterkühlter Kernströmung feststellen. Des Weiteren wurde von Ritter beobachtet, dass nachdem die an der Heizfläche erzeugten Dampfblasen in die unterkühlte Rohrmitte gewandert waren, die Blasen in diesem Rohrbereich relativ lange bestehen konnten, ein Verhalten, wie es in dieser Form bei niedrigviskosen Fluiden nicht vorkommt. Dieser Umstand wird mit einer die Dampfblasen umgebenden Hüllschicht aus heißer Lösung ($T_{Hüllschicht} = T_{Wand}$) erklärt, die beim Ablösen der Blase von der Heizwand mit in die Kernströmung wandert und ihre Überhitzung nur relativ langsam an die Umgebung abgibt. Im weiteren Verlauf kondensieren diese Dampfblasen und bilden in der Restlösung eingebettete Lösungsmitteltröpfchen (siehe [4]).

Für eine Reihe der Experimente trat der Zustand ein, dass die insgesamt zugeführte Wärme nicht zur kompletten Verdampfung der in die Strömung eingelagerten Tröpfchen zum Rohrende hin ausreichte. Daher fand am Ende der Strecke aufgrund des im Abscheidebehälter herrschenden Vakuums eine Entspannungsverdampfung statt, die teilweise zu einer Abkühlung der Schmelze führte.

Obwohl der übertragene Wärmestrom und die Wandtemperatur gemessen wurden, war es laut Ritter nicht möglich, den Wärmeübergangskoeffizienten zu bestimmen, da hierfür die Kenntnis des radialen Temperaturprofils in der Strömung nötig ist. Dies war aufgrund der oben geschilderten Verhältnisse nicht möglich, da hierfür eine sehr große Anzahl von Temperatursensoren nötig gewesen wäre.

Um eine Wärmeübergangsbeziehung aufstellen zu können, wurde daher das komplette Wärmeübertragungssystem als Vorgang *ohne* Phasenänderung betrachtet. Die Verdampfungsenthalpie des Lösungsmittels wird dementsprechend einer scheinbaren spezifischen Wärmekapazität zugerechnet. Ritter ist hierbei von einer mittleren Wärmekapazität c_{mittel} über die Rohrlänge ausgegangen, die nach Gleichung 2.38 definiert ist⁵,

$$c_{\text{mittel}} = \frac{h_{\text{Austritt}} - h_{\text{Eintritt}}}{T_{\text{Austritt}} - T_{\text{Eintritt}}}$$
(2.38)

mit den jeweiligen Werten der Enthalpie und Temperatur für die Flüssigkeit am Rohrein- bzw. Austritt.

⁵ In der Realität ist die Wärmekapazität des Stoffsystems eine sich entlang der Versuchsstrecke kontinuierlich verändernde Größe.

Für ein Rohr des Durchmessers *d* mit konstantem Wert c_{mittel} über die gesamte Länge / gilt nach Schmidt [36] für die Stantonzahl St bei konstanter Wandtemperatur,

$$St \frac{4l}{d} = \frac{Nu}{Re Pr} \cdot \frac{4l}{d} = \frac{T_{\rm l} - T_{\rm Ein}}{\vartheta_{\rm m}(z)}$$
(2.39)

mit den dimensionslosen Kennzahlen Nusselt, Reynolds und Prandtl, der Eintrittstemperatur T_{Ein} des Fluids sowie an der Stelle z mit T_{I} , und der mittleren logarithmischen Temperaturdifferenz zwischen Fluid und Heizwand $\mathcal{G}_{m}(I)$.

Ritter definiert \dot{Q}_{max} als maximal übertragbaren Wärmestrom für den Fall, dass der gesamte Massenstrom auf die nominelle Wandtemperatur erwärmt und das Lösungsmittel komplett verdampft wird, sowie \dot{Q}_{A} als effektiv übertragenen Wärmestrom. Gleichung 2.39 lässt sich demnach folgendermaßen schreiben:

St
$$\frac{4l}{d}$$
 ln $\left(\frac{\dot{Q}_{max}}{\dot{Q}_{max}} - \dot{Q}_{A}\right) = \ln \left(1 + \frac{\dot{Q}_{A}}{\dot{Q}_{max}} - \dot{Q}_{A}\right) = \frac{\alpha \cdot d \cdot \pi \cdot l}{\dot{m} \cdot c_{mittel}}$. (2.40)

Nach Ritter folgt die Wärmeübertragung über die gesamte Rohrlänge einer einheitlichen Gesetzmäßigkeit, die in allgemeiner Form lautet:

$$St \frac{4l}{d} = C'Re_{w}^{-m'} \cdot Pr_{w}^{-n'} \cdot (\eta_{Re}/\eta_{w})^{p'} \cdot (l/d)^{s'}$$
(2.41)

bzw. nach Umformung mit Gleichung 2.39

$$Nu = C Re_w^m \cdot Pr_w^n \cdot (\eta_{Re}/\eta_w)^p \cdot (d/l)^s$$
(2.42)

mit den empirischen Parametern m, m', n, n', p, p', s und s'.

Betrachtet man die Gleichungen 2.41 und 2.42 im Detail, ist in diesen keine direkte Abhängigkeit des Wärmeübergangskoeffizienten vom treibenden Temperaturgefälle zu finden. Ritter schließt hieraus, dass trotz ausgeprägter Dampfblasenbildung die Gesetzmäßigkeiten des Strömungsblasensiedens für das untersuchte hochviskose Stoffsystem nicht gelten, sondern die des Wärmeübergangs bei konvektivem Sieden und der einphasigen erzwungenen Konvektion am Rohranfang.

Zusammenfassend beschreibt Ritter, dass der von ihm untersuchte Trennprozess mit der laminaren Aufheizung in einem Rohr ohne Phasenänderung – siehe auch Sieder und Tate [37] – verglichen werden kann, wobei trotz der Dampfblasen der Wärmeübergang linear vom treibenden Temperaturgefälle ΔT Heizwand und Flüssigkeit bestehen bleibt – analog dem turbulenten Oberflächensieden nach Dengler [38].

Eine Arbeit, die sich ebenfalls mit der Entgasung eines Polymers beschäftigte, wurde von Maffettone. [5] veröffentlicht, bei der allerdings nicht ein Kreisrohr zur Wärmeübertragung benutzt wurde, sondern eine ebenfalls von außen beheizte Schlitzgeometrie mit Rechteckquerschnitt. Mit Hilfe von Experimenten wurde ein Modell mit nur einem veränderbaren Parameter entwickelt, um das Temperaturprofil entlang des Schlitzes, den gesamten Druckabfall und den Restgehalt an Lösungsmittel vorherzusagen. Grundlage waren dabei Experimente, bei denen die spezifischen Durchsätze zwischen 1,39 kg/(m²·s) und 13,9 kg/(m²·s), die Heizwandtemperatur zwischen 200°C und 300°C, die Eintrittstemperatur des Gemisches zwischen 100°C und 180°C sowie der Druck im Entspannungsraum am Ende der Versuchsstrecke (Abscheider) zwischen 1,33 kPa und 17,3 kPa variiert wurden.

In der Modellbildung wird bei Maffettone zwischen zwei möglichen Strömungsformen des Polymer/Lösungsmittel-Gemisches im Schlitz unterschieden, was zu verschiedenen Ansätzen für die Wärmeübertragung führt. Im ersten Fall wird von einer symmetrischen Strömung ausgegangen, in der sich der Lösungsmitteldampf in der Mitte des Schlitzes befindet und jeweils beide Wände von dem Polymer benetzt werden. Bei der zweiten Form ist die Strömung von Dampf und Polymer asymmetrisch und der Lösungsmitteldampf wird an einer Wand gebildet, während die gegenüberliegende Wand ausschließlich von Polymer benetzt ist. Dies hat zur Folge, dass sich auf der Seite des Schlitzes ohne Dampfbildung eine Überhitzung im Gemisch aufbaut, welche die Blasenbildung in diesem Bereich im Vergleich zu der Seite mit kontinuierlicher Dampfphase begünstigt. Nach Maffettone kann dies bedeuten, dass die Dampfphase im Rohrverlauf zyklisch von einer Seite des Schlitzes auf die andere wechselt. Da zyklisches Verhalten während der Experimente tatsächlich beobachtet wurde, wird diese Strömungsform als die wahrscheinlichere angesehen. Für beide Fälle wird davon ausgegangen, dass nur radiale Wärmeleitung vorliegt und kein konvektiver Wärmetransport in Strömungsrichtung stattfindet. Mit der Annahme, dass die Wärmeleitfähigkeit λ_{Pol} des Polymers über die Schlitzlänge konstant bleibt, ist der von zwei beheizten Wänden übertragbare Wärmestrom für den symmetrischen Strömungszustand folgendermaßen definiert:

$$\dot{q} = \frac{2\lambda_{\text{Pol}}Nu_{\text{Pol}}(T_{\text{W}} - T)}{D_{\text{SL}}}$$
(2.43)

mit *T* als Mitteltemperatur des Polymers, der Heizwandtemperatur *T*_W und der lokalen Nusselt Zahl $Nu_{Pol} = \alpha \cdot D_{SL} / \lambda_{Pol}$ mit dem lokalen Wärmeübergangskoeffizienten α (D_{SL} = Schlitzhöhe). Für den Fall, dass eine asymmetrische Strömung vorliegt, ist Gleichung 2.44 zu verwenden, in der *T*_R die Randschichttemperatur Gas/Polymer darstellt, SD_{Gas} die Schichtdicke der Dampfschicht und λ_{Gas} die Wärmeleitfähigkeit des Dampfes. Der Wärmestrom \dot{q}_{G} durch die Gasphase ist somit:

$$\dot{q}_{\rm G} = \frac{\lambda_{\rm Gas}(T_{\rm W} - T_{\rm R})}{\rm SD_{\rm Gas}}.$$
(2.44)

Da die Temperatur der Randschicht vorher nicht bekannt ist, kann $\dot{q}_{\rm G}$ auch durch

$$\dot{q}_{\rm G} = \frac{\lambda_{\rm Pol} \cdot Nu_{\rm Pol/Gas}(T_{\rm W} - T)}{D_{\rm SL}}$$
(2.45)

bestimmt werden (\dot{q}_{G} stellt ebenfalls den Wärmestrom in die Polymerphase an der Randschicht dar). Durch die Kombination von Gleichung 2.44 und 2.45 kann nun die Randschichttemperatur *T*_I herausgekürzt werden und es ergibt sich daraus für \dot{q} :

$$\dot{q} = \frac{\lambda_{\text{Pol}}}{D_{\text{SL}}} \left(N u_{\text{Pol}} + \frac{1}{1/N u_{\text{Pol/Gas}} + \text{SD}_{\text{Gas}}/\text{K}} \right) (T_{\text{W}} - T).$$
(2.46)

 $Nu_{Pol/Gas}$ ist hierbei die Nusselt-Zahl der Polymerphase direkt an der Gas/Polymer Grenzschicht. Die beiden Nusselt-Zahlen in Gleichung 2.46 werden von Maffettone mit einem Wert von 10 für Nu_{Pol} und 3,8 für $Nu_{Pol/Gas}$ angegeben.

Betrachtet man die Energiebilanz des Systems, sind vier Terme zu berücksichtigen: zwei Arten des Wärmeeintrags – beheizte Schlitzwände und Dissipation – und zwei Wärmesenken. Der Energieeintrag geschieht hauptsächlich über die Wärmezufuhr der Schlitzwände, wohingegen die Reibungswärme nur einen sehr kleinen Beitrag liefert [5]. Die Wärmesenken stellen einerseits die Temperaturerhöhung des Gemisches und andererseits die lokale Verdampfung von Lösungsmittel dar. Vernachlässigt man den Energieeintrag durch die Reibungswärme, lässt sich die Energiebilanz für den symmetrischen Fall nach Maffettone [5] folgendermaßen formulieren,

$$\alpha(T_{\rm W} - T) = (c_{\rm pP}\dot{m}_{\rm Pol} + c_{\rm pG}\dot{m}_{\rm Gas})\frac{dT}{dZ} - h_{\rm FG}\frac{d\dot{m}_{\rm Pol}}{dz}$$
(2.47)

mit \dot{m}_{Pol} als Massenstrom des Polymers und \dot{m}_{Gas} als Massenstrom des Gases im Schlitz in kg/s, sowie den Wärmekapazitäten des Polymers c_{pP} und des Dampfes c_{pG} . Mit Hilfe des Ansatzes für die symmetrisch ausgeprägte Strömung und der Einführung verschiedener dimensionsloser Kennzahlen, wurde der axiale Temperaturverlauf im Schlitz für einige der Versuche nachgerechnet [5]. Die Ergebnisse zeigten jedoch z.T. starke Abweichungen (± 20 K) von den gemessenen Werten, was laut Maffettone et. al. einerseits auf die Genauigkeit der Messergebnisse, und andererseits auch auf ein noch unvollständiges Wärmeübergangsmodell zurückzuführen ist. Parallel zu dem symmetrischen Ansatz wurden zusätzlich Berechnungen mit einem asymmetrischen Modell durchgeführt, die zu ähnlichen Ergebnissen führten⁶.

In der Arbeit von Junhong [6] wurde ebenfalls das Strömungssieden eines hochviskosen Gemisches in einem vertikalen Rohr untersucht. Bei dem verwendeten Stoffsystem handelte es sich um ein Gemisch aus Natriumcarboxylmethyl-Cellulose und Wasser, bei dem nur das Wasser an der Verdampfung beteiligt ist, vergleichbar also zu den Vorgängen bei Polymer/Lösungsmittel-Systemen. Die Viskosität des Systems wurde durch die Zugabe unterschiedlicher Mengen von Wasser jeweils auf das gewünschte Maß eingestellt. Mit Hilfe einer Speisepumpe wurde der Versuchsstoff zuerst durch einen Vorwärmer zur Thermostatisierung gepumpt, um danach die eigentliche Versuchsstrecke zu passieren. Diese bestand aus einem Edelstahlrohr, welches direkt von einer am Rohr angelegten elektrischen Spannung beheizt wurde. Neben der Verwendung unterschiedlicher Versuchsrohre – 5,34 und 10,60 mm Rohrdurchmesser – wurde bei den Experimenten die Gemischviskosität zwischen 0,71 und 26,6 Pas, die elektrisch aufgeprägte Wärmestromdichte zwischen 1,4 und 14,4 kW/m² und der Massenstrom zwischen 4,58 und 53,4 kg/(m²s) variiert.

Im Vergleich zum Strömungssieden niedrigviskoser Fluide, bei dem Massenströme bis zu 20000 kg/(m²s) vorkommen, wurden hier Experimente mit vergleichsweise

⁶ Um die Genauigkeit der Berechnung zu verbessern, sollte der Wärmeübergang in Zukunft laut Maffettone nicht mehr eindimensional betrachtet werden, sondern in Form eines zweidimensionalen Modells, bei dem zusätzlich das Impulsgleichgewicht der Strömung im Schlitz mit integriert wird. Zudem waren verbesserte Ansätze für den Stofftransport und das Impulsgleichgewicht geplant, welche die Schaumstruktur der 2-Phasenströmung berücksichtigen sollten, da im bisherigen Modell in diesem Zusammenhang von einem einphasigen Fluid ausgegangen wurde. Bisher wurden von Maffetone allerdings noch keine weitergehenden Arbeiten zu diesem Thema veröffentlicht.

kleinen Massenströmen durchgeführt, da laut Junhong die hohe Viskosität nur sehr kleine Wärmeübertragungskoeffizienten zulässt, und demzufolge die Temperaturzunahme bei höheren Durchsätzen nur sehr gering wäre.

Aus diesem Grund wird die Gemischviskosität von Junhong als sehr wichtiger Parameter angesehen, der in einem Wärmeübertragungsmodell berücksichtigt werden sollte. Ebenfalls in das Modell zu integrieren sei die Reynoldszahl *Re*_L der flüssigen Phase – mit sehr kleinen Werten zwischen 0,083 und 3,33 – die den Strömungszustand des Fluids im Rohr kennzeichnet und somit laut Junhong einen direkten Einfluss auf das Strömungssieden besitzt.

Aufgrund ihrer experimentellen Untersuchungen gehen Junhong davon aus, dass der Wärmeübertragungskoeffizient α hauptsächlich von der Wärmestromdichte abhängt. Im Gegensatz dazu wird dem Durchsatz kein entscheidender Einfluss auf den Wärmeübergangskoeffizienten eingeräumt. Aus diesen Beobachtungen schlussfolgern sie, dass der ausschlaggebende Wärmeübergangsmechanismus in diesem Prozess das Strömungsblasensieden darstellt bzw. der Übergangsbereich zwischen konvektivem Sieden und Strömungsblasensieden, da ihrer Meinung nach die hohe Viskosität des Mediums die Entstehung von konvektivem Sieden unterdrückt.

Auf der Basis dieser Annahmen geht Junhong bei der Berechnung des Wärmeübergangskoeffizienten analog dem Ansatz von Winterton und Liu [33] – siehe auch Gleichung 2.26 – gemäß Gleichung 2.48 vor,

$$\alpha_{\rm Ges}^{2} = (F\alpha_{\rm KS})^{2} + (S\alpha_{\rm BBS})^{2}$$
 (2.48)

mit

$$F = (1 + 26.4 \cdot [\log(6200 \eta_{L})]^{-2.1} \cdot (\rho_{L}/\rho_{G} - 1)^{0.35}$$
(2.49)

und

$$S = (1 + 0.19F^{0.49}Re_{L}^{0.52})^{-1}$$
(2.50)

bei dem die beiden Wärmeübergangskoeffizienten für das konvektive Sieden und das Blasensieden jeweils mit einem Verstärkungs- bzw. Unterdrückungsfaktor multipliziert und dann addiert werden. Da jedoch bei dem von Junhong verwendeten hochviskosen Gemisch andere Stoffeigenschaften im Vergleich zu niedrigviskosen Fluiden vorliegen, wurde dieses Modell über die *F*- und *S* - Faktoren sowie eine modifizierte Berechnung von α_{BBS} an die neuen Verhältnisse angepasst. Der Wärmeübergangskoeffizient α_{KS} wird analog der Dittus-Boelter Beziehung [34] bestimmt, bei der der gesamte Massenstrom als Flüssigkeit im Rohr angenommen wird. Zur Berechnung des Wärmeübergangskoeffizienten α_{BBS} wird Gleichung 2.51 benutzt, mit p^* als normiertem Druck und dem mittleren Molekulargewicht *M* des Gemisches:

$$\alpha_{\rm BBS} = 34 \cdot \left[\log(6200 \,\eta_{\rm L}) \right]^{-0.24} p^{\star 0.12} \, \dot{q}^{2/3} (-\log p_{\rm R})^{-0.55} \cdot M^{-0.5}$$
(2.51)

Beim Vergleich der mit dieser Korrelation berechneten Werte mit den experimentellen Daten geben Junhong eine durchschnittliche Abweichung von 9,1% an. Aus diesem Ergebnis folgern sie, dass die Berücksichtigung der Gemischviskosität für eine zuverlässige Korrelation zur Berechnung des Wärmeübergangs bei einem hochviskosen Fluid von besonderer Wichtigkeit sei. Den im Vergleich zu einem niedrigviskosen Fluid deutlich schlechteren Wärmeübergangskoeffizienten begründen Junhong damit, dass nur eine relativ kleine Fläche zur Wärmeübertragung zur Verfügung steht, da große Teile der Rohroberfläche von der nichtflüchtigen Komponente bedeckt werden. Inwiefern die Ergebnisse von Junhong auf Polymere in der Kunststoffindustrie und die dort verwendeten organischen Lösungsmittel übertragen werden können, ist bis heute nicht untersucht worden.

Im Hinblick darauf, dass die Gemischviskosität einen starken Einfluss auf den Wärmeübergang hat, sind keine unterschiedlichen Auffassungen bei den hier zitierten Autoren zu finden. Ein deutlicher Unterschied besteht jedoch zwischen Ritter und Junhong hinsichtlich der Bedeutung der verschiedenen Wärmeübertragungsmechanismen. Ritter geht aufgrund seiner Experimente davon aus, dass der Wärmeübergangskoeffizient keine direkte Abhängigkeit vom treibenden Temperaturgefälle besitzt. Seiner Meinung nach gelten trotz ausgeprägter Dampfblasenbildung die Gesetzmäßigkeiten des Strömungsblasensiedens niedrigviskoser Fluide nicht für hochviskose Stoffsysteme, weshalb dieser Wärmeübertragungsmechanismus in der Berechnung der Gesamtbilanz des Wärmeübergangs nur eine untergeordnete bis gar keine Rolle spielt. Der nach Ritter hauptsächlich für die Wärmeübertragung verantwortliche Mechanismus, das konvektive Sieden, ist im Gegensatz dazu bei Junhong von deutlich geringerer Bedeutung. Aufgrund ihrer Ergebnisse gehen sie davon aus, dass der Hauptteil der Wärmeübertragung durch Strömungsblasensieden stattfindet, und dass die Entwicklung konvektiven Siedens im Rohr aufgrund der hohen Viskosität des Fluids unterdrückt wird.

25

Abschließend lässt sich zusammenfassen, dass bis heute kein verlässliches Modell existiert, mit dem sich der Wärmeübergang beim Strömungssieden eines hochviskosen Gemisches quantitativ berechnen ließe. Des Weiteren ist bei den wenigen verfügbaren Arbeiten über hochviskose Stoffsysteme keine Einigkeit über die relevanten Wärmeübergangsmechanismen zu finden, während zumindest für eine Reihe von niedrig viskosen Stoffen bzw. Stoffsystemen relativ zuverlässige Berechnungsmethoden existieren⁷. Dieser Punkt trägt insbesondere dazu bei, dass die unterschiedlichen Ansätze wesentlich schwieriger miteinander verglichen werden können, als bei den detailliert untersuchten niedrig viskosen Fluiden. Dazu kommt, dass alle bisher bekannten Korrelationen an unterschiedliche Stoffsysteme angepasst wurden, wo-durch die Vergleichbarkeit zusätzlich erschwert wird. Ein weiteres Problem resultiert aus der insgesamt sehr unbefriedigenden experimentellen Datenlage, die die Überprüfung neuer Berechnungsansätze für den Wärmeübergang beim Strömungssieden sehr erschwert, wenn nicht sogar unmöglich macht⁸.

Die oben beschriebene Problematik zeigt Bild 2.2. Von Schwerdtfeger [39] wurden im Rahmen seiner Diplomarbeit einige der beschriebenen Korrelationen hinsichtlich ihrer Anwendbarkeit auf das in dieser Arbeit verwendete Stoffsystem aus Silikonöl und Pentan – Beschreibung des Versuchsstoffsystems siehe nächstes Kapitel – untersucht. Ausgehend von den Temperatur- und Druckmesswerten einiger Experimente der vorliegenden Arbeit⁹ wurden die für die jeweilige Korrelation benötigten Stoffwerte ermittelt und die lokalen Wärmeübergangskoeffizienten berechnet. Neben den Korrelationen von Steiner, Chen und Winterton, die ursprünglich für niedrigviskose Fluide entwickelt wurden, ist mit Junhong eine Korrelation für hochviskose Fluide betrachtet worden. Zur Beurteilung der Korrelationen wurden die experimentell ermittelten Wärmeübergangskoeffizienten den berechneten gegenübergestellt¹⁰. Bild 2.2 zeigt den berechneten Verlauf der Wärmeübergangkoeffizienten der verschiedenen

⁷ Die Berechnungsansätze unterschieden sich hauptsächlich darin, wie die einzelnen Wärmeübergangsmechanismen berechnet (z.B. Art des Berechnungsmodells für das Blasensieden) und dann mit einander kombiniert werden (Gewichtung und Übergangsbereich); bei den Vorstellungen über die Vorgänge im Siederohr sind kaum Unterschiede zu finden.

⁸ Während bei niedrig viskosen Medien eine sehr breite Datenbasis (zumindest für gebräuchliche Stoffe wie z.B. Wasser oder Kältemittel) existiert, konnten keine Mehrfachmessungen eines hochviskosen Stoffsystems gefunden werden

⁹ Die Experimente wurden an einer Ringspaltversuchsstrecke durchgeführt, die im Rahmen der vorliegenden Arbeit konstruiert und aufgebaut wurde (Ringspalt mit 10 mm Innenrohr- und 20 mm Außenrohrdurchmesser, Länge 210 cm, Details siehe Abschnitt 3.5). Die Geometrie des Ringsspalts wurde von Schwerdtfeger bei der Berechnung der Wärmeübergangskoeffizienten berücksichtigt.

¹⁰ Experimenteller Wärmeübergangskoeffizient: $\alpha = q / (T_{Wand} - T_{Fluid})$, siehe auch Kapitel 6.
Korrelationen – Details siehe oben und [39] – sowie die experimentell ermittelten Werte eines Versuchs mit einem Silikonöl der Viskosität 1000 Pas (dynamische ohne Lösungsmittel bei 25°C) und 27% (Massenprozent) Pentan. Der Volumenstrom (Durchsatz) durch die Strecke betrug 6,6 l/h bei einer konstanten Wärmestromdichte von 3,5 kW/m² entlang des von innen beheizten Ringspaltes.

Betrachtet man zuerst die für niedrigviskose Fluide entwickelten Korrelationen, unterscheiden sich die berechneten Wärmeübergangskoeffizienten nicht nur deutlich von den experimentellen Werten sondern auch untereinander. Da die Wärmeübergangskoeffizienten gemäß der vorgeschriebenen Berechnungsvorschriften der jeweiligen Korrelation ermittelt wurden und auf den identischen Mess- und Stoffdaten beruhen – Details zu den Berechnungsvorschriften und der Bestimmung der Stoffdaten siehe [39] –, sind die Abweichungen zwischen den Korrelationen von Steiner, Chen und Winterton unerwartet hoch. Insbesondere fällt der nach Chen berechnete Verlauf des Wärmeübergangskoeffizienten auf, da dieser sich ab der Rohrmitte völlig anders verhält als die nach Steiner und Winterton berechneten Verläufe.



Bild 2.2: Wärmeübergangskoeffizienten verschiedener Korrelationen und expe rimentelles α entlang einer Ringspaltversuchstrecke; nv: Korrelation niedrigviskoses Fluid, HV: Korrelation hochviskoses Stoffsystem [39]

Ab der Rohrmitte (ca. 100 cm) wird rechnerisch der Sättigungszustand des Versuchsstoffgemisches erreicht. Nach der Korrelation von Chen [11] erhält man für das unterkühlte Strömungssieden keine Werte, da der Verstärkungsfaktor *F* vom Martinelli Parameter X_{tt} abhängt, der sich bei einem Dampfgehalt von x = 0 nicht bestimmen lässt, siehe Gleichung 2.9. Damit ist die Chen-Korrelation nur auf das gesättigte Strömungssieden anwendbar.

Quantitativ betrachtet gibt keine der drei Korrelationen die experimentellen Ergebnisse wieder. Das Gleiche gilt auch für die Korrelation von Junhong, die im Gegensatz zu den zuvor genannten Korrelationen für ein hochviskoses Fluid entwickelt wurde. Während die Korrelation von Steiner zumindest qualitativ den experimentellen Verlauf gut nachbildet – wenn auch auf einem deutlich höheren Niveau –, ist bei Junhong zusätzlich ein deutlich unterschiedliches Verhalten ab der Mitte der Versuchsstrecke zu beobachten (α_{exp} steigt schwach auf ca. 50%, $\alpha_{Junhong}$ fällt drastisch auf den letzten 25%).

Die oben genanten Gründe und dieses Beispiel machen deutlich, dass eine neue, umfassende experimentelle Datenbasis geschaffen werden muss, mit der ein modifiziertes bzw. neues Wärmeübergangsmodell erarbeitet werden kann¹¹. Um eine gute Übertragbarkeit der Messergebnisse und Vorgänge im Siederohr auf unterschiedliche Polymer-Lösungsmittel-Gemische zu gewährleisten, ist die Verwendung eines Versuchsstoffsystems mit möglichst vergleichbaren Stoffeigenschaften von besonderer Wichtigkeit. Von Bedeutung ist des Weiteren die Gewinnung von Erkenntnissen über lokale und globale Siedephänomene und deren Verständnis, da diese eine wichtige Grundlage für die Entwicklung einer zuverlässigen Korrelation darstellen.

¹¹ Der Vergleich anderer Experimente in der Arbeit von Schwerdtfeger lieferte ähnliche Ergebnisse.

3. Versuchsanlage zum Strömungssieden hochviskoser Fluide

3.1 Grundlegende Überlegungen zum Design der Versuchsstrecken

In der Literatur gibt es nur wenige Untersuchungen zum Sieden hochviskoser Medien in Rohren, die in Zusammenhang mit der Entgasung von Polymeren gebracht werden können. Eine der wenigen experimentellen Arbeiten, die sich mit diesem Thema beschäftigte, wurde von Ritter [4] mit einer speziell dafür gefertigten Fallrohrversuchsanlage durchgeführt. Ritter benutzte ein ca. 1.9 m langes Versuchsrohr aus sechs mit Schaugläsern ausgerüsteten Segmenten und segmentweiser Beheizung durch Wärmeträgeröl. Zusammen mit den sich einstellenden Versuchsstofftemperaturen im Fallrohr dienten die experimentellen Daten zur Bestimmung der lokalen Wärmeübergangskoeffizienten. Die Art der Beheizung hatte jedoch gegenüber einer elektrischen Beheizung den Nachteil, dass die an den Versuchsstoff abgegebene Wärmemenge nur relativ ungenau bestimmt werden konnte, da neben der Messung der jeweiligen Ein- und Austrittstemperaturen und der Massenströme in den sechs Segmenten auch die Stoffwerte des Wärmeträgeröls genau bestimmt werden mussten (von Ritter angegebene Unsicherheit der Wärmestrommessung ca. ± 6%). Zudem gab es im Bereich der Schaugläser keine Beheizung bzw. Wärmeverlust des Gemisches. Ein weiteres Problem ergab sich bei der Messung der Fluidtemperatur durch Thermoelemente mit 1,5 mm Durchmesser, da deren Messwerte laut Ritter teilweise durch Wärmeleitung von der beheizten Rohrwand beeinflusst wurden. Somit waren genaue Werte für den Wärmeübergang nur bedingt zu ermitteln. Ein weiterer Nachteil dieser Versuchsstreckenkonstruktion bestand darin, dass das Strömungsverhalten im Rohr nur in sehr kleinen Bereichen zu verfolgen war, da die Schaugläser relativ klein dimensioniert werden mussten, um die nicht beheizte Rohrlänge so klein wie möglich zu halten.

Auch bei dem von Maffettone [5] benutzten Versuchsrohr mit einer Schlitzgeometrie war aufgrund der Beheizung mit Wärmeträgeröl eine genaue Energiebilanzierung zur Berechnung von verlässlichen Wärmeübergangskoeffizienten nicht möglich. Die Beobachtung der Strömung durch Schaugläser oder Glassichtstrecken waren bei dieser Versuchsstreckenkonstruktion nicht vorgesehen.

Im Unterschied dazu verwendeten Junhong [6] eine elektrische Beheizung für ihre Versuchsstrecke. Das Versuchsrohr wurde direkt durch eine an den beiden Enden angeschlossene Stromquelle beheizt, bei der die aufgeprägte Wärmestromdichte mittels Messung der eingestellten Stromstärke und Spannung berechnet werden

konnte. Diese Lösung hatte somit gegenüber den mit Wärmeträgeröl beheizten Strecken den Vorteil, dass der übertragene Wärmestrom genau bestimmt werden konnte. Zusammen mit der Messung der Versuchsstofftemperaturen waren so Aussagen über den Wärmeübergangskoeffizienten möglich. Schaugläser zur Beobachtung der Strömungsvorgänge im Rohr wie bei Ritter waren allerdings nicht vorhanden.

Da die Nachteile der oben beschriebenen Versuchsstrecken bei der für diese Arbeit neu zu konstruierenden Versuchsstrecke vermieden werden sollten, wurde nach einer anderen Konstruktion gesucht. Einerseits sollen die Wärmestromdichten zur Berechnung der Wärmeübergangskoeffizienten sehr genau bestimmt werden können, und andererseits sollen möglichst große Schaugläser die Beobachtung der lokalen Strömungsverhältnisse und Identifizierung der Wärmeübergangsmechanismen ermöglichen. Da sowohl Wärmeträgeröl, wie es bei Ritter und Maffettone verwendet wurde, als auch Dampf nur eine ungenaue Bestimmung der übertragenen Wärmeströme erlauben, wurde eine elektrische Beheizung der Versuchsstrecke gewählt. Bei der Konstruktion von Junhong wäre das Integrieren von Schaugläsern jedoch technisch sehr aufwendig gewesen, da dass Versuchsrohr komplett oder auch nur teilweise hätte geteilt werden müssen. Dieses hätte besondere Maßnahmen bei der Stromführung und bei der Isolierung erfordert (die Versuchsstrecke von Junhong war komplett mit 150 mm Glasfaserwolle isoliert). Daher wurde anstatt eines Rohres mit Kreisguerschnitt eine Versuchsstrecke mit einer Ringspaltgeometrie als die beste Lösung angesehen. Mit der elektrischen Beheizung über ein Innenrohr ist es möglich, das Außenrohr in großen Teilen aus Glas zu fertigen, ohne auf die Beheizung in diesen Bereichen verzichten zu müssen. Ein weiterer Vorteil dieser Anordnung besteht darin, dass der gesamte Wärmestrom der Heizelemente an den Versuchsstoff abgegeben wird, allerdings unter der Voraussetzung, dass das Außenrohr ausreichend isoliert bzw. thermostatisiert wird, um Wärmeverluste an die Umgebung zu minimieren.

Ein zusätzliches Argument für die elektrische Beheizung des Innenrohres einer Ringspaltversuchsstrecke fand sich in der langen Erfahrung mit dem Bau von Versuchsrohren, wie sie am Lehrstuhl für Thermodynamik und Energietechnik (ThEt) der Universität Paderborn – ehemals Institut für Wärme und Kältetechnik (WKT) – für Forschungsarbeiten im Bereich des Behältersiedens verwendet werden. Aufgrund der für diese Untersuchungen notwendigen thermostatisierten Kammern (Schaffung ei-

30

nes annähernd adiabaten Raumes um den Verdampfer), kann hier ebenfalls auf Erfahrungen in deren Konstruktion und Anwendung zurückgegriffen werden.

Die Übertragbarkeit der experimentellen Ergebnisse einer Versuchsstrecke mit Ringspaltgeometrie auf die in industriellen Anlagen und in den bisher veröffentlichten Arbeiten zur Polymerentgasung benutzten Rohrstrecken war zum damaligen Zeitpunkt noch nicht geklärt. Um die Messdaten der Versuchsstrecke mit Ringspaltgeometrie verifizieren zu können, sollte daher zusätzlich eine von außen mit Dampf beheizte zweite Versuchsstrecke mit einem Kreisrohrquerschnitt für Vergleichsmessungen gebaut werden.

3.2 Auswahl eines geeigneten Versuchsstoffgemisches

Neben der Konzeption der Versuchsanlage musste im Vorfeld ein mit unterschiedlichen Polymer-Lösungsmittel-Gemischen vergleichbares Versuchsstoffgemisch ausgewählt werden, da dessen physikalische und chemische Eigenschaften einen wesentlichen Einfluss nicht nur auf das grundlegende Design der Versuchsanlage, sondern auch auf technische Detaillösungen haben würde. Herkömmliche Polymere, die bei Umgebungstemperatur in fester Phase vorliegen, verursachen einen sehr hohen Aufwand bei der Gemischherstellung, da zur Erzeugung eines Versuchsstoffes das Aufschmelzen des Kunststoffgranulats in einem Extruder und daran anschließend eine aufwändige Mischtechnik für das Zudosieren des Lösungsmittels nötig wäre. Es wurde daher ein technisch einfacher zu realisierender, absatzweiser Betrieb aus einem Vorratsbehälter gewählt, bei dem das jeweils gewünschte Polymer/Lösungsmittelgemisch vor den Versuchen angesetzt werden kann.

Da bei Kunststoffen, die mit Lösungsmitteln kontaminiert sind, hohe Entsorgungskosten zu veranschlagen wären, sollte der Versuchsstoff zudem problemlos wieder verwendet werden können. Dies ist bei den handelsüblichen Polymeren aufgrund der schwierigen Handhabung (fester Aggregatszustand bei T_U) beim Ansetzen des Gemisches und Umfüllen von den Auffanggefäßen zurück in den Vorratsbehälter ebenfalls sehr aufwändig.

Es wurde daher nach einem Stoff gesucht, der bei Umgebungstemperatur in flüssiger Form vorliegt, eine genügend große Viskosität aufweist, und zudem temperatur- und zeitstabil ist, um mehrere Male wieder verwendet werden zu können. Neben dem deutlich leichteren Handling eines bei Umgebungstemperatur als Flüssigkeit vorliegenden Versuchsstoffes, war auch das damit direkt verbundene niedrigere Temperaturniveau bei den Experimenten von großer Bedeutung. Bei einem technisch relevanten Polymer können während des Trennprozesses leicht Temperaturen von 300°C und mehr erreicht werden [4,5,6]. Diese Stoffe wären daher nicht für die vorgesehene Versuchsrohrtechnik brauchbar, da aufgrund fertigungstechnischer Gründe Komponenten der Versuchsstrecke weichgelötet werden müssen – siehe Abschnitt 3.1 und 3.5. Eine maximale Betriebstemperatur von 200°C darf daher nicht überschritten werden (Schmelzpunkt des Weichlotes bei ca. 220°C).

Ein Stoff, der alle oben genannten Eigenschaften erfüllt, ist Silikonöl (= Polydimethylsiloxan). Silikonöl ist von der chemischen Struktur her den organischen Polymeren sehr ähnlich, da es ebenfalls langkettige Moleküle bildet. Das Grundelement ist dabei aber nicht Kohlenstoff, sondern Silizium. Es zeigt bei Umgebungstemperatur ein physikalisch ähnliches Verhalten wie die Kohlenstoff-Polymere im flüssigen Zustand, und hat gegenüber diesen den zusätzlichen Vorteil, dass bei den vorgesehenen Fluidtemperaturen von maximal 200°C keine Rückpolymerisation oder Zersetzungserscheinungen des Silikonöls zu erwarten sind. Da bei den Experimenten verschiedene Viskositäten untersucht werden sollten, boten sich die von der Firma Bayer in einem weiten Viskositätsbereich von 1 Pa·s bis maximal 2000 Pa·s produzierten Baysilone Öle an. Ausgewählt wurden drei Silikonöle mit dynamischen Viskositäten von 10, 100 und 1000 Pa·s.

Nach der Festlegung auf Silikonöl als hochviskose Komponente war nun noch ein geeignetes Lösungsmittel zu bestimmen. Von besonderer Wichtigkeit war eine sehr gute Mischbarkeit mit dem Öl, da ansonsten aufgrund von Entmischungsvorgängen vor, während oder nach der Versuchsstrecke keine Vergleichbarkeit zu den Versuchen mit herkömmlichen Polymeren hätte hergestellt werden können. Aufgrund des niedrigeren Temperaturniveaus des Silikonöls im Vergleich zu den technisch relevanten Kohlenstoff-Polymeren, sollte das Lösungsmittel einen möglichst hohen Dampfdruck besitzen. Bei Verwendung der im Bereich der Kohlenstoff-Polymere vorkommenden Lösungsmittel, wie z.B. Ethylbenzol oder Acrylnitrit, wäre ansonsten ein deutlich niedrigerer Dampfdruck im Prozesse eingeschränkt wäre.

Würden in der Endauswahl noch mehrere Stoffe zur Auswahl stehen, sollte das Lösungsmittel mit dem geringsten Gefährdungspotential ausgewählt werden. Stark gesundheitsschädliche Stoffe wurden allerdings von vornherein ausgeschlossen.

Begonnen wurde mit den Stoffen, die in den Produktinformationen der BAYSILONE-Öle der Serie M [40] als besonders geeignete Lösungsmittel genant werden: Benzin, Benzol, Toluol, Ethylacetat, Tetrachlorkohlenstoff, Chloroform und Trichlorethylen. Aufgrund der teilweisen bzw. totalen Unlöslichkeit von Silikonöl in Wasser und Alkoholen (z.B. iso-Propanol, Ethanol) wurden diese nicht betrachtet. Generell werden aliphatische und aromatische Kohlenwasserstoffe als gute Lösungsmittel angesehen. Aus diesem Grund und wegen der karzinogenen Eigenschaften einiger der oben genannten Stoffe (insbesondere Chloroform, Benzol, Toluol), wurden zusätzlich Cyclo-Hexan, n-Hexan, n-Heptan, Dichlorethan sowie das leichtsiedende n-Pentan in das Versuchsprogramm aufgenommen. Damit wurden letztlich folgende Substanzen auf ihre Löslichkeit hin getestet:

n-Pentan, n-Hexan, n-Heptan, Cyclo-Hexan, Toluol, Ethylacetat, Dichlorethan und Aceton.

Um die Löslichkeit der Substanzen zu untersuchen, wurde jeweils ein Gemisch mit 50% (Gewichtsprozent) Lösungsmittel hergestellt. Als Öl für die Löslichkeitsversuche wurde M1000k mit einer kinematischen Zähigkeit von v = 1.000.000 mm²/s (=1m²/s) benutzt, und einer zugehörigen dynamischen Zähigkeit von η = 1000 Pa·s bei einer Flüssigkeitsdichte von ρ = 1000 kg/m³ (v = η/ρ) (Werte für 25°C).

Die Ergebnisse lassen sich folgendermaßen zusammenfassen:

Aceton war im Öl unlöslich und ist daher ungeeignet. Alle anderen Stoffe mischten sich vollständig mit dem Öl, allerdings mit unterschiedlichem Zeitbedarf. In Tabelle 3.1 sind die Gemische in der Reihenfolge zunehmender Mischzeit und abnehmender Fließfähigkeit (zunehmende Viskosität) aufgeführt. Eine sehr gute Mischbarkeit wurde mit zwei Pluszeichen, eine gute durch ein Pluszeichen und eine befriedigende Mischbarkeit durch eine "0" bewertet (– = nicht mischbar).

Abschließend wurde n-Pentan als das am besten geeignete Lösungsmittel angesehen, da es neben der sehr guten Löslichkeit im Silikonöl bei den zu erwartenden Temperaturen den höchsten Dampfdruck der getesteten Lösungsmittel erzeugen würde. Zudem ist dieser Stoff im Vergleich zu n-Hexan oder Toluol physiologisch relativ unbedenklich.

Silikonöl mit Lösungsmittel:	Misch- barkeit	Maximale Arbeitsplatz Konentration	Dampfdruck bei 150°C	Siedetem- peratur bei 1013 mbar	Dampfdruck bei 20°C
n-Pentan	++	300 ppm	15, 87 bar	35°C	570 mbar
n-Heptan	++	500 ppm	3,73 bar	98°C	46 mbar
n-Hexan	+	50 ppm	7,50 bar	69°C	160 mbar
Cyclo-Hexan	+	200 ppm	5,53 bar	81°C	127 mbar
Toluol	0	50 ppm	2,68 bar	111°C	29 mbar
Ethylacetat	0	400 ppm	6,92 bar	77°C	100 mbar
Dichlorethan	0	100 ppm	5,59 bar	57°C	240 mbar
Aceton	_	-	-	-	-

Tabelle 3.1: Mischbarkeit und Eigenschaften verschiedener Lösungsmittel

3.3 Anforderungen an die Versuchsanlage

Bei der Konzeption, der Auslegung und dem Bau der Versuchsanlage wurde nach konstruktionssystematischen Prinzipien vorgegangen, wie sie z.B. von Jorden [41] oder Pahl und Beitz [42] beschrieben werden¹². Im Folgenden soll hier allerdings nur auf die Erstellung der Anforderungsliste eingegangen werden, da falsch gestellte Anforderungen an die Versuchsanlage, die Versuchsstrecken oder auch einzelner Komponenten eine unzureichende Funktion derselben oder sogar ein totales Versagen der Anlage hinsichtlich der Aufgabenstellung zur Folge haben kann. Zeit- und/ oder kostenintensive Änderungen zu einem späteren Zeitpunkt – z.B. während des Aufbaus der Versuchsanlage – sollen auf diese Weise vermieden werden. Ausführlichere Informationen zum Konstruktionsprozess der Versuchsanlage finden sich im Abschlussbericht zur ersten Phase des Projektes [43].

¹² Das grundlegende Vorgehen hierbei besteht im Abarbeiten aufeinander folgender Prozessschritte, wie 1. Klärung der Aufgabenstellung, 2. Aufstellen einer Anforderungsliste, 3. konzeptionelles Design, 4. gestalterisches Design und 5. Detaillierung [41,42].

Da der Zweck dieses Projektes die wissenschaftliche Untersuchung des Siedens hochviskoser Gemische in Rohren ist, stellen die Versuchsstrecken die wichtigste Komponente der Versuchsanlage dar und sind infolgedessen Ausgangspunkt des Gesamtkonzeptes, siehe auch Abschnitt 3.1. Die Anforderungen an die Rohre und an deren Gestaltung und Dimensionierung wirken sich direkt und indirekt auf die Gestaltung der restlichen Versuchsanlage aus.

Ein wichtiger Punkt hierbei ist vor allem die Vergleichbarkeit der experimentellen Ergebnisse dieser Versuchsanlage mit anderen wissenschaftlichen Untersuchungen und industriellen Prozessen. Um dies zu gewährleisten, sollten die direkt und indirekt an der Anlage einstellbaren Parameter wie z.B. Durchsatz, Viskosität, Temperaturdifferenzen und Druckverlust in etwa in der gleichen Größenordnung liegen wie bei den zugrunde liegenden industriellen Prozessen.

Im Folgenden sind die wichtigsten Anforderungen an die Versuchsstrecken und die Versuchsanlage zusammengefasst:

- elektrisch beheizte Ringspaltstrecke zur Bestimmung des lokalen Wärmeübergangs mit der Möglichkeit zur mehrmaligen Beobachtung der Heizfläche und der Strömungsvorgänge entlang der Versuchsstrecke über größere Abschnitte
- Segmentweise Beheizung der Ringspaltversuchsstrecke f
 ür zwei unterschiedliche Betriebsarten: 1. konstante W
 ärmestromdichte und 2. (quasi) konstante Wandtemperatur entlang der Strecke
- Konstruktion der elektrisch beheizten Innenrohre ähnlich der Versuchsrohre aus dem Behältersieden, Messung der Heizwandtemperatur mit Thermoelementen
- zweite Versuchsstrecke für Vergleichsmessungen (Vergleichsstrecke) in Form eines von außen Fluid beheizten Fallrohres mit Kreisgeometrie
- zulässiger Betriebsdruck der beiden Versuchsstrecken sowie der dazugehörenden Peripherie mindestens 10 bar
- maximal erreichbare Heizwandtemperatur ca. 200°C
- maximal fahrbare Silikonölviskosität in der Anlage mindestens 1000 Pa·s
- Thermostatisierung der Versuchsstrecken durch eine Klimakammer f
 ür bessere Reproduzierbarkeit der Versuche bei wechselnden Umweltbedingungen; Vorraussetzung f
 ür den adiabaten Betrieb der Ringspaltversuchsstrecke (Minimierung von W
 ärmezu- bzw. Abfuhr der Strecke an die Umgebung)

- absatzweiser Betrieb mit vorher angesetztem Gemisch und wieder Verwendung des Versuchsstoffes, siehe auch Abschnitt 3.2
- Bestimmung des Lösemittelgehaltes vor und nach den Versuchsstrecken mit Hilfe von Probennahmen
- Auslegung der Anlage auf Gemischdurchsätze von 3 kg/h bis 20 kg/h
- Lösemittelkonzentrationen zwischen 0 und 70%
- korrosionsbeständiger Stahl für alle Versuchsstoff berührenden Komponenten
- Zentrale Online-Messwerterfassung und Speicherung durch Rechner

Mit Hilfe dieser grundlegenden Anforderungen konnte danach mit der Konzeption der Gesamtanlage sowie der Detaillierung und Konstruktion der einzelnen Anlagenkomponenten begonnen werden.

3.4 Gesamtkonzept der Versuchsanlage

Wesentliches Gestaltungsmerkmal der Anlage und ihrer Komponenten war der Versuchsstofffluss mit dem geforderten absatzweisen Versuchsbetrieb. Bild 3.1 zeigt das Schema der Versuchsanlage. Es wird anhand des Versuchstoffflusses erläutert:

Der Versuchsstoff, bestehend aus Silikonöl und Pentan, wird über den Anschluss (4) in den Vorratsbehälter (1) eingefüllt und mit Hilfe des Rührwerks (2) homogenisiert. Um die Eintrittstemperatur des Versuchsstoffes in die Versuchsstrecken zu variieren und den Mischvorgang durch eine erhöhte Temperatur beschleunigen zu können, ist eine Behälterheizung (3) vorgesehen. Mit der Speisepumpe (5) wird der Versuchsstoff über den Umschalthahn (7) entweder für eine bessere Durchmischung im Kreis oder über die beheizte Steigleitung (8) zu den Versuchsstrecken gefördert. Um den Pentananfangsgehalt bestimmen zu können, ist direkt nach der Speisepumpe eine Probenentnahmestelle (6) vorgesehen.

Der Druckwächter (9), der bei Überschreiten eines einstellbaren Druckes die Speisepumpe ausschaltet, dient insbesondere zum Schutz der Schaugläser in den Versuchsstrecken. Über einen mit einem Ölbadthermostat (11) beheizbaren Mischer (10) zur abschließenden Homogenisierung und Feinthermostatisierung gelangt der Versuchsstoff über einen Umschalthahn (12) entweder in die Ringspaltversuchsstrecke (13) oder in die Vergleichsstrecke (14). Beide Versuchsstrecken münden in einen Abscheider mit unten angeflanschter Austragspumpe (15), die das Silikonöl aus dem Abscheider fördert.



Bild 3.1 Anlagenschema: (1) Vorratsbehälter mit (2) Rührwerk, (3) Heizung, (4) Füllleitung, (5) Speisepumpe, (6) Probenentnahme Pentananfangsgehalt, (7) Umschalthahn Umlaufförderung/Steigleitung, (8) Steigleitung mit Zusatzheizung, (9) Druckwächter, (10) beheizter Mischer, (11) Mischerheizung, (12) Umschalthahn Versuchsstrecken, (13) Ringspaltversuchsstrecke, (14) Vergleichsversuchsstrecke, (15) Abscheider mit Austragspumpe, (16) Überströmventil, (17) Probenentnahme Pentanendgehalt, (18) Auffangbehälter Silikonöl, (19) Pentandampfleitung mit Drosselventil, (20) Kondensator, (21) Kühlfalle, (22) Vakuumpumpe, (23) Kältemaschine, (24) Pentanschleuse, (25) Auffangbehälter Pentan, (26) Klimakammer mit Lüfter (ohne Darstellung der Segmentierung und Luftleitbleche)

T: Temperatur- und P: Druckmessstellen (T_V und P_V jeweils an den Versuchsstrecken), M: Antriebsmotoren, R: Regelheizungen, P_W : Druckwächter Direkt an die Pumpe schließt sich ein Überstromventil (16) an, an das wiederum eine Vorrichtung zur Probenentnahme (17) für die Bestimmung des Pentanrestgehaltes im Silikonöl montiert ist. Das Silikonöl wird abschließend in einem Auffangbehälter (18) gesammelt. Das dampfförmige Pentan wird über die Dampfleitung und ein Drosselventil (19) in einen Kondensator (20) geleitet und dort verflüssigt. Um Inertgase (wie z.B. Stickstoff) aus dem System zu entfernen und den Druck im Abscheider noch weiter absenken zu können, ist hinter dem Kondensator eine Kühlfalle mit flüssigem Stickstoff (21) sowie eine Vakuumpumpe (22) vorgesehen. Der Kondensator wird von einer Kältemaschine (23) mit Kühlsole versorgt. Über die Pentanschleuse (24), die mit zwei Kugelhähnen geöffnet bzw. geschlossen wird, gelangt das flüssige Pentan in den Auffangbehälter (25). Für eine bessere Reproduzierbarkeit der Experimente sind der Mischer, die Versuchsstrecken und der Abscheider mit Austragspumpe in einer Klimakammer (26) integriert.

Auf der Basis dieses Grundkonzeptes wurden eine Reihe von Festlegungen bezüglich des Designs der Versuchsstrecken getroffen. Das Versuchsstreckendesign war insbesondere für die Gestaltung der Klimakammer von Bedeutung, da diese quasi um die Versuchsstrecken "herumgebaut" werden musste. Die Dimensionierung der Klimakammer hatte wiederum Auswirkungen auf die Gestaltung des Anlagengestells, da das Gestell nicht nur die Klimakammer aufnehmen, sondern auch einen guten Zugang zu den Versuchsstrecken für Beobachtungszwecke und Wartungsarbeiten ermöglichen sollte. Im Folgenden werden das konzeptionelle und gestalterische Design der Ringsspaltversuchsstrecke sowie deren Details beschrieben.

3.5 Ringspaltversuchsstrecke

Bei der Konzeption der Ringspaltversuchsstrecke mussten neben den geschilderten allgemeinen Anforderungen spezielle Anforderungen an die Geometrie, die Messtechnik und die Fertigung der Strecke berücksichtigt werden. Als endgültiges Design wurde eine Versuchsstrecke mit sieben einzeln beheizbaren Segmenten gewählt, die mit einer Segmentlänge von jeweils 300 mm einen Ringspalt mit einer beheizten Länge von 2100 mm ergibt. Pro Segment sollte die Fluidtemperatur und der Druck einmal, die Heizwandtemperatur vier mal gemessen werden. Die Festlegung auf sieben Segmente hatte verschiedene Gründe:

- Durch die Wahl von sieben Segmenten kann bei der Betriebsart "konstante Wandtemperatur" durch Variation der elektrischen Heizleistungen an den Segmenten der Temperaturverlauf entlang der Ringspaltstrecke besser angepasst werden, als dies mit weniger Segmenten möglich wäre (kontinuierlichen Temperaturverlauf entlang der Strecke simulieren bzw. nachbilden).
- Die effektiv beheizte Rohrlänge kann durch Abschalten einzelner Segmente am Ende der Ringspaltstrecke variiert werden, um kürzere Versuchsrohre zu simulieren. Je mehr Segmente zu Verfügung stehen, umso mehr Rohrlängen können simuliert werden.
- Mit sieben Segmenten ergibt sich eine ausreichende Zahl an Messpositionen und Beobachtungsgläsern entlang der Ringspaltversuchsstrecke.
- Das elektrisch beheizte Innenrohr sollte nach dem gleichen Verfahren und mit den bereits vorhandenen Fertigungseinrichtungen hergestellt werden, die zuvor schon für die Versuchsrohre beim Behältersieden zur Anwendung kamen. Dadurch wurde die maximale Länge des Innenrohres auf 300 mm begrenzt.

Eine größere Anzahl von Segmenten wäre zwar konstruktiv möglich gewesen, wurde aber aufgrund des zu erwartenden hohen Fertigungsaufwandes die – Fertigung von elektrisch beheizten Versuchsrohren ist sehr aufwendig – und der Komplexität der in der Klimakammer zu montierenden Versuchsstrecke verworfen.

Neben der Ringspaltstrecke sollte eine Vergleichsstrecke zur Verfügung stehen, um den Geometrieeinfluss auf den Ausdampfprozess zu untersuchen. Da sich hieraus eine ganze Reihe unterschiedlicher Kombinationen für die Abmessungen des Ringspalts und der Vergleichsstrecke ergaben, musste die am besten geeignete Kombination mit Hilfe anderer Anforderungen ermittelt werden. Diese bezogen sich vor allem auf den Durchmesser des Innenrohres. Neben einer ausreichenden Stabilität im eingebauten Zustand sollte das Innenrohr so einfach und zuverlässig wie möglich zu fertigen sein. Ein zu kleiner Durchmesser hätte eine unbefriedigende mechanische Stabilität und komplizierte Fertigung zur Folge gehabt. Ein zu großer Durchmesser des Innenrohres hätte wiederum zu große Gesamtabmessungen der Ringspaltversuchsstrecke zur Folge, die sich negativ auf die Variationsbreite der Betriebsparameter auswirken (insbesondere der minimale Durchsatz). Als bester Kompromiss wurde ein Durchmesser von 10 mm angesehen.

Nach der Festlegung des Innendurchmessers musste ein geeigneter Außendurchmesser für den Ringspalt ermittelt werden. Favorisiert wurde ein Außendurchmesser von 20 mm, der zu einem Ringspalt von 5 mm führt, da hierfür sowohl geeignetes Edelstahlrohr als auch Schauglasmaterial beschafft werden konnte. Bild 3.2 zeigt die Konstruktion eines Segmentes der Ringspaltstrecke in Form einer 3-D Darstellung. Im darauf folgenden Bild 3.3 sind die wichtigsten Abmaße eines Segmentes in einer Konstruktionszeichnung dargestellt.

In das Innenrohr mit einem Durchmesser von 10 x 1 mm ist ein Kupferkern mit 7,8 mm Außen- und 2,2 mm Innendurchmesser zusammen mit einem Heizleiter und vier Thermoelementen zur Heizwandtemperaturmessung weich eingelötet. Der Kupferkern im Innern des Edelstahlrohres dient dazu, den mit Gleichstrom versorgten elektrischen Heizleiter mit einem Außendurchmesser von 2 mm aufzunehmen und dessen Wärme homogen in axialer sowie in radialer Richtung über das Rohr zu verteilen. Des Weiteren sind Außen in den Kupferkern Längsnuten der Tiefe 0,55 mm und der gleichen Breite eingefräst worden, in die die vier Miniatur-Mantel-Thermoelemente mit 0,5 mm Außendurchmesser zur Messung der Rohrwandtemperatur eingelassen werden. Die Länge der Nuten beträgt 125 mm vom Segmentanfang, wodurch gleichzeitig der Abstand der Thermoelement Messspitze vom Anfang des Segments festgelegt wird.

Alle Komponenten der Versuchsstrecke bestehen aus Edelstahl 1.4571. Dieses Material wurde aus einer Reihe anderer in Frage kommender Edelstahlwerkstoffe ausgewählt, da es die gleiche Wärmeausdehnung wie das für den Kern gewählte hochreine Elektro-Kupfer besitzt. Dies war besonders im Hinblick auf die sonst zu erwartenden Wärmespannungen wichtig, die unter Umständen zur Zerstörung des Versuchsrohres bei höheren Temperaturen geführt hätten.

Allerdings war die Werkstoffpaarung Edelstahl/Kupfer nicht ganz unproblematisch:

Dadurch, dass Edelstahl eine sehr schlechte Benetzbarkeit für Weichlote besitzt, konnte der Kupferkern nicht wie bei Rohren zur Untersuchung des Behältersiedens üblich (Material der dort verwendeten Versuchsrohre: Kupfer oder "normaler" Stahl), ohne Vorbehandlung des Edelstahls weich eingelötet werden. Dieses Problem kann umgangen werden, wenn Edelstahl mit Nickel beschichtet wird, da Nickel einerseits eine sehr gute Benetzbarkeit für Weichlote besitzt und andererseits ebenfalls sehr gut auf Edelstahl haftet.



Bild 3.2: links: einzelnes Segment der Ringspaltversuchsstrecke komplett, rechts: Segment geschnitten in verschiedenen Ebenen



Bild 3.3: Konstruktionszeichnung eines Ringspaltstreckensegmentes

Die Beschichtung der Rohrinnenseite mit Nickel ist aufgrund der hierfür nötigen technischen Einrichtungen sehr aufwändig¹³ – im Gegensatz zur der Beschichtung der Rohraußenseite –, und wird daher nur von sehr wenigen Spezialfirmen beherrscht. Der Firma Thales Electron Devices (TED), spezialisiert auf Metallbeschichtungen unterschiedlicher Materialien (metallisch und nichtmetallisch) im Bereich der Luftund Raumfahrttechnik, gelang es letzen Endes, mit Hilfe eines speziell angepassten chemischen Verfahrens, die 10 mm Edelstahlrohre von Innen zu vernickeln. Da dabei erreichte Schichtdicke an Nickel beträgt ca. 80 bis 120 µm über die gesamte Rohrlänge von 300 mm. Aufgrund des Verfahrens wurden die Rohre gleichzeitig mit einer dünnen, ca. 5 bis 8 µm starken Nickelschicht von Außen beschichtet, die allerdings keinen störenden Einfluss auf den Wärmeübergang erwarten lässt, und daher auf den Rohren belassen wurde.

Vor dem eigentlichen Lötvorgang, bei dem der Kupferkern mit Heizleiter und Thermoelementen mit dem Innenrohr verbunden wird, wurde das Innenrohr am oberen Ende über zwei 6 x 1 mm große Röhrchen an dem Versuchsrohrflansch befestigt, siehe Bild 3.2. Hierfür wurden die Röhrchen außen am Flansch verschweißt und danach am Innenrohr hartgelötet. Diese Röhrchen dienen nicht nur als Halterung des Innenrohrs, sondern auch als Durchführung für den Heizleiteranschluss und die vier Thermoelemente zur Messung der Heizwandtemperatur. Da die Röhrchen die Querschnittsfläche des Ringspaltes verkleinern, ist für eine annähernd konstante Strömungsgeschwindigkeit in diesem Bereich der Innendurchmesser des Flansches auf 22,2 mm vergrößert worden, um die Störung durch die in der Strömung stehenden Röhrchen so klein wie möglich zu halten. Der durch eines der 6 mm Röhrchen durchgeführte elektrische Anschluss des Heizleiters erfolgte über ein so genanntes "Kaltes Ende", welches im Innenrohr mit dem Heizleiter verlötet und über einen Swagelok Adapter mit dem 6 mm Röhrchen zur Sicherung gegen Zugkräfte außen verschraubt wurde.

Der obere Teil des Innenrohres wurde über eine Spezialschraube (M9 x 1 mm) abgedichtet. Das untere Ende des Innenrohres ist ebenfalls mit einer Spezialschraube (M9 x 1 mm) verschlossen, die einerseits als Anschlag für den Kupferkern während des Lötens dient, und andererseits mit einem Führungsstift das Rohrende im anschließenden Segment gegen eine seitliche Auslenkung fixiert.

¹³ Obwohl sich chemische und elektrolytische Verfahren zum Teil sehr stark unterscheiden, ist der technische Aufwand und die Komplexität des Prozesses für eine Nickelbeschichtung einer Rohrinnenseite bei beiden Verfahren vergleichbar.

Das Außenrohr eines Segmentes setzt sich aus drei verschiedenen Teilen zusammen (siehe Bild 3.2 und 3.3): das Zwischenrohr I mit Druck- und Temperaturmessstelle in der Mitte (erster Teil), die Glassichtstrecke (zweiter Teil), und das Zwischenrohr II (dritter Teil). Bei den Zwischenrohren handelt es sich um Edelstahlrohre der Abmessung 25 x 2.5 mm, jeweils mit einem angeschweißten Flansch am Anfang und Ende. Auf der Anschlussseite zum Versuchsrohrflansch, der gleichzeitig als Trägerflansch des Innenrohres dient, ist der Innendurchmesser der Flansche jeweils konisch von 20 mm auf 22.2 mm vergrößert, um eine möglichst gleichmäßige Strömung im Übergangsbereich zu gewährleisten. Die Versuchsrohrflansche sind jeweils durch sechs M8 Gewindestangen mit den Anschlussflanschen der Zwischenrohre I und II verschraubt.

Die Schauglasflansche, zwischen die das 100 mm lange Glasrohr gespannt wird, sind ebenfalls durch sechs M8 Gewindestangen verbunden. Bei dem Glasrohr handelt es sich um eine Sonderanfertigung der Firma HECKER aus Borosilikatglas 3.3. Da Glasrohr-Rohlinge mit einem Innendurchmesser von 20 mm und einer benötigten Wandstärke von mindestens 4 mm nicht erhältlich waren¹⁴, musste ein etwas zu großes Glasrohr auf das benötigte Maß umgeformt werden. Der beste Kompromiss bestand in einem von der Firma QVF gelieferten Glasrohr mit 30 mm Außen- und 21 mm Innendurchmesser, welches von der Firma Hecker mit Hilfe einer Spezialmaschine auf den gewünschten Innendurchmesser von 20 mm "kalibriert" wurde¹⁵.

Aufgrund der stark voneinander abweichenden Wärmeausdehnungskoeffizienten¹⁶ von Borosilikatglas 3.3 und Edelstahl 1.4571, musste bei der Auslegung der Flansch/ Schraubenverbindung insbesondere die unterschiedliche Wärmedehnung der einzelnen Bauteile berücksichtigt werden. Hierfür dienen Tellerfedern, die in jedem Betriebszustand der Versuchsstrecke für eine ausreichende Anpresskraft an der Dichtfläche sorgen sollen. Gleichzeitig kompensieren diese das Setzen der Teflondichtungen während des Betriebs. Das Federnpaket, die benötigte Vorspannung und der

¹⁴ Die Wandstärke sollte aus Gründen der Druckbeständigkeit – für 20 bar Überdruck im Rohrinneren wäre schon eine Wandstärke von 1 mm ausreichend – so groß wie möglich sein, da hierdurch die mechanischen Einspannverhältnisse zwischen den Flanschen deutlich besser sind als bei dünnwandigeren Glasrohren.

¹⁵ Bei der Kalibrierung wird der Glasrohrrohling auf einem Stahlzylinder bis zur Glastemperatur erhitzt um dann mit Zug auf den Durchmesser des Zylinders gezogen zu werden. Der Außendurchmesser des Stahlzylinders orientiert sich dabei an dem gewünschten Innendurchmesser des Glasrohres. Der Außendurchmesser und die Wandstärke des Glasrohrrohlings nimmt bei diesem Verfahren etwas ab.

¹⁶ Wärmeausdehnungskoeffizienten Borosilikatglas 3.3: 3,3x10⁻⁶/K, Edelstahl 1.4571: 17x10⁻⁶/K, Stoffwerte aus VDI-Wärmeatlas Kapitel Dea, Abschnitt Metalllegierungen [45]

Federweg wurden mit Hilfe der Schrauben/Tellerfeder Beziehungen von Roloff und Matek [44] berechnet (Details hierzu siehe Anhang).

Um das Fließen der Teflondichtungen in den Strömungskanal durch die lang anhaltende mechanische und thermische Belastung so weit wie möglich zu unterdrücken, wurde kein "herkömmliches" Teflonmaterial eingesetzt, wie es bisher am Institut verwendet wurde, sondern ein bereits bei der Herstellung vorverformtes Flachdichtungsmaterial TEADIT 24 SH der Firma TEADIT. Hierbei handelt es sich um multidirektional expandiertes PTFE (Polytetrafluorethylen), welches sich aufgrund der aufgeprägten Vorverformungen senkrecht zur vorgesehenen Dichtfläche nur noch in Belastungsrichtung setzt und nicht wie herkömmliches Teflon seitlich zwischen den Dichtflächen heraus fließt. Dies ist besonders im Hinblick auf eine ungestörte Strömung im Übergangsbereich zwischen Flanschen und Schaugläsern wichtig, da jede potentielle Störstelle einen mehr oder weniger starken Einfluss auf die Zweiphasenströmung haben könnte¹⁷. Dadurch, dass Plattenmaterial zur Verfügung stand, konnten die Dichtungen (Abmessungen 29 mm x 20 mm, Plattenstärke 0,5 mm) durch Stanzwerkzeuge selbst hergestellt werden. Das Material kann in einem Temperaturbereich von -240°C bis +270°C (kurzzeitig bis 315°C) eingesetzt werden. Die chemische Beständigkeit ist gleich dem anderer, herkömmlicher PTFE-Typen, mit chemischer Stabilität im gesamten pH Bereich (pH 0-14) [47].

Der Vorteil der oben beschriebenen Versuchsstreckenkonstruktion liegt darin, dass jedes Segment einzeln mit den Schaugläsern vormontiert werden kann. Dies ermöglicht einerseits eine präzise Montage der Schaugläser durch fein abgestufte Drehmomentschritte, und erleichtert andererseits den späteren Zusammenbau der Segmente in Inneren der Klimakammer. Hierbei wird das erste Segment über einen speziellen Montageflansch mit einer im Inneren der Klimakammer befestigten Halteplatte verschraubt. An den Anschlussflansch des schon montierten Segments wird dann der Versuchsrohrflansch des darauf folgenden Segmentes befestigt, bis alle sieben Segmente montiert sind. Da das Innenrohr des letzten Segmentes keine Zentrierung durch ein darauf folgendes Segment besitzt, wurde für diesen Zweck ein spezieller Zentrierflansch montiert, der zudem die Aufgabe hat, über ein angeschweißtes Zwischenrohr (Durchmesser 25 x 2,5 mm) die Verbindung mit einem Metallfaltenbalg zur Kompensation von thermischer Längenausdehnung und Fluchtfehlern der Versuchs-

¹⁷ Neben dem vergrößerten Druckverlust durch die Störstellen, ist hier u.U. auch die Ablenkung von Strömungsfäden denkbar, was sich auf die Temperaturmessung im Rohr auswirken kann.

strecke herzustellen. Um einen zusätzlichen Druckmesswert vor dem Abscheider zu erhalten, wurde an dem Zwischenrohr ein Adapter zur Aufnahme eines Druckaufnehmers angebracht. An den Kompensator ist wiederum ein weiteres Edelstahlrohr angeschweißt, welches über eine Schraubverbindung mit einem Absperrhahn verbunden ist. Dieser dient vornehmlich dazu, die Versuchsstrecke von der restlichen Anlage für Dichtigkeitstest zu trennen. Über ein an den Absperrhahn anschließendes Rohr mit angeschweißtem Flansch ist die Versuchsstrecke mit dem Abscheidebehälter verbunden. Zum Schutz der Versuchstrecke gegen Erschütterungen und seitliche Auslenkungen – die zu einer Zerstörung der Schaugläser führen können –, wurde zum Abschluss der Montage am Zentrierflansch ein Dreipunkthalter montiert, der über eine stabile Halterung am Abscheidebehälter befestigt ist.

Zur Kontrolle der Strömungs- und Siedeverhältnisse am Eintritt der Strecke wurde zusätzlich vor dem Beginn des ersten Segmentes ein Borosilikatglasrohr mit 30 mm Länge (20 mm Innendurchmesser und 29 mm Außendurchmesser) eingebaut.

Um Wärmeverluste oder Wärmezufuhr von der Klimakammerluft an die Ringspaltversuchsstrecke und somit auch den Versuchsstoff aufgrund einer nicht optimalen Thermostatisierung zu minimieren, ist die komplette Versuchsstrecke isoliert. Das hierfür verwendete Dämmmaterial ARMAFLEX HT mit 20 mm Schichtdicke ist ein geschäumter hochflexibler, geschlossenzelliger Schaumstoff auf Basis synthetischen Kautschuks (Elastomer), der in einem Temperaturbereich von -40°C bis 150°C, in Ausnahmefällen auch bis 200°C, eingesetzt werden kann. Das FCKW freie, UV beständige Material besitzt eine mittlere Wärmeleitfähigkeit von 0,045 W/m·K (bei 40°C Mitteltemperatur) und ist im Brandfall selbstverlöschend und nicht tropfend, Daten aus Produktinformation ARMAFLEX HT [46]. Der Hauptgrund für den Einsatz dieses Elastomers liegt in der hohen Flexibilität und einfachen Verarbeitung des Materials im Vergleich zu der sonst üblichen Isolierung aus Steinwolle.

3.6 Anlagengestell

Parallel zum Bau der Versuchstrecken wurde mit der Konstruktion des Anlagengestells begonnen, siehe Bild 3.4. Von besonderer Wichtigkeit war hierbei, dass die genauen Maße des Anlagengestells, die Tragfähigkeit und der Standort im Technikum auf die Dimensionen, die Position und das Gewicht der erst später zu bauenden Klimakammer sowie anderer für den Gestellbereich vorgesehener Anlagenkomponenten abgestimmt werden mussten.

Die Größe und das Design der Klimakammer hing wiederum unmittelbar mit dem Design und den Abmessungen der Versuchsstrecken zusammen, da beispielsweise die Länge der Versuchsstrecken ausschlaggebend für die Innenhöhe der Klimakammer ist oder die Lage der Schaugläser die Position der Sichtfenster in den Klimakammertüren bestimmt. Des Weiteren musste bei der Gestellkonstruktion auf eine gute Zugänglichkeit zur Klimakammer geachtet werden, um problemlose Montageund Instandhaltungsarbeiten im Inneren der Kammer sowie Foto- und Videoaufnahmen an den Sichtfenstern zu ermöglichen. Zusätzlich musste ein schon vorhandenes Stahlprofilgerüst in das Gestell miteinbezogen werden, da dessen mittlere Ebene als Messwarte vorgesehen war, von der aus auch die Beobachtungen an den Schaugläsern vorgenommen werden sollten.

Ein sehr variables Konstruktionsprinzip, mit dem sich die oben beschriebenen Anforderungen am besten realisieren ließen, ist das Kee-Klamp Rohrverbindersystem für den Gestellbau. Bei diesem System werden mit Knotenbauelementen aus Temperguss Gewinderohre zu einem Gestell verbunden, indem die passend abgelängten Rohre durch Schneidschrauben in den Knoten festgeklemmt werden. Das System ist einfach und schnell aufzubauen und aufgrund der Vielzahl verschiedener Knotenelemente leicht erweiterbar.

Bild 3.4 zeigt das fertige Rohrgestell mit der Messwartenebene und einer zusätzlichen Zwischenebene sowie der schon im Gestell montierten Klimakammer (das Innere der Kammer noch ohne Versuchsstrecken, eine Tür geöffnet). Vier am Hallenboden verankerte Rohre dienen als Hauptsäulen (Höhe 7 m), welche über Querstreben in verschiedenen Ebenen miteinander verbunden wurden, auf denen wiederum die Klimakammer und die Spanplattenböden angebracht sind. Zur Stabilisierung wurden diverse Rohrverstrebungen zwischen den vier Hauptsäulen eingezogen. Den oberen Abschluss des Gestells bildet eine Deckenebene, welche durch zusätzliche Abstützungen verstärkt wurde, da sie als Gegenlager der Klimakammer und Halterung der Türlaufschienen (siehe Abschnitt 3.7 Klimakammer) dient.



Bild 3.4: Anlagengestell mit Dexiongerüst und Klimakammer (Gesamthöhe 7 m)

Tabelle 3.1 gibt einen kurzen Überblick über die Wichtigsten vom Anlagengestell zu tragenden Komponenten mit ihren Gewichten.

Betrachtete Komponente/Bauteil	Anzahl	Einzelgewicht	Gesamtgewicht				
Klimakammertür	2	400 kg	800 kg				
Klimakammerwand	2	160 kg	320 kg				
Klimakammerdecke/Boden	2	95 kg	190 kg				
Abscheider mit Halterung	1	140 kg	140 kg				
Austragspumpe mit Motor	1	50 kg	50 kg				
Versuchsstrecke	2	45 kg	90 kg				
Mischer	1	40 kg	40 kg				
Sonstige Einbauten Klimakammer	-	70 kg	70 kg				
Rohrleitungen	-	100 kg	100 kg				
Spanplattenböden in m²	18	25 kg/m²	450 kg				
Bedienpersonal + Besucher (max.)	10	75 kg	750 kg				
Kondensationssystem	1	150 kg	150 kg				
Sonstige Kleinteile	-	150 kg	150 kg				
Gestell: Gewinderohre in m	180	5 kg/m	900 kg				
Gestell: Rohrverbinder	160	1,5 kg/St.	240 kg				
Gesamtgewicht Gestell (ca.): 4440 kg							

Tabelle 3.1: Gewichte der vom Gestell zu tragenden Anlagenkomponenten

3.7 Klimakammer

Wie oben schon beschrieben wurde, mussten bei der Dimensionierung der Klimakammer vor allem die geplanten Abmessungen der Versuchsstrecken mit den dazugehörenden Bauteilen und die Zugänglichkeit der Versuchsstreckenschaugläser für die Foto/Videoaufnahmen berücksichtigt werden. Dazu kamen noch einige andere Komponenten, die ebenfalls im Inneren der Klimakammer untergebracht werden sollten, wie der beheizte Mischer und der Abscheider mit Austragspumpe, zu sehen in Bild 3.5 (siehe auch Bild 3.1). Daraus ergaben sich folgende Abmessungen des Innenraums: Höhe 400 cm, Breite 136 cm, Tiefe 52 cm.



Bild 3.5: Klimakammer mit Einbauten 50

In Bild 3.4 und im vorangegangenen Bild 3.5 ist der Grundaufbau der Klimakammer zu sehen. Abbildung 3.5 zeigt zudem die im Inneren installierten Versuchsstreckenund Klimakammerkomponenten. Der Grundaufbau der Klimakammer besteht aus einem fest stehendem Mittelteil und zwei Schiebetüren, siehe Bild 3.4 mit einer geöffneten und einer geschlossenen Tür. Der Mittelteil setzt sich zusammen aus den beiden am Anlagengestell befestigten Hauptrahmen sowie den wiederum daran befestigten Boden- bzw. Deckenteilen. Diese Teile bilden die 20 cm starke Klimakammerwand¹⁸ und wurden aus Vierkant-Profilstahl zusammengeschweißt. Der Hauptsowie der Decken und Bodenrahmen wurden mit Steinwolle als Isolierung gefüllt, nachdem die Innenseiten mit 1 mm Edelstahlblech verkleidet wurden. Als Außenwand dient 1,5 mm starkes Alublech.

Die Klimakammertüren bestehen ebenfalls aus einem mit Steinwolle gefüllten 20 cm dicken Rahmengerüst mit Edelstahl als Innen- und Aluminium als Außenwand. Als Fenstermaterial wird speziell gehärtetes 5 mm starkes Sicherheitsglas verwendet. Um Wärmeverluste an die Umgebung durch die Sichtfenster zu minimieren, wurden Einschubkästen aus Edelstahlblech gefertigt, um die bei den Videoaufnahmen nicht benötigten Fenster zu verschließen¹⁹. Die Türen hängen jeweils an zwei am oberen Ende eingeschweißte Bolzen, die wiederum über zwei drehbar gelagerte Streben mit zwei Rollwagen in den Laufschienen befestigt sind.

Für das Umwälzen der Klimakammerluft ist im Bodenbereich der Zelle ein von außen angetriebener Ventilator eingebaut. Der Luftstrom wird vom Lüfter direkt über einen angeflanschten Diffusor dem ersten Wärmeübertrager (Nr.1 in Bild 3.5) zugeleitet, welcher von einem Ölthermostaten mit Wärmeträgeröl, siehe hierzu Abschnitt 3.8, versorgt wird. Von hier gelangt die Luft durch einen Kanal zur Decke der Klimakammer, wo noch ein zweiter Wärmeübertrager (Nr.2 in Bild 3.5) montiert ist. Nach dem Durchströmen des zweiten Wärmeübertragers strömt die Luft in den Deckenbereich der Klimakammer zurück.

¹⁸ Die maximale Betriebstemperatur der Klimakammer beträgt 150°C. Als Kompromiss aus zu erwartendem Wärmeverlust und Platzbedarf der Isolierung, wurde die Schichtdicke der Steinwollenisolierung auf 20 cm festgelegt. Bei einer Betriebstemperatur von 150°C über die gesamte Höhe der Klimakammer ist bei dieser Isolierung maximal mit einem Wärmeverlust von ca. 1 kW zu rechnen.

¹⁹ Bei der Konstruktion der Türen musste insbesondere auf die Positionen der Sichtfenster im Türrahmen geachtet werden, durch die während der Experimente Foto- und Videoaufnahmen der Strömung in den Versuchsstrecken gemacht werden sollten.

Aufgrund der unterschiedlichen Beheizungsarten der beiden Versuchsstrecken – von außen beheizte Vergleichsstrecke im Gegensatz zu der von innen beheizten Ringspaltstrecke –, ist jeweils für die Vergleichs- und Ringspaltstrecke ein unterschiedlicher Betriebsmodus der Klimakammer vorgesehen.

Der erste Betriebsmodus sieht für die Experimente mit der von außen mit Dampf beheizten Vergleichsstrecke eine einheitliche Temperatur über die gesamte Höhe der Klimakammer vor. Die Temperatur der Klimakammer wird dabei auf etwa das gleiche Niveau eingestellt wie der Heizdampf. Hierdurch kann auf eine aufwändige Isolierung der Strecke verzichtet werden, da Wärmeverluste der Dampfheizung an die Klimakammer durch die Temperierung minimiert werden. Um die Klimakammer auf die gewünschte Temperatur aufzuheizen, dient Wärmeübertrager Nr. 1, siehe Bild 3.5.

Der Luftumlauf in der Klimakammer wird durch einen Niederdruck-Ventilator erzeugt, dessen Antriebsmotor²⁰ zum Schutz gegen die in der Kammer herrschenden hohen Temperaturen außerhalb angebracht wurde, siehe Bild 3.5. Die Drehzahl des Antriebsmotors kann mit Hilfe eines Frequenzumrichters stufenlos von 0 bis 3000 U/min eingestellt werden. Der maximale theoretische Durchsatz des Ventilators beträgt bei Nenndrehzahl und Vernachlässigung des Druckverlustes 3450 m³/h. Der Druckverlust durch die beiden Wärmeübertrager und die verschiedenen Umlenkungen in der Klimakammer wird näherungsweise auf 800 Pa abgeschätzt, wodurch sich nur noch ein Durchsatz von etwa 2200 m³/h bei Nenndrehzahl ergibt. Bei einem durchschnittlichen Strömungsquerschnitt von etwa 0,15 m² im Hauptteil der Klimakammer entspricht dieser Durchsatz einer mittleren Strömungsgeschwindigkeit von ca. 4 m/s.

Der zweite Betriebsmodus, der wesentlich schwerer zu realisieren war, sieht eine von oben nach unten ansteigende Lufttemperatur vor. Dadurch, dass die Ringspaltversuchsstrecke von Innen beheizt wird, ist der Versuchsstoff nicht von einer "isolierenden" Dampfschicht umgeben. Da die Versuchsstofftemperatur jedoch mehr oder weniger stark von Oben nach Unten ansteigt – je nach eingestellter elektrischer Heizleistung – würde eine einheitliche Klimakammertemperatur entweder einen Wärmeverlust oder eine Wärmezufuhr zur Folge haben, abhängig davon auf welchem Temperaturniveau sich die Klimakammer befindet und welcher Teil der Ringspaltversuchsstrecke betrachtet wird. Aus diesem Grund sollte die Möglichkeit bestehen, die Lufttemperatur in der Klimakammer über elektrische Zusatzheizungen dem Temperaturverlauf des Versuchsstoffes in der Ringspaltstrecke so genau wie möglich anzu-

²⁰ Nenndrehzahl 3000 U/min bei 2,5 kW elektrischer Leistung, in Eexe II T3 Ausführung

passen, und somit Wärmeströme von dem Versuchsstoff an die Umgebung bzw. von der Umgebung an den Versuchsstoff zu minimieren.

Hierfür wurden an den Übergangsstellen der Ringspaltsegmente Zwischenböden aus Blech eingebaut, die bis auf die erste Ebene jeweils über einen eigenen elektrischen Luftheizer verfügen. Die erste Ebene stellt das erste Versuchsstreckensegment dar und wird direkt über die aus dem Wärmeübertrager Nr.2 austretende Luft temperiert. Über Umlenkbleche und ein zwischen den Ebenen angeordnetes elektrisches Heizelement gelangt die Luft zur zweiten Ebene. Diese Anordnung wiederholt sich auf ähnliche Weise für die anderen Segmente/Ebenen, bis die Luft über das siebte Segment und den Abscheider wieder zum Boden der Klimakammer gelangt und vom Lüfter angesaugt wird.

Die Zusatzheizungen und der Luft/Wasser Wärmeübertrager zur Rückkühlung der erhitzten Luft wurden dabei so ausgelegt, dass bei einer Austrittstemperatur von 50°C am Luft/Wasser Wärmeübertrager und somit auch am ersten Segment oben in der Klimakammer, ein Temperaturanstieg um mindestens 80°C entlang der Ringspaltversuchsstrecke bis auf 130°C am letzten Segment und Abscheider möglich sein sollte. Da die hierfür benötigte elektrische Leistung von 55 kW bei einem Volumenstrom von 2200 m³/h sehr groß gewesen wäre²¹, wurde ein deutlich niedrigerer Durchsatz gewählt. Hauptgrund hierfür war die insgesamt verfügbare elektrische Anschlussleistung an der Versuchsanlage von maximal 30 kW. Die Auslegung musste sich daher an diesem Wert orientieren.

Als Kompromiss aus ausreichender Strömungsgeschwindigkeit²² und benötigter Heizleistung wurde ein Volumenstrom von ca. 880 m³/h gewählt, der bei der geforderten Temperaturdifferenz von 80 K eine Heizleistung von ca. 21,5 kW benötigt. Die Element-Heizleistung je Ebene wurde anhand dieser Rechnung auf jeweils 3,5 kW festgelegt, also insgesamt 21 kW. Da bei der Gegenkühlung noch ausreichend Reserven vorhanden sein sollten, wurde der Luft/Wasser Wärmeübertrager auf eine deutlich höhere Kühlleistung von 30 kW ausgelegt. Die wichtigsten Daten der beiden Wärmeübertrager sind in Tabelle 3.2 zusammengefasst.

²¹ Berechnet man die Leistung nach $\dot{Q} = \dot{V} \cdot \rho \cdot c_{\rho} \cdot \Delta T$, wäre die benötigte Leistung bei einem Volumenstrom von \dot{V} = 2200 m³/h und der oben angegebenen Temperaturdifferenz von 80 K ca. 55 kW

²² Ein kleinerer Volumenstrom hätte aufgrund der kleineren Strömungsgeschwindigkeit u.U. eine Überlastung der Heizelemente durch eine zu hohe Oberflächentemperatur zur Folge. Des Weiteren kann sich bei niedrigen Geschwindigkeiten leichter eine inhomogene Temperaturverteilung in der strömenden Luft ausbilden, die sich negativ auf die Temperierung der Versuchsstrecke auswirken könnte. Bei 880 m³/h ist eine mittlere Luftgeschwindigkeit von ca. 2,5 m/s zu erwarten, die laut Hersteller ausreichend ist für einen unproblematischen Betrieb der elektrischen Heizelemente.

	Wärmeübertrag	er I für Betriebs-	Wärmeübertrager II für Betriebs- modus II (Ringspalt)		
	modus I (Verg	gleichsstrecke)			
	Luftseite	Ölseite	Luftseite	Wasserseite	
Material	Stahl verzinkt	Stahl verzinkt	Stahl verzinkt	Stahl verzinkt	
Volumenstrom	3000 m³⁄h	1 m³/h	896 m³/h	0,479 m³/h	
Massenstrom	3615 kg/h	754 kg/h	1080 kg/h	0,475 kg/h	
Bezugstemp.	20°C	178°C	20°C	42,5°C	
Bezugsdruck	1,013 bar	10 bar	1,013 bar	6 bar	
Auslegung	148°C/150°C	180°C/176°C	150°C/50°C	15°C/70°C	
Betriebsdruck	1 bar	10 bar	1 bar	6 bar	
Druckverlust	120 Pa	2251 Pa	151 Pa	836 Pa	
Leistung	2,1	kW	30,4 kW		

Tabelle 3.2: Auslegungsdaten der beiden Klimakammer Wärmeübertrager

Zur Ansteuerung der Heizelemente werden Nullspannungs-Leistungssteuerungen verwendet (240 V bei maximal 25 A), mit jeweils einer Steuerung pro Heizelement. Das Funktionsprinzip dieser Steuerungen beruht auf einer Impulsfolgezündung, die im Nulldurchgang der Phase den Verbraucher jeweils ein- bzw. ausschaltet. Die Leistung wird dabei über die Anzahl der Schwingungen geregelt, die der Verbraucher jeweils eingeschaltet bleibt. Dieses Prinzip hat den Vorteil, dass praktisch keine Störungen im Hochfrequenz Bereich erzeugt werden, was besonders im Hinblick auf die Messtechnik von Bedeutung ist, da HF-Störungen einen deutlichen Einfluss auf die Genauigkeit der Spannungsmessung haben können²³. Die Einschaltdauer der Steuerung – und somit die Leistung an den Heizelementen – wird über Potentiometer eingestellt. Zur Einstellung und Kontrolle der Lufttemperaturen sind im Umfeld der jeweiligen Segmente Thermoelemente angebracht worden, deren Messwerte direkt vom Messrechner angezeigt werden.

Da bei dem Betrieb der E-Heizungen ein Überhitzten der Klimakammer nicht auszuschließen ist – beispielsweise durch den Ausfall des Wasserkreislaufes der Gegenkühlung – wurde aus sicherheitstechnischen Gründen ein Temperaturschutzschalter in die Klimakammer eingebaut. Bei Überschreiten eines einstellbaren Temperaturwertes – als Grenzwert wurden 155°C festgelegt – werden die elektrischen Heizungen automatisch ausschaltet.

²³ Die Verbindungsleitungen zwischen Sensoren und Messgerät wirken in diesem Fall als Antennen für die HF-Störungen, und geben dieses "falsche Messsignal" an das Messgerät weiter.

3.8 Anlagenkomponenten und Peripherie

In den Bildern 3.6 und 3.7, die jeweils die komplette Anlage von der linken und der rechten Seite aus zeigen, sind die wichtigsten Komponenten eingezeichnet, die für den Betrieb der Versuchsstrecken notwendig sind. Im Folgenden werden die Komponenten Anhand des Versuchsstoffflusses (siehe auch Abschnitt 3.4) beschrieben. Ausgangspunkt ist der Vorratsbehälter, in dem das Versuchsstoffgemisch angesetzt wird. Der speziell angefertigte Behälter hat ein Fassungsvermögen von 290 I und einen zulässigen Betriebsdruck von 7 bar.



Bild 3.6: Versuchsanlage mit den wichtigsten Komponenten von vorne links

Um den Versuchsstoff erwärmen zu können, besitzt der Behälter einen mit Wärmeträgeröl gefüllten Doppelmantel (Fassungsvolumen 400 I), der durch zwei explosionsgeschützte Heizpatronen erwärmt wird. Da Wärmeverluste an die Umgebung so weit wie möglich minimiert werden sollten, ist der Doppelmantel zusätzlich mit 100 mm Steinwolle isoliert worden.



Bild 3.7: Versuchsanlage komplett von der rechten Seite

Zur Durchmischung von Silikonöl und Pentan ist der Behälter mit einem Rührwerk (Antriebsleitung 6 kW) ausgerüstet, dessen Drehzahl über einen Frequenzumrichter stufenlos im Bereich von 1 - 50 U/min eingestellt werden kann. Aus Sicherheitsgründen ist im Dampfraum des Behälters ein Überdruckventil (Abblasdruck 6 bar) montiert worden, das über eine Rohrleitung mit der Atmosphäre außerhalb des Technikums verbunden ist. Direkt unterhalb des Vorratsbehälters ist eine Zahnradpumpe montiert, mit der der Versuchsstoff über eine Kurzschlussleitung im Kreis - zur Unterstützung des Mischprozesses – oder zu den Versuchsstrecken gefördert wird. Aufgrund der hohen Viskosität des Versuchsstoffgemisches und des dadurch zu erwartenden Druckverlustes, wurde die Anschlussleitung Vorratsbehälter/Speisepumpe so kurz wie möglich gehalten. Da dennoch zu befürchten war, das die Zahnzwischenräume der Speisepumpe bei hohen Drehzahlen aufgrund des Druckverlustes in der Pumpenzuleitung nicht schnell genug gefüllt werden, ist im Dampfraum des Vorratsbehälters eine Stickstoffleitung angeschlossen worden, über die ein zusätzlicher Stickstoffdruck auf den Flüssigkeitsspiegel des Versuchsstoffes aufgebracht werden kann. Eine bei hohen Gemisch-Durchsätzen nicht vollständig gefüllte Pumpe hätte ansonsten zur Folge, dass der Massenstrom in den Versuchsstrecken stark schwanken würde und nur mit unzureichender Genauigkeit bestimmt werden könnte. Die Notwendigkeit einer Stickstoffüberlagerung wird besonders deutlich, wenn man den Druckverlust in der Pumpenzuleitung für ein Gemisch hoher Viskosität und einen hohen Durchsatz berechnet. Der Druckverlust wird mit Gleichung 3.1 für laminare Strömung bestimmt:

$$\Delta p = \frac{32 \eta v_i}{d_i^2} \cdot l_i \tag{3.1}$$

Das in diesem Fall von laminarer Strömung ausgegangen werden kann, zeigt eine kurze Überschlagsrechnung für die Reynoldszahl bei einem Durchsatz von 15 l/h und einer Viskosität von 500 Pas nach Gleichung 3.2 (Durchmesser 22 mm):

$$\operatorname{Re}_{i} = \frac{V_{i} \rho d_{i}}{\eta} \qquad \Longrightarrow \qquad \operatorname{Re}_{i} \approx 0.242 \tag{3.2}$$

Der Wert von Re = 0,242 liegt somit weit unterhalb des Übergangsbereichs von laminarer zu turbulenter Strömung.

Die Zuleitung lässt sich in insgesamt drei verschiedene Rohrabschnitte mit jeweils unterschiedlichen Druckverlusten einteilen: der erste Abschnitt vom Behälterauslauf durch den Doppelmantel zu einem Anschlussflansch mit einer Länge von 600 mm (Innendurchmesser 28,5 mm); der zweite Abschnitt (ID 28,5 mm) mit einer Länge von 260 mm vom Anschlussflansch mit einer 90° Umlenkung bis zu einer Übergangsleitung auf den Durchmesser des Pumpenanschlusses; der dritte Abschnitt als Übergang auf den Pumpenflansch mit einer Länge von 210 mm (ID 22,1 mm). Bei einer angenommenen Viskosität²⁴ von maximal 500 Pa·s und einem Durchsatz von 15 I/h erzeugt Abschnitt I einen Druckverlust von ca. 1 bar, Abschnitt II ca. 0,5 bar und Abschnitt III ca. 1 bar, zusammen also 2,5 bar. Der Druckverlust im direkten Pumpeneinlauf ist nur sehr schwer zu bestimmen, weshalb der Stickstoffvordruck für besonders "ungünstige Betriebszustände" auf 4 bar festgelegt wurde.

Vor dem Umschalthahn Behälterumlauf/Versuchsstrecken passiert der Versuchsstoff die Zapfstelle zur Probenentnahme für die Anfangsgehaltbestimmung (eine genaue Beschreibung des Probeentnahmevorgangs folgt in Kapitel 4, Messtechnik). Die nun folgende isolierte Steigleitung ist über eine Länge von ca. 2 m als Doppelrohr in der Bauart eines Gegenstrom-Wärmeübertragers ausgeführt, um ein zu starkes Abkühlen des Versuchsstoffs auf dem Weg zu den Versuchsstrecken zu verhindern. Die Beheizung des Wärmeübertragers geschieht über das synthetische Wärmeträgeröl²⁵ des Vorratsbehälters, welches über eine Zahnradpumpe im Umlauf gefördert wird.

Das Öl tritt unten aus dem Doppelmantelraum des Vorratsbehälters aus und wird nach Durchlaufen des Wärmeübertragers in der Steigleitung über einen Ausgleichsbehälter (Kompensation der Wärmeausdehnung des Wärmeträgeröls) oben in den Vorratsbehälter zurückgeführt. Dies hat den zusätzlichen Vorteil, dass sich durch den Flüssigkeitsumlauf im Doppelmantelraum keine Temperaturschichtung im Vorratsbehälter ausbilden kann.

Das Versuchsstoffgemisch gelangt nach der Steigleitung in einen Wärmeübertrager/Mischer, der bereits in der Klimakammer montiert ist. Dieser dient zur Feintemperierung auf die gewünschte Eintrittstemperatur in die jeweilige Versuchsstrecke sowie zur weiteren Homogenisierung des Versuchsstoffes, falls Silikonöl und Pentan trotz des Behälterrührwerks noch nicht vollständig gemischt sein sollten. Die Beheizung und Kühlung dieses Wärmeübertragers geschieht dabei über einen Ölbadthermostaten, der auf der Deckenebene des Anlagengestells montiert ist. Vor den beiden Ver-

²⁴ Das zähflüssigste Silikonöl hat eine Viskosität von 1000 Pa·s bei T = 25°C; da jedoch stets ein Silikonöl/Pentan Gemisch verwendet wird, ist eine deutlich niedrigere Viskosität zu erwarten.

²⁵ Typ W801 Olex der Firma BP, synthetisches Wärmeträgeröl auf der Basis von isomeren Dibenzyltoluolen mit einem Einsatzbereich von 0°C bis 300°C

suchsstrecken befindet sich noch ein Kugelhahn in einer 3-Wege Ausführung, der den aus dem Mischer austretenden Versuchsstoff entweder in die Ringspalt- oder die Vergleichsstrecke leitet. Die Versuchsstoffleitung vom Mischer über den Umschalthahn bis zu den Versuchsstrecken ist mit dem schon für die Ringspaltversuchsstrecke verwendeten Dämmaterial ARMAFLEX HT zusätzlich isoliert.

Nachdem das Versuchsstoffgemisch eine der beiden Versuchsstrecken durchlaufen hat, gelangt das je nach Betriebsbedingungen mehr oder weniger stark entgaste Silikonöl zusammen mit dem Pentandampf in den Abscheider. Hierbei handelt es sich um einen speziell angefertigten Druckbehälter mit einem Volumen von 30 I bei einem zulässigen Betriebsüberdruck von 10 bar. Um den Flüssigkeitsstand im Inneren zu kontrollieren, ist der Behälter mit einem seitlichen Schauglas ausgerüstet.

Wichtig bei der Konstruktion dieses Behälters war vor allem die Lage der Anschlussflansche der beiden Versuchsstrecken auf dem Abscheiderdeckel. Diese wurden so weit wie möglich auseinander positioniert, damit die Versuchsstrecken und somit auch deren Schaugläser möglichst dicht an den Sichtfenstern der Klimakammertüren montiert werden konnten. Dies ist besonders für die Video und Fotoaufnahmen wichtig, da die außerhalb der Klimakammer angebrachten Lampen für gute Lichtverhältnisse einen möglichst kleinen Abstand zu den Schaugläsern haben sollten. Der Behälterdurchmesser war jedoch durch das Innenmaß der Klimakammer von 520 mm stark eingeschränkt, weshalb auf einen sonst üblichen gewölbten Deckel (Klöpperboden) aus Stabilitäts- (Durchbrüche zu weit außen!) und Platzgründen verzichtet werden musste, und stattdessen eine Sonderkonstruktion mit Flachdeckel (30 mm Materialstärke) gewählt wurde.

Über einen Rechteckflansch ist der Abscheider mit einer Zahnradpumpe zur Entleerung verbunden. Diese verfügt über eine doppeltwirkende Gleitringdichtung, da der Abscheider vor allem im Unterdruckbereich zwischen ca. 0 und 100 mbar betrieben werden sollte. Die Pumpe hat einen Arbeitsbereich von 0 bis 50 bar bei einer Silikonölviskosität bis maximal 1000 Pa·s und einer maximalen Betriebstemperatur von 150°C, und kann über einen Frequenzumrichter in einem Durchsatzbereich von 0 bis 20 I/h gefahren werden. Als Dichtmedium der Gleitringdichtung – auch Sperrflüssigkeit genannt – dient Monoethylenglycol, welches aus einem außerhalb der Klimakammer liegenden Vorratsbehälter über eine Edelstahlleitung in den Gleitringdichtraum gelangt, und von dort über eine zweite Leitung nach dem Thermosyphon Prinzip wieder in den Vorratsbehälter zurück fließt.

59

Da eine Restgehaltbestimmung des Pentans im Silikonöl vorgesehen war, ist unterhalb der Austragspumpe (außerhalb der Klimakammer) eine Vorrichtung zur Probenahme angebracht worden. Diese besteht aus zwei Kugelhähnen und einem Überströmventil. Mit Hilfe der Kugelhähne wird dabei zwischen der normalen Förderung zum Auffangbehälter und dem Probenbehälter umgeschaltet. Das Überströmventil wurde auf 7 bar eingestellt und soll verhindern, dass Luft aus dem Ölauffangbehälter über den Rücklaufschlauch in das Probenahmesystem gelangen kann. Der Vorgang der Probenahme wird im vierten Kapitel noch ausführlich beschrieben.

Von der Entnahmestelle gelangt das Silikonöl über einen temperatur- und druckfesten Polymerschlauch zu zwei baugleichen Auffangbehältern. Bei diesen handelt es sich um Edelstahlbehälter (Fassungsvermögen ca. 100 l, 0 - 1,2 bar Druckbeständigkeit), die für eine einfache Reinigung und schnelle Füllstandkontrolle während der Experimente mit einem leicht zu öffnenden Lukendeckel verschlossen sind. Unten verfügen die Behälter über eine groß dimensionierte Ablaufleitung mit 1 Zoll Durchmesser und entsprechendem Kugelhahn, über welche das Silikonöl während des Umfüllvorgangs zurück in den Vorratsbehälter gelangt.

Der in der Versuchsstrecke aus dem Öl frei gewordene Pentandampf wird aus dem Abscheider über einen dritten Anschluss auf dem Abscheiderdeckel mit einer 1" Rohrleitung (22,1 mm Innendurchmesser) zum Kondensator geleitet. Um den Pentandruck im Abscheider während des Experimentes variieren zu können, ist direkt am Austritt aus der Klimakammer ein Drosselventil in die Rohrleitung eingebaut worden. Nach Passieren eines wassergekühlten Vor-Wärmeübertragers gelangt der Pentandampf zur Verflüssigung in den Kondensator. Daran schließt sich ein Pentanschleusensystem an, zu sehen im Anlagenschema, Bild 3.1, und in Bild 3.7, welches dazu dient, das verflüssigte Pentan aus dem Kondensationssystem herauszubefördern, ohne das dabei größere Mengen von Inertgasen in das System eindringen. Als interner Sammelbehälter für das kondensierte Pentan (auf gleichem Druckniveau wie der Abscheider) wird ein vertikal angeordnetes Doppelmantelrohr verwendet, welches zur Kontrolle des Pentanstandes im Rohr sowohl am oberen wie unteren Ende über einen Druckaufnehmer verfügt. Um das Pentan aus dem Sammelrohr in den externen Auffangbehälter – Druckbehälter aus Edelstahl mit einem Fassungsvermögen von ca. 100 I, Druckbereich Vakuum bis maximal 6 bar – leiten zu können, ist zwischen Kondensator und Sammelrohr ein Dreiwegehahn und zwischen Sammelrohr und Auffangbehälter ein Zweiwegehahn montiert worden. Der Dreiwegehahn hat

60

dabei die Funktion, den Kondensator vom Sammelrohr zu trennen und somit das Eindringen von Luft in den Abscheider zu verhindern. Gleichzeitig wird über den Hahn das Sammelrohr belüftet, damit das Pentan in den Sammelbehälter abfließen kann. Aufgrund der für eine gute Kondensationsleistung geforderten tiefen Temperaturen, wurden Kondensator, Sammelrohr und die Kugelhähne sehr stark gekühlt (ca. -80°C) und zudem sorgfältig isoliert. Hierdurch sind die Kugelhähne nicht mehr direkt zugänglich, und mussten mit einer elektro-pneumatischen Betätigung ausgerüstet werden, die zudem den Vorteil einer Fernsteuerung von der Messwarte bietet. Dies geschieht mit einer Steuereinheit am Messrechner, die sowohl eine manuelle Betätigung als auch einen automatisierten Entleerungsvorgang durch eine in das Messprogramm integrierte Schleusenroutine erlaubt, siehe auch Abschnitt 4.3.

Als Kältemaschine zur Kühlung des Kondensators und des Pentansammelrohres wurde ein zweistufiger Kryostat der Firma Huber gewählt (Kälteleistung 7 kW, Kälteträger Ethanol), der bereits am Institut vorhanden war. Der Kälteträger wird mit Hilfe eines im Gerät integrierten Badthermostaten zuerst unten in das als Doppelmantel ausgeführte Sammelrohr gepumpt, tritt am oberen Ende aus und wird über eine Zwischenleitung in den Kondensator aus Edelstahl geleitet. Von dort gelangt er nach Durchströmen des Kondensators im Gegenstrom wieder zurück in den Badthermostaten. Das Sammelrohr mit einem Fassungsvermögen von ca. 1000 ml ist unten und oben jeweils mit einem Druckaufnehmer und im Inneren mit einem Sensor zur Messung der Pentantemperatur ausgerüstet, die zur Bestimmung des Pentanstandes im Rohr dienen. Dies geschieht über die Messung des statischen (Pentan) Drucks unten im Rohr, von dem der oben gemessene (Pentan) Dampfdruck abgezogen wird. Da aus Genauigkeitsgründen eine möglichst große Druckdifferenz gemessen werden sollte, Pentan jedoch eine sehr geringe Flüssigkeitsdichte von ca. 0.6 kg/l (bei 20°C) besitzt, wurde die Höhe des Sammelrohres auf 1,5 m festgelegt. Die über die Druckaufnehmer ermittelte Druckdifferenz wird dann mit der berechneten Pentandichte²⁶ korrigiert, wodurch die jeweilige Füllhöhe im Rohr angegeben werden kann. Zusammen mit den elektro-pneumatisch ansteuerbaren Kugelhähnen ist das Ablassen des Pentans in den Auffangbehälter bei Erreichen einer definierbaren Füllhöhe automatisch durch den Messrechner steuerbar.

²⁶ Die Berechnung der Dichte geschieht in Abhängigkeit von der Temperatur, mit dem Fluid im Sättigungszustand.

Der Kondensator selbst ist eine Edelstahl-Konstruktion aus fünf 16 mm Rohren, die von einem Hüllrohr umgeben sind. Die 16 mm Rohre und das Hüllrohr sind zwischen zwei Flansche eingeschweißt, vor die jeweils ein Adapterflansch geschraubt wird, um eine einzelne Anschlussleitung zu erhalten. Die Kühlsole gelangt über eine Zuleitung am Hüllrohr in den Raum zwischen den 16 mm Rohren, und verlässt über eine auf der gegenüberliegenden Seite gelegene Ablaufleitung den Mantelraum wieder. Die für die Kondensation zur Verfügung stehende Fläche der 16 mm Rohre beträgt ca. 0,1 m² bei einem Innenvolumen von ca. 0,4 l.

Da während der Versuche aus dem Versuchsstoffgemisch oder durch eventuelle Undichtigkeiten Inertgase in den Abscheider und Kondensator gelangen können, wurde zwischen Kondensator und Sammelrohr eine Entlüftungsleitung mit Absperrventil vorgesehen, die direkt an eine Vakuumpumpe angeschlossen ist. Hierüber lässt sich die Anlage vor und während der Versuche evakuieren. Um die Pentanverluste durch die Vakuumpumpe so gering wie möglich zu halten, ist zwischen Kondensator und Pumpe eine groß dimensionierte Glaskühlfalle geschaltet, die mit flüssigem Stickstoff in einem Dewar Gefäß gekühlt wird.

Neben den versuchsstoffberührenden Bauteilen sind noch einige zusätzliche Komponenten zu nennen, ohne die der Betrieb der Versuchsanlage nicht möglich wäre.

Bei dem Ölthermostaten zur Beheizung der Klimakammer handelt es sich um ein Gerät der Firma Single, der mit dem verwendeten Wärmeträger Marlotherm S in einem Temperaturbereich von 0 bis 305°C eingesetzt werden kann. Um Temperaturen unterhalb der Umgebungstemperatur zu fahren oder bei einem Temperaturwechsel ein schnelles Abkühlen des Öls zu erreichen, ist der Thermostat an das Kühlwassernetz des Technikums angeschlossen. Die Regelung erfolgt dabei selbsttätig durch das Gerät über ein Magnetventil. Der Massenstrom des Wärmeträgers kann in einem Bereich von 1 bis 80 l/h bei maximal 11 bar Druckdifferenz und die Heizleistung von 0 bis 9 kW elektronisch am Gerät eingestellt werden. Heizen bzw. Kühlen geschieht durch getaktetes Einschalten der Regelheizung bzw. durch Öffnen des Kühlwasserventils. Als Regelungsparameter wurde die interne Vorlauftemperatur des Wärmeträgeröls gewählt, die direkt am Gerät eingestellt werden kann. Alternativ wäre auch die Regelung mit Hilfe eines externen Temperaturfühlers (z.B. PT100) möglich.

Bei dem Dampferzeuger zur Beheizung der Vergleichsstrecke handelt es sich um das Modell Vakutherm VT06 der Firma GWK. Dieses Gerät arbeitet ausschließlich im
Unterdruckbereich bei Drücken von 0,1 bar bis 0,9 bar. Die Wahl des Wärmeträgers richtet sich nach dem gewünschten Temperaturbereich, da der verfügbare Temperaturbereich des Heizdampfes durch die jeweiligen Siedetemperaturen des Wärmeträgers bei 0,1 bar und 0,9 bar festgelegt ist. Bei den vom Hersteller zugelassenen Wärmträgern steht allerdings nur eine maximale Temperaturspreizung von ca. 50°C zwischen der unteren und oberen Druckgrenze zur Verfügung, weshalb der Wärmeträger je nach benötigter Betriebstemperatur u.U. gewechselt werden muss.

Der Dampferzeuger ist mit einer Vakuumpumpe ausgerüstet, die das Gerät beim Einschalten und während des Betriebs evakuiert um durch eventuelle Undichtigkeiten eingedrungenes Inertgas aus dem System zu entfernen. Zusätzlich wird die Pumpe für ein schnelleres Erreichen der Betriebstemperatur des Verbrauchers genutzt – in diesem Fall die Vergleichsstrecke –, indem die Pumpe elektronisch in unterschiedlichen Intervallen selbsttätig eingeschaltet wird, um den Heizdampf durch das "System zu saugen". Die maximale Heizleistung der drei Heizpatronen beträgt 6 kW und wird ebenfalls elektronisch geregelt. Als Regelparameter können verschiedene Temperaturen im Gerät selbst oder auch ein externes Temperatursignal (PT100) gewählt werden. Die für diese Anwendung gewählten Parameter sind zum einen die intern gemessene Dampfaustrittstemperatur und zweitens die Temperatur-differenz Dampfaustritt und Dampfeintritt, die auf einen Richtwert von maximal ein Kelvin eingestellt wurde.

Da während des Anlagenbetriebs und beim Ansetzen eines neuen Versuchsstoffgemisches das Austreten von Pentan aufgrund von Undichtigkeiten nicht ausgeschlossen werden kann, die niedrige Zündtemperatur (285°C, Flammpunkt -35°C) und Explosionsgrenze (1,4 Volumenprozent Pentan in Luft, Daten aus EG - Sicherheitsdatenblatt [48]) des Pentans jedoch zu kritischen Situationen führen können, sind verschiedene Sicherheitseinrichtungen an der Anlage vorgesehen worden. Um das Austreten von Pentan aus den Versuchsstrecken im Inneren der Klimakammer zu überwachen, beispielsweise ausgelöst durch das Versagen der Schauglasdichtungen oder einen Schauglasbruch, wird kontinuierlich Luft aus dem Inneren der Kammer über eine Rohrleitung abgesaugt. Diese wird von einem speziellen Analysesensor hinsichtlich ihres Pentangehalts überprüft. Eine zweite Messstelle befindet sich im Bereich des Vorratsbehälters, die ebenfalls von diesem Sensor kontrolliert wird. Wird in der analysierten Luft ein volumetrischer Pentananteil von 20% der unteren Explosionsgrenze detektiert, löst der Sensor einen optischen Voralarm aus. Kann die Un-

63

dichtigkeit nicht rechtzeitig lokalisiert und beseitigt werden, wird bei Erreichen von 30% der unteren Explosionsgrenze zu dem optischen Signal eine akustische Warnung geschaltet, die das vollständige Abschalten der Versuchsanlage erfordert.

Um die Explosionsgefährdung durch austretendes Pentan so weit wie möglich zu minimieren, ist am Vorratsbehälter und unterhalb der Klimakammer eine Luftabsaugung angebracht worden, die im Fall einer Leckage verdampftes Pentan aus dem Bereich der Versuchsanlage in die Atmosphäre außerhalb des Technikums befördert. Die Absaugung wird während der Experimente und solange sich ein Versuchsstoffgemisch mit einer Konzentration größer 10% Pentan im Vorratsbehälter befindet kontinuierlich betrieben. Der Luftdurchsatz beträgt ca. 25 m³/min.

4. Messtechnik

Um die Versuchsanlage unter sehr unterschiedlichen Versuchsbedingungen betreiben zu können und dabei gleichzeitig eine möglichst geringe Messunsicherheit zu gewährleisten, mussten die Anforderungen an die Sensoren und Erfassungssysteme der Messtechnik im voraus möglichst genau spezifiziert werden. Neben der Auswahl des jeweils geeigneten Sensortyps, galt dies auch für die Festlegung der Anzahl, Position und des Messbereiches (=> Messunsicherheit abhängig vom Messbereich) der jeweiligen Sensoren.

Die technisch am schwierigsten zu realisierenden Messaufgaben lagen dabei vor allem in der Druck- und Temperaturbestimmung in den Versuchsstrecken. Problematisch war hier weniger, einen Kompromiss aus der Größe des Messbereichs – Druck 0 bis 10 bar bzw. Temperatur ca. 20°C bis 200°C – und der damit verbundenen Messunsicherheit zu finden; vielmehr zeigte sich, dass neben den rein messtechnisch bedingten Unsicherheiten vor allem die jeweiligen Randbedingungen im Um-feld der Sensoren eine wichtige Rolle für die Zuverlässigkeit der Messung spielen.

In den einzelnen Abschnitten des folgenden Kapitels soll daher neben der Beschreibung der verwendeten Sensoren zur Temperatur- und Druckmessung sowie der Messdatenerfassung vor allem auf die erschwerenden Randbedingungen – wie z.B. Anordnung der Sensoren in den Versuchsstrecken, Einfluss des Temperatur- und Strömungsfeldes – der jeweiligen Messaufgabe eingegangen werden. Danach wird eine Abschätzung der zu erwartenden Unsicherheit für die Druck- und Temperaturmessung vorgestellt. Am Ende dieses Kapitels wird die Methode zur Anfangs- bzw. Restgehaltbestimmung des Pentans detailliert behandelt.

4.1 Temperaturmessung

4.1.1 Temperaturmessung mit Thermoelementen

Bei der Messung der Fluid- und Heizwandtemperaturen wird aus verschiedenen Gründen hauptsächlich mit Thermoelementen gearbeitet. Im Falle der Heizwandtemperaturmessung der elektrisch beheizten Ringspaltversuchsstrecke war dieses Messprinzip von vornherein festgelegt, da sich Thermoelemente als die am besten geeigneten Sensoren für den Einsatz in Versuchsrohren herausgestellt haben und sie am Lehrstuhl schon über einen langen Zeitraum und in großer Zahl zur Untersuchung des Behälterblasensiedens verwendet werden.

Die Wahl von Thermoelementen lässt sich in erster Linie durch das Funktionsprinzip begründen, welches für diese Anwendung verschiedene Vorteile gegenüber Temperatursensoren mit anderen Funktionsprinzipen bietet. Das grundlegende Funktionsprinzip eines Thermoelementes wurde zuerst von Seebeck [49] beschrieben und soll an dieser Stelle nicht im Detail erklärt werden²⁷. Im Folgenden soll vielmehr auf die in dieser Anlage verwendete Messtechnik zur Erfassung der Thermospannungen und die realisierte Temperaturkompensation der Messschaltung eingegangen werden.

In Bild 4.1 ist das Schema des Temperaturmessungsprinzips dieser Versuchsanlage durch ein Thermoelement mit einer Materialpaarung aus reinem Nickel und einer Nickel-Chrom Legierung abgebildet. An der Messstelle sind die beiden Metalldrähte miteinander verbunden, die jeweils zu einer Vergleichsstelle weitergeführt werden. Wird die Messstelle auf die Temperatur T_{MS} erwärmt und bleibt die Temperatur der Vergleichsstelle T_{VS} konstant, entsteht eine Thermospannung, die über zwei Anschlussleitungen aus Kupfer zu einem Spannungsmessgerät weitergeleitet werden kann. Da die zu den jeweiligen Thermospannungen gehörenden Temperaturdifferenzen dieser Materialpaarung bekannt sind, kann über den Messwert des Voltmeters die Temperaturdifferenz zwischen Vergleichsstelle und Messstelle ermittelt werden. Mit dem Temperaturmesswert der Vergleichsstelle lässt sich somit die Absoluttemperatur der Thermoelementmessstelle bestimmen.



Bild 4.1: Schematische Darstellung der in der Versuchsanlage angewendeten Temperaturmesstechnik mit Nickel/Chrom-Nickel Thermoelementen

²⁷ Eine detaillierte Beschreibung des thermoelektrischen Effektes ist bei Körtvelyessy [50] zu finden.

Die Entstehung der Thermospannung kann allerdings auch nach dem heutigen Stand der Wissenschaft noch nicht geschlossen erklärt werden, weshalb man zur Berechnung der Temperatur aus der Thermospannung auf Erfahrungswerte angewiesen ist, die sich am besten in einer Taylor-Reihe darstellen lassen, siehe Körtvelyessy [50]. Die allgemeine Form einer Taylor-Reihe lautet:

$$E = \sum_{i=0}^{n} a_i T^i$$
(4.1)

mit *E* als gemessener Thermospannung in μ V und *T* als berechneter Temperatur. Zur Berechnung der Thermospannung für die an dieser Anlage eingesetzte Materialpaarung Nickel/Nickel-Chrom wird von Körtvelyessy folgende Gleichung angegeben (Temperaturbereich von 0°C bis 1372°C)

$$E = \sum_{i=0}^{8} A_{i} \cdot T^{i} + A_{g} \cdot \exp\left[-\frac{1}{2} \cdot \left(\frac{T - A_{10}}{A_{11}}\right)^{2}\right]$$
(4.2)

und den Koeffizienten $A_0 = -18,533$, $A_1 = 38,918$, $A_2 = 1,6645 \cdot 10^{-2}$, $A_3 = -7,8702 \cdot 10^{-55}$, $A_4 = 2,2835 \cdot 10^{-7}$, $A_5 = -3,57 \cdot 10^{-10}$, $A_6 = 2,9932 \cdot 10^{-13}$, $A_7 = -1,2849^{-16}$, $A_8 = 2,2239 \cdot 10^{20}$, $A_9 = 125$, $A_{10} = 127$ und $A_{11} = 65$ [50].

Die Genauigkeit dieser Gleichung beträgt bei einem Thermoelement dieser Materialpaarung im Temperaturbereich von 0°C bis 400°C \pm 0,07 K, siehe [50].

Da Gleichung 4.2 nicht geschlossen nach T = f(E) aufzulösen ist, muss sie mit Hilfe eines Iterationsverfahrens gelöst werden. Dies geschieht durch das Newton-Verfahren, das im Messprogramm des Rechners hinterlegt ist und aus den Thermospannungsmesswerten direkt die Temperaturdifferenz zwischen der Messspitze des Thermoelements und der Vergleichsstelle berechnet. Um die absolute Temperatur an der Messspitze zu erhalten, muss zu diesem Wert noch die Temperatur der Vergleichstelle addiert werden²⁸.

Der Vorteil der Temperaturmessung mit einem Thermoelement liegt hier vor allem darin, dass die Sensoren sehr klein ausgeführt werden können, da nur die Messspitze auf die zu messende Temperatur gebracht werden muss und die Größe der Spitze oder der Drahtdurchmesser keinen Einfluss auf die Höhe der Thermospannung

²⁸ Die Temperatur der Vergleichsstelle wird hier durch ein Platinthermometer mit einem Normwiderstand von 1000 Ω gemessen (PT 1000). Auf die Temperaturmessung mit Platinthermometern wird weiter unten in diesem Kapitel näher eingegangen.

haben. Insofern sind diese Sensoren besonders geeignet zur Messung der lokalen Heizwandtemperaturen in einem Versuchsrohr. Hier müssen einerseits Störungen des Wärmeflusses vom Heizleiter über den Kupferkern zum Außenrohr durch besonders kleine Temperaturfühler minimiert werden (Inhomogenitäten im Rohrgefüge durch den Sensor), und andererseits soll eine hohe räumliche und zeitliche Auflösung des Temperatursignals gewährleistet werden. Bei den bisher am Institut hergestellten Versuchsrohren wurde dies je nach Problemstellung mit Thermoelementen der Durchmesser 0,5 mm oder 0,25 mm erreicht. Bei den Versuchsrohren dieser Anlage wurden Miniatur-Mantel-Thermoelemente (Ausführung Typ K) der Legierung Nickel/Nickel-Chrom mit isolierter Messspitze und 0,5 mm²⁹ Außendurchmesser der Firma THERMOCOAX verwendet.

Die baugleichen Thermoelemente werden zur Messung der Dampftemperaturen in der Fallrohrstrecke und verschiedener Lufttemperaturen in der Klimakammer eingesetzt. Um die Thermoelemente zur Messung der Heizdampftemperatur druckdicht im Dampfraum befestigen zu können, wurden diese in 2 mm Röhrchen weich eingelötet, welche wiederum über Swagelok Adapterverschraubungen an den Fallrohrsegmenten montiert wurden (zur Thermoelementmontage siehe auch Abschnitt 4.1.2). Da sich im Laufe des Projektes herausstellte, dass zusätzliche Informationen über die tatsächlichen Temperaturen der Versuchsstreckenflansche benötigt werden, werden deren Temperaturen ebenfalls mit 0,5 mm Thermoelementen erfasst³⁰.

4.1.2 Einfache Fluidtemperaturmessung

Zur Messung der Fluidtemperaturen in der Ringspalt- und der Fallrohrversuchsstrecke werden ebenfalls Thermoelemente eingesetzt. Für einen Großteil der bisher durchgeführten Experimente wurden dafür ebenfalls 0,5 mm Thermoelemente verwendet. Zu Begin des Projektes waren allerdings noch Thermoelemente mit 2 mm Durchmesser und sehr hoher mechanischer Stabilität zur Fluidtemperaturmessung vorgesehen, da das Umknicken zu dünner Sensoren in der hochviskosen Strömung

²⁹ Die bessere zeitliche und räumliche Auflösung der 0,25 mm Thermoelemente gegenüber den 0,5 mm Thermoelementen, wie sie zum Teil bei den Versuchsrohren des Behältersiedens benötigt wird, wurde als weniger wichtig angesehen, da aufgrund der begrenzten Anzahl insbesondere die höhere Ausfallsicherheit und mechanische Stabilität der 0,5 mm Thermoelemente gefordert waren.

³⁰ Aus diesem Grund wurden während einer Revision der Ringspaltversuchsstrecke (Strecke wurde zerlegt) Bohrungen mit 1 mm Durchmesser und 30 mm Tiefe in die Flansche (insgesamt 40 Stück) gesetzt, um deren jeweilige Temperatur mit Hilfe von 0,5 mm Thermoelementen zu bestimmen.

befürchtet wurde. Erste Messungen mit diesen zeigten jedoch systematische Messfehler, da die Temperatur an der Messspitze sehr stark durch Wärmeableitung über den Mantel an die Thermoelementeinspannung beeinflusst wurde³¹. Um die vorhandenen Thermoelementaufnahmen für die 0,5 mm Thermoelemente dennoch nutzen zu können, wurden diese in Edelstahlröhrchen mit 2 mm Außen- und 1 mm Innendurchmesser weich eingelötet, die einerseits zur Montage der Thermoelemente an den Versuchsstrecken dienen und andererseits die relativ instabilen 0,5 mm Thermoelemente mechanisch verstärken. Das Röhrchen selbst wurde mit Hilfe eines Einschraubadapters und einer 2 mm Swagelok Klemmring Rohrverschraubung am Außenrohr der Ringspaltstrecke bzw. in den Segmentflanschen der Fallrohrstrecke befestigt. Hierbei war vor allem darauf zu achten, dass die Messspitze jeweils genau in der Mitte des Ringspaltes (d.h. 2,5 mm von der Heizwand) bzw. des Fallrohres (d.h. 6 mm von der Heizwand) positioniert wurde, um vergleichbare Messwerte entlang der Versuchsstrecken zu erhalten. Die Konstruktion der Thermoelementaufnahme und die Positionierung des 0,5 mm Thermoelementes im Ringspalt zeigt Bild 4.2.



Bild 4.2: Konstruktion der Thermoelementaufnahme mit 2 mm Edelstahlrohr, Swagelok Verschraubung im Adapterflansch (1.4571, auf dem Außenrohr angeschweißt) und der Thermoelementspitze in Ringspaltmitte (2,5 mm)

³¹ Dies hängt insbesondere mit der nur unzureichenden Eintauchtiefe des Thermoelementes in das Fluid zusammen. Laut Hersteller (Thermocoax) sollte diese dem siebenfachen Außendurchmesser des Thermoelementes entsprechen – hier also 14 mm, statt der tatsächlichen 3,5 mm. Dies war nur mit einem deutlich kleineren Außendurchmesser des TE zu realisieren: 0,5 mm x 7 = 3,5 mm.

Um Wärmeab- oder auch Zufluss durch das 2 mm Halteröhrchen an die Messspitze so gut wie möglich ausschließen zu können, ragen die Thermoelemente 7 mm heraus, entsprechend einer freien Länge von 14 x Außendurchmesser. Vor dem Einbau der Thermoelemente wurden diese in einem Strömungsexperiment mit reinem Silikonöl M1000k bei einer Umgebungstemperatur von ca. 18°C auf ihre mechanische Belastbarkeit hin getestet. Da diese Bedingungen deutlich ungünstiger waren als die, die im ungünstigsten Fall während der Experimente zu erwarten waren, konnte ein Umknicken der Thermoelementspitze im Betrieb ausgeschlossen werden.

Die Fallrohrstrecke ist jeweils in den Flanschen vor und nach einem Schauglas mit einem Thermoelement ausgestattet (insgesamt also mit 10 Thermoelementen), während bei der Ringspaltstrecke 56 mm nach Begin eines jeden Segmentes, sowie am Abschlussflansch am Ende der Versuchsstrecke ein Thermoelement montiert wurde (acht Thermoelemente), siehe auch Abschnitt 3.5 und 3.6.

4.1.3 Dreifache Fluidtemperaturmessung

Im Laufe des Projektes stellte sich heraus, dass die oben beschriebene einzelne Fluidtemperaturmessstelle pro Segment für eine zuverlässige Bestimmung des Wärmeübergangs nicht ausreichend ist. Nicht zu vernachlässigbare Unterschiede zwischen den durch Energiebilanzen berechneten und den gemessenen Fluidtemperaturen – siehe Abschnitt 6.5 – ließen darauf schließen, dass stark ausgeprägte, nichtlineare Temperaturgradienten radial über den Ringspalt existieren³². Daraus ergab sich die Notwendigkeit – und zugleich das messtechnische Problem –, die Fluidtemperatur in jedem Segment radial über den Ringspalt an mehreren Stellen messen zu können.

Die zuerst favorisierte Lösungsvariante, die jedoch aufgrund mechanischer sowie thermischer Schwierigkeiten relativ schnell wieder verworfen wurde, bestand aus einem radial über den Ringspalt verschiebbaren Thermoelement.

Die zweite – und letzten Endes auch realisierte – Variante besteht aus drei 0,25 mm Thermoelementen, die mit Hilfe eines Trägersystems an verschiedenen Positionen im Ringspalt gehalten werden, siehe Bild 4.3. Als Halterung wird weiterhin ein Edelstahlrohr verwendet, welches allerdings aufgrund des größeren Platzbedarfs der drei

³² Die Existenz eines Temperaturprofils radial über den Ringspalt wurde schon vor den ersten Berechungen angenommen, allerdings nicht in so stark ausgeprägter Form wie später gemessen wurde.

Thermoelemente nun einen Durchmesser von 4 mm statt 2 mm aufweist, mit einer dementsprechend angepassten Rohrverschraubung am Außenrohr.

Um die Sensoren an genau definierten Positionen im Ringspalt fixieren zu können, ist in das Rohr ein Halteblech aus Edelstahl eingelassen, auf dem die Thermoelemente durch Weichlöten befestigt werden. Der Abstand der aufgelöteten Thermoelemente zueinander beträgt jeweils 1,5 mm. Die freie Länge der 0,25 mm Thermoelemente in Strömungsrichtung³³ beträgt 3 mm (zwischen Messspitze und Blechhalter), entsprechend einem Länge / Durchmesserverhältnis von 12 x D.

Da die Thermoelemente definiert im Ringspalt positioniert werden mussten, war insbesondere der Abstand zwischen Innenrohr und Dichtfläche genau zu vermessen. Anhand dieses Maßes wurde die Dichtfläche der Klemmringverschraubung auf dem 4 mm Rohr derart ausgerichtet und verschraubt, dass das erste Thermoelement (Position 1) nach der endgültigen Montage in der Versuchsstrecke einen Abstand von einem Millimeter von der Oberfläche des Innenrohres besitzt.



Bild 4.3: Erste Version (I) des Dreifach-Temperatursensors mit 0,25 mm Thermoelementen auf einem Blechträger, 4 mm Edelstahlrohr, Swagelok Verschraubung im Adapterflansch (auf dem Außenrohr angeschweißt), sowie den Positionen der Thermoelementmessspitzen im Ringspalt

³³ Ein größerer Wert ließ sich bei dieser Konstruktion aufgrund der Begrenzung durch die 6 mm Bohrung des Adapterflansches nicht realisieren, da bei der Montage des Halters als Sicherheit gegen Beschädigungen noch ein Mindestspiel (Halter mit TE: 5 mm Höhe) zur Verfügung stehen musste.

Dabei musste neben der Stärke der Dichtung auch das Setzen der Verschraubung auf dem 4 mm Rohr berücksichtigt werden³⁴, da eine nachträgliche Änderung der Lage auf dem Rohr nicht mehr möglich ist. Durch einen Abstand von jeweils 1,5 mm zwischen den Thermoelementspitzen ergibt sich somit für das zweite Thermoelement ein Abstand von 2,5 mm (Position 2), und für das Dritte ein Abstand von 4 mm (Position 3) von der Heizwandoberfläche des Innenrohrs. Beispiele für die mit dieser Messanordnung gewonnenen Messwerte sowie der Vergleich mit der einfachen Fluidtemperaturmessung folgen in Abschnitt 6.5.

Aufgrund der ersten Versuchsergebnisse mit der neuen Messtechnik sowie den bisherigen Erfahrungen mit den 0,5 mm Thermoelementen hinsichtlich des Wärmzubzw. Abflusses an die Thermoelementspitze ergab sich allerdings die Vermutung, dass auch bei diesen Sensoren u.U. mit einem systematischen Messfehler durch Wärmeleitung zu rechnen sei. Bei einigen Messzuständen konnte im Bereich der Heizwand ein sehr stark ausgeprägtes radiales Temperaturprofil von bis zu 60 K/mm festgestellt werden. Da der Edelstahl des Trägermaterials sowie des Thermoelementmantels mit 17 W/(m·K) eine wesentliche bessere Wärmeleitfähigkeit besitzt als das Versuchsstoffgemisch mit ca. 0,17 W/(m·K), wurde vermutet, dass sich insbesondere am Thermoelement an der ersten Position ein nicht zu vernachlässigender Wärmestrom von der Messspitze über den Mantel und das Trägermaterial zu dem deutlich kühleren Außenbereich des Ringspaltes einstellt. Dies hätte zur Folge, dass die an der Messspitze ermittelte Temperatur zu niedrig wäre.

Um diese Hypothese zu überprüfen, wurde eine zweite Version (Ib) des Dreifachsensors gebaut, der an Position 1 zusätzlich ein viertes Thermoelement mit einer freien Länge von 1,5 mm in Strömungsrichtung besitzt. Durch das verkürzte Thermoelement sollten Informationen über den Temperaturabfall entlang des Thermoelementes an Position 1 gewonnen werden, um somit Rückschlüsse auf die tatsächliche Temperatur an dessen Messspitze ziehen zu können, siehe Bild 4.4. Diese Version wurde in das vierte Segment der Ringspaltstrecke eingebaut und einige der bisher schon mit den Dreifachsensoren durchgeführten Experimente nachgefahren.

³⁴ Serienmäßige Verschraubungen besitzen im Inneren einen Anschlag, auf dem sich das Rohr bei der Montage abstützt. Die hier verwendeten Verschraubungen mussten allerdings für das Durchschieben der 4 mm Rohre aufgebohrt werden, weshalb dieser Anschlag nicht mehr vorhanden ist. Da es keine Angaben zum Setzverhalten der Swagelok-Verschraubungen bei der Montage ohne den Anschlag gibt, wurde die Länge, um den sich das Rohr verschiebt, in einer Versuchsreihe mit 10 Verschraubungen untersucht. Es zeigte sich, dass die Verschiebung – 0,4 mm \pm 0,05 mm bei genauer Befolgung der Anziehvorschrift – reproduzierbar ist. Bei der Positionierung der Verschraubung auf dem Rohr musste diese Länge noch zusätzlich berücksichtigt werden.



Bild 4.4: Dreifach-Temperatursensor mit Halteblech und einem zusätzlichen vierten verkürztem Thermoelement an Position 1 (Version Ib)

Bild 4.5 zeigt die Fluidtemperaturen entlang der Ringspaltstrecke für das Experiment mit den am stärksten ausgeprägten Temperaturgradienten. Es ist zu erkennen, dass mit dem verkürzten Thermoelement eine deutlich niedrigere Temperatur gemessen wurde, als mit dem längeren Thermoelement an Position 1.



Bild 4.5: Fluidtemperaturverlauf entlang der Ringspaltversuchsstrecke mit zusätzlichem viertem Thermoelement (verkürzt) an Position 1 in Segment V

Mit Hilfe der beiden Messwerte an Position 1 sowie der Temperaturen an Position 2 und 3 sollten nun die tatsächlichen Fluidtemperaturen im Ringspalt und die Temperaturverteilung im Thermoelementträger berechnet werden. Hierfür wurde die von Baehr/Stephan [3] aus der Differentialgleichung für linearen Wärmefluss abgeleitete Temperaturverteilung in einem Stab mit gleich bleibendem Querschnitt verwendet:

$$T_{x} = \frac{\cosh m \cdot (L - x) + (\alpha_{L} / (m \cdot \lambda)) \cdot \sinh m \cdot (L - x)}{\cosh m \cdot L + (\alpha_{L} / (m \cdot \lambda)) \cdot \sinh m \cdot L} \quad (4.3) \quad \text{und} \quad m^{2} = \frac{\alpha \cdot U}{\lambda \cdot A_{q}} \quad (4.4)$$

mit der Länge *L*, der Querschnittsfläche A_q , dem Umfang *U* und der Wärmeleitfähigkeit λ des Stabes, sowie den Wärmeübergangskoeffizienten an der Stirnfläche und entlang des Stabes α_L und α . Allerdings konnten keine genauen Angaben zum Wärmeübergang gemacht werden, da in dem betrachteten Bereich der Versuchsstrecke eine 2-Phasenströmung vorlag. Des Weiteren stand auch kein verlässlicher Wert für die axiale Wärmeleitfähigkeit des Thermoelementes zur Verfügung³⁵, weshalb der tatsächlich vorliegende Zustand nur annähernd abgeschätzt werden konnte³⁶.

Bild 4.6 zeigt ein Beispiel für die Abschätzung der Fluid- und Halteblechtemperaturen. Die Wärmeübergangskoeffizienten α_{L} und α wurden mit 215 W/(m²·K)³⁷ angenommen während für die axiale Wärmeleitfähigkeit des Thermoelementes und des Haltebleches ein Wert von 16 W/(m·K) gewählt wurde (dabei Wärmeleitung nur über den Edelstahlmantel des Thermoelementes mit einer Dicke von 0,03 mm). Allerdings lieferte die Abschätzung abhängig von den jeweils gewählten Werten für die Wärmeübergangskoeffizienten und die axiale Wärmeleitfähigkeit der Thermoelemente sehr unterschiedliche Ergebnisse – die berechnete Fluidtemperatur an Position 1 variierte beispielsweise zwischen +0,5 K und +8,5 K zu der gemessenen Temperatur. Aus diesem Grund sollte die durch einen "Wärmeleitfehler" bedingte Messunsicherheit der Sensoren auf einem "Wärmeleit-Prüfstand" untersucht werden.

³⁵ Da die verwendeten Thermoelemente aus einer mit Magnesiumoxid gefüllten Edelstahlhülle bestehen, in der die eigentlichen "Thermodrähte" verlaufen, konnte für die Wärmeleitfähigkeit nicht der gesamte Querschnitt mit der Wärmeleitfähigkeit von Edelstahl angesetzt werden. Genaue Werte der tatsächlichen Wärmeleitfähigkeit waren vom Hersteller nicht zu erhalten.

 $^{^{36}}$ Dies geschah mit Hilfe eines in Excel angefertigten Kalkulationsprogramms, in dem verschiedene Annahmen für α und λ durchgespielt wurden. Als Randbedingungen wurden die gemessenen Temperaturen an Position 1 sowie verschiedene Manteldicken des Thermoelementes gewählt.

³⁷ Dieser Wert entspricht in etwa (±20%) dem Wärmeübergangskoeffizienten, der bei einer einphasigen Strömung bei ansonsten gleichen Versuchsbedingungen am Mantel der Thermoelemente zu erwarten wäre; Abschätzung mit Hilfe des VDI-Wärmeatlas, Abschnitt Ge [51]



Bild 4.6: Mit Variante Ib (zusätzliches verkürztes viertes TE) des Dreifachsensors gemessene Fluidtemperaturen im Ringspalt (siehe auch Temperaturverlauf in Bild 4.5) sowie den daraus abgeschätzten Temperaturwerten des Haltebleches und des Versuchsstoffes



Bild 4.7: Prüfstandsversion des Dreifach-Temperatursensors mit Halteblech; zusätzliche Thermoelemente auf dem Halteblech an Position 1 und 3 sowie drei Thermoelemente zur Lufttemperaturmessung an Position 1, 2 und 3 Hierfür wurde eine weitere Version (Ic) des Dreifachsensors gebaut, bei dem das Trägerrohr des Dreifachsensors mit einem elektrischen Heizleiter und das Trägerblech mit zwei zusätzlichen 0,25 mm Thermoelementen zur Messung der Trägertemperatur ausgerüstet sind, siehe Bild 4.7. Die Trägerthermoelemente wurden dabei jeweils direkt unterhalb der Basis der Fluidthermoelemente 1 und 3 angelötet. Der Sensor wurde dann mit Hilfe einer Halterung über einer Präzisionsluftdüse montiert, die mit Hilfe eines dazugehörigen Druckreglers einen laminaren Luftstrom definierter Geschwindigkeit erzeugen kann³⁸. Da der Thermoelementträger durch den Heizleiter beheizbar ist, lässt sich an der Basis der Fluidthermoelemente eine gegenüber dem Luftstrom höhere Temperatur einstellen, jeweils abhängig von der Strömungsgeschwindigkeit und der Heizleistung. Aufgrund der Ergebnisse aus der oben beschriebenen Abschätzung war dementsprechend zu erwarten, dass die Fluidthermoelemente durch die Temperaturerhöhung an deren Basis beeinflusst werden. Mit den zusätzlich im Luftstrom gegenüber den Fluidthermoelementen ($T_{Fluid x}$) angebrachten 0,25 mm Luftthermoelementen ($T_{Luft,x}$) konnte über die Temperaturdifferenz T_{Fluid,x} - T_{Luft,x} der Effekt der Beheizung an der Thermoelementbasis direkt gemessen werden.

Der Vorteil dieser Prüfstandesanordnung besteht vor allem darin, dass verschiedene Varianten des Sensors bei jeweils gleichen Versuchsbedingungen untersucht und verglichen werden können, da sich die Einstellung der Strömungsgeschwindigkeit an der Präzisionslüftdüse sehr gut reproduzieren läst. Wie zu erwarten, konnten Abweichungen zwischen der tatsächlichen Lufttemperatur und den Messwerten der Fluidthermoelemente festgestellt werden, die je nach eingestellten Versuchsbedingungen und der Position im ungünstigsten Fall bis zu 10 K betragen konnten. Die vor allem qualitativ zu sehenden Ergebnisse dieser Versuchsanordnung bestätigten demnach die zu Anfang aufgestellte Vermutung eines nicht zu vernachlässigenden Messfehlers, der aufgrund des nicht genau zu bestimmenden Wärmeübergangs an den Thermoelementen in der Versuchsstrecke aber nach wie vor nicht genau spezifiziert werden konnte.

Die daraufhin entwickelte zweite Variante des Dreifachsensors mit an den Thermoelementspitzen angelöteten Rippen zeigte auf dem Prüfstand eine deutliche Verbes-

³⁸ Die laminare Luftströmung wird mit einer Normdüse erzeugt, die von einem einstellbaren Druckluftregler versorgt wird (System DISA, ursprünglich zur Kalibrierung von Luftanemometern verwendet). Über den Druckabfall über der Düse (wird mit einem Schrägrohrmanometer gemessen), den Umgebungsluftdruck (gemessen mit einem Digiquarz-Druckaufnehmer) und der Luftaustrittstemperatur aus der Düse lässt sich die Strömungsgeschwindigkeit mit einer Unsicherheit von ±0,1 m/s bestimmen.

serung bezüglich der Temperaturdifferenz zwischen Fluid- und Luftthermoelement, d.h. der Einfluss des Trägerbleches auf die Fluidtemperaturmessung konnte wesentlich verringert werden. Da der modifizierte Sensor allerdings in der Versuchsstrecke leider nicht die in ihn gesetzten Erwartungen erfüllen konnte, wurde diese Lösung verworfen und wird an dieser Stelle nicht weiter behandelt.

Die dritte und endgültige Variante der dreifachen Fluidtemperaturmessung ist in Bild 4.8 zu sehen. Hierbei handelt es sich um eine Lösung, bei der auf das Halteblech komplett verzichtet wurde, und die Stabilität der Thermoelemente nur durch gegenseitiges Abstützen gewährleistet wird. An Stelle des Haltebleches ist eine Messingführung getreten, die an der Unterseite mit einer eingefrästen Nut (0,3 mm breit, 1 mm tief) versehen wurde, in der die Thermoelemente übereinander geführt werden. Mit Hilfe eines speziell dafür angefertigten Formwerkzeugs werden die drei Thermoelemente passend ausgerichtet – die Abstände zueinander sind unverändert wie bei der ersten Variante – und dann in einem Arbeitsgang zusammen mit der Führungshülse und dem 4 mm Röhrchen miteinander verlötet. Der Vorteil dieser Anordnung liegt vor allem darin, dass die freie Thermoelementlänge jetzt ca. 5 mm und nicht mehr wie zuvor 3 mm beträgt³⁹.



Bild 4.8: Konstruktion der dritten Variante (III) des Dreifach-Temperatursensors mit Führungshülse und ohne Halteblech

³⁹ Freie Länge des Thermoelementes an der ersten Position 5 mm, an der zweiten Position 4,75 mm und an der dritten Position 4,5 mm. Im Bereich des höchsten Temperaturgradienten steht somit die größte freie Länge des Thermoelementes zur Verfügung.

Des Weiteren ist auch die radiale Wärmeleitung deutlich verringert, da insbesondere im Bereich zwischen der ersten und zweiten Messposition nur der einfache Thermoelementquerschnitt vorhanden ist. Aber auch im äußeren Bereich des Ringspalts, in dem die drei Thermoelemente miteinander verlötet sind, ist der wärmeleitende Querschnitt mit 0,2 mm² gegenüber den 1 mm² des Blechträgers deutlich kleiner. Einen potentiellen Nachteil im Vergleich zu den vorangegangenen Varianten stellt allerdings die Stabilität des Sensors dar, da maximal nur der dreifache Thermoelement Querschnitt in Strömungsrichtung zur Verfügung steht (=> 0,75 x 0,25 mm). Zur Untersuchung der Stabilität wurde der Sensor einer M1000k Silikonölströmung in einem Becherglas bei 20°C Umgebungstemperatur ausgesetzt, den dieser bei einer graden (rechtwinklig in Strömungsrichtung) Ausrichtung der Thermoelemente unbeschadet überstand. Lediglich bei einer hohen Strömungsgeschwindigkeit und gleichzeitiger schrägen Anströmung trat eine Verformung auf, die in dieser Form in der Versuchsstrecke allerdings ausgeschlossen werden kann.

Um die Verbesserung gegenüber der ersten Variante zu untersuchen, wurde von diesem Typ ebenfalls eine Prüfstandsversion gefertigt. Zur Messung der Temperatur an der Thermoelementbasis wurde ein einzelnes 0,25 mm Thermoelement an dem Übergang zwischen der Führungshülse und den drei frei verlaufenden Thermoelementen festgelötet. Um die Vergleichbarkeit der Prüfstandversuche der beiden Varianten zu gewährleisten, wurde die Leistung am Heizleiter von Variante III derart eingestellt, dass die Temperatur an deren Thermoelementbasis der Basistemperatur der ersten Variante an Position 3 entsprach. Ein Beispiel für den deutlich niedrigeren "Wärmeleitfehler" von Variante III gegenüber Variante I zeigt Bild 4.9.

Bei einer Strömungsgeschwindigkeit von 10 m/s und ca. 65°C an der Thermoelementbasis ist bei der ersten Variante an Position 3 eine maximale Abweichung von ca. 9,5°C zu erkennen, während die Temperaturdifferenz bei Variante III lediglich 3 K beträgt. Ähnliche Messergebnisse konnten bei anderen Strömungsgeschwindigkeiten und Basistemperaturen beobachtet werden. Insgesamt zeigte Variante III auf dem Prüfstand ähnlich gute Ergebnisse wie die verworfene Variante II.

Bis zum jetzigen Zeitpunkt wurde diese Variante des dreifachen Thermoelementsensors allerdings nur bei einigen Wiederholungsexperimenten in den ersten vier Segmenten der Ringspaltversuchsstrecke eingesetzt. Die mit der dritten Variante ermittelten Fluidtemperaturen waren dabei nur geringfügig höher (ca. +0,2 K) als die Messwerte der ersten Variante aus vorangegangenen Experimenten.



Bild 4.9: Links: Messwerte der Fluidthermoelemente an den drei Positionen der Variante I mit Trägerblech sowie tatsächliche Lufttemperatur Rechts: Messwerte der Fluidthermoelemente an den drei Positionen der Variante III ohne Trägerblech sowie tatsächliche Lufttemperatur

Dies und die Ergebnisse aus den Prüfstandsversuchen lassen darauf schließen, dass der Wärmeleitfehler der ersten Variante deutlich niedriger sein muss als ursprünglich befürchtet wurde. Demnach kann ein Messfehler aufgrund von radialer Wärmeleitung bei der dritten Variante des Dreifachsensors nun so gut wie ausgeschlossen werden. Aus diesem Grund wurden alle Dreifachsensoren der ersten Variante durch die neuste Variante ersetzt, so dass zum jetzigen Zeitpunkt alle Messstellen der Ringspaltversuchsstrecke mit dem neuen Sensor ausgerüstet sind.

4.1.4 Temperaturmessung mit Platinthermometern

Zur Absoluttemperaturmessung des Versuchsstoffes vor und nach den Versuchsstrecken sowie der Thermoelement-Vergleichstellen werden Platinwiderstandsthermometer verwendet. Der Grund hierfür liegt vor allem in der sehr hohen Messgenauigkeit und Langzeitstabilität dieses Sensortyps⁴⁰, siehe auch ITS-90 [52].

Zum Einsatz kommen zwei unterschiedliche Sensoren: durch Keramik gekapselte PT mit einem Grundwiderstand von 1000 Ω (PT1000) und Edelstahl gekapselte PT mit einem Grundwiderstand von 100 Ω (PT100), wobei beide Werte jeweils für eine Referenztemperatur von 0°C gelten.

Für den Zusammenhang zwischen dem elektrischen Widerstand und der Temperatur gelten als Grundwerte im Temperaturbereich von 0°C bis 850°C für Platin-Widerstandsthermometer (T in °C):

$$R_T = R_0 \cdot (1 + A \cdot T + B \cdot T^2)$$
(4.5)

mit den Konstanten A = $3,90802 \cdot 10^{-3} \circ C^{-1}$ und B = $-5,802 \cdot 10^{-7} \circ C^{-2}$. R_0 ist jeweils abhängig vom benutzten PT (100Ω oder 1000Ω). Da diese Gleichung geschlossen lösbar ist – die Gleichung lässt sich beispielsweise mit einer quadratischen Ergänzung nach *T* auflösen –, kann über den gemessenen Widerstand relativ problemlos die Temperatur berechnet werden. Hierfür ist ähnlich der Temperaturberechnung der Thermoelemente eine Berechnungsroutine in das Messwerteerfassungs-Programm integriert.

Neben den PT1000 Sensoren zur Messung der Kupferklotztemperaturen mit einer Keramikkapselung zur elektrischen Isolierung und als Schutz gegen leichte mechanische Beanspruchungen, wird die Versuchsstofftemperatur an einigen Stellen der Versuchsanlage mit PT100 Sensoren gemessen. Der Grund hierfür liegt vor allem an der Entfernung dieser Messpositionen von den Kupferquadern der Thermoelement-Vergleichsstellen, die aufgrund der verfügbaren Länge der Thermoelemente nur schwer mit diesen erreichbar wären. Außerhalb der Klimakammer sind das die Fluidtemperaturen im Dampfraum und am Auslauf des Vorratsbehälters, in der Steigleitung vor und nach dem Wärmeübertrager, sowie im Pentankondensationssystem. Innerhalb der Klimakammer wird die Versuchsstofftemperatur nach dem Mischer und im Abscheider mit PT100 Sensoren gemessen. Um eine ausreichende Stabilität ge-

⁴⁰ Platinthermometer werden in der Internationalen Temperatur Skala von 1990 (ITS-90) als Normalgerät zur Temperaturbestimmung im Bereich von 13,8033 K bis 1234,93 K festgelegt.

gen mechanische und chemische Beanspruchungen der PT100 Sensoren zu gewährleisten, sind diese neben der Keramikschicht (insbesondere zur elektrischen Isolierung) zusätzlich durch eine Edelstahlhülle (Durchmesser 2 mm) geschützt. Um die Messunsicherheit der Platinthermometer unabhängig von den Herstellerangaben zu überprüfen und zu verbessern, wurden alle PT zusätzlich kalibriert. Je nach PT-Typ (PT100 oder PT1000) wurden dabei unterschiedliche Kalibrierungen vorgenommen, die in Abschnitt 4.4 näher beschrieben werden. Dort wird ebenfalls auf die zu erwartende Messunsicherheit der PT eingegangen.

4.1.5 Verarbeitung der Temperatur-Sensorsignale

Im Folgenden soll auf die Messtechnik zur Erfassung der Sensorsignale der Thermoelemente und Platinthermometer eingegangen werden. Bild 4.10 zeigt die hierfür verwendete Messtechnik. Wie oben schon beschrieben wurde, wird bei dieser Versuchsanlage eine Thermoelementmesstechnik mit Temperaturkompensation verwendet. Infolge dessen muss die Temperatur der Verbindungsstelle zwischen dem Thermoelementmaterial und den Kupferanschlussleitungen zur Ermittlung der Absoluttemperatur an der Thermoelementspitze unbedingt bekannt sein.

Da bei der großen Zahl von Thermoelementen die Messung aller Verbindungsstellen mit Platinthermometern sehr aufwendig wäre, sind alle Buchsen der Steckverbindungen in Kupferquader eingelassen, deren Temperaturen jeweils mit einem PT1000 gemessen werden. Die Temperatur der PT1000 wird dabei auf die gleiche Weise ermittelt, wie die der restlichen PT100. Insgesamt sind sechs Kupferquader (Länge 160 mm, Breite 50 mm, Höhe 50 mm) mit jeweils 16 Steckplätzen vorhanden, die außerhalb der Klimakammer auf drei verschiedenen Ebenen angeordnet sind⁴¹.

Die Verbindung zwischen Thermoelement und Ausgleichsleitung im Kupferquader geschieht über ein Stecker-Buchsensystem der Firma Lemosa (LEMO-System, einsetzbar bis 255°C, Thermocoax [53]), um eine fehlerfreie Übertragung des Messsignals sicherzustellen. Zusätzlich soll die gute Wärmeleitfähigkeit des Kupfers eventuelle Temperaturunterschiede in der Umgebung eines Quaders ausgleichen.

⁴¹ Ursprünglich waren nur vier im Inneren der Klimakammer montierte Kupferquader vorhanden. Aufgrund des Steckplatzbedarfes der dreifachen Fluidtemperaturmessung wurden zusätzliche Kupferquader außerhalb der Kammer montiert. Da die ursprünglich im Inneren der Klimakammer montierten Quader nur sehr langsam auf Änderungen der Klimakammereinstellung reagierten und somit das Anfahren eines neuen Messzustandes erschwerten, wurden diese ebenfalls nach Außen verlegt.

Wie in Bild 4.10 zu sehen, ist das PT mit einem der beiden Digital Multimeter verbunden. Hierbei handelt es sich um ein 7½ stelliges Präzisonsmultimeter der Firma PREMA für 20 vierpolige Kanäle (bzw. 80 x einpolig oder 40 x zweipolig), das für den Anschluss an einen Messrechner mit einer seriellen RS232 Schnittstelle ausgerüstet ist. Über die RS232 Schnittstelle steuert das auf dem Messrechner befindliche Messprogramm die Multimeter an, um auf den jeweils zu messenden Kanal, die richtige Messgröße und den passenden Messbereich umzuschalten.



Bild 4.10: Messtechnik zur Erfassung der Thermoelement- und Platinthermometer-Temperaturen mit Signalverstärker, Digital-Analog-Umsetzerkarte mit Halteverstärker, Multiplexer, Messbereichsverstärker, Analog-Digital-Umsetzer (ADU) und Controller, Messrechner und Referenztemperaturermittlung durch ein Platinthermometer und Digital Multimeter

Nach einer einstellbaren Integrationszeit übermittelt das Multimeter den jeweils gemessenen Widerstand des Platinthermometers an den Rechner, der unmittelbar in eine Temperatur umgerechnet wird. Im Fall der PT der Kupferquader wird diese wiederum zur Bestimmung der Thermoelementtemperatur weiter verwendet. Danach wird der Temperaturwert in der Messdaten-Datei gespeichert. Auf die Messgenauigkeit und Langzeitstabilität der Multimeter wird in Abschnitt 4.4.2 näher eingegangen.

Wegen der hohen Lufttemperaturen mussten alle in der Klimakammer befindlichen PT über zweiadrige hitzeresistente Spezialkabel (maximale Betriebstemperatur 200°C) mit den Multimetern verbunden werden, welche zusätzlich noch über eine elektronische Abschirmung gegen elektromagnetische Störungen verfügen. Das Gleiche gilt für die zweiadrigen Kupferanschlussleitungen der Thermoelemente und die vieradrigen Anschlussleitungen der Druckaufnehmer in den Versuchsstrecken.

Aufgrund der großen Anzahl von Thermoelementen wird die Thermospannung nicht mit Digitalmultimetern gemessen, sondern mit Hilfe einer Digital-Analog Umsetzerkarte (DAU-Karte), die im Gegensatz zu den Multimetern eine gleichzeitige Messung aller Messkanäle erlaubt. Um eine höhere Messgenauigkeit zu erzielen, wird die Thermospannung jedes Thermoelementes zuvor von einem separaten Signalverstärker – insgesamt 64 für alle Messkanäle der DAU-Karte – um den Faktor 1000 verstärkt. Die Signalverstärker sind eine Eigenentwicklung am Institut, die sich bereits bei den bisherigen Versuchsanlagen bewährt hatten und hinsichtlich einer größtmöglichen Messgenauigkeit und Zuverlässigkeit optimiert wurden.

Bei der Digital-Analog Umsetzerkarte handelt es sich um eine AD976A/ADC Messkarte der Firma *Measurement Computing* mit einem PCI-Bus System⁴² zum direkten Einbau in einen handelsüblichen Rechner. Die Messkarte wird in der Konfiguration "single ended" benutzt, die es erlaubt, 64 Kanäle bzw. 64 Thermoelemente simultan zu messen. Bild 4.10 zeigt das Funktionsschema der hier verwendeten ADU-Karte. Das "Prinzip der Gleichzeitigkeit" der Messung beruht darauf, dass alle Verbindungen der karteninternen Messkanäle zu den Thermoelementen zu einem vom Controller festgelegten Zeitpunkt getrennt werden. Die zu dem jeweiligen Zeitpunkt an den Messkanälen anliegenden Spannungen werden dabei solange durch Halteverstärker archiviert, bis durch den Multiplexer alle 64 Kanäle angewählt und von dem Analog-

⁴² Auflösung der Messkarte 16 BIT, Betriebsspannung 5 V, 32 BIT Datenübertragung bei 33 MHz, Umwandlungszeit analoges in digitales Signal 5 μs. Die Karte verfügt über 64 einzelne Messkanäle in der Betriebsart "single ended" bzw. 32 Kanäle in "double ended" (differentieller Betrieb); alternativ ist auch eine Betriebsart mit 16 Kanälen und einer vierfachen Bandbreite möglich [54].

Digital-Umsetzer (ADU) gemessen und umgewandelt wurden. Um den optimalen Arbeitsbereich des Analog-Digital-Umsetzers ausnutzen zu können, ist vor diesen ein Messbereichsverstärker geschaltet, der das Signal der Halteverstärker auf ein geeignetes Messniveau anhebt. Die "gesammelten" Daten werden nach Abtasten aller Kanäle über den PCI-Bus an den Messrechner weitergegeben, wo sie durch das Messprogramm weiter verarbeitet werden.

Durch die Erdung über eine gemeinsame Masse sowohl der Thermoelementverstärker als auch der ADU-Karte, ist die Temperaturmessung der Thermoelemente über ein einzelnes Kabel möglich, da die jeweilige Spannung vom Spannungsniveau "0" aus gemessen wird. Die Vorteile dieses Systems liegen vor allem darin, dass weniger Messkartenkanäle notwendig sind – Betriebsart "single ended" anstatt "differentiell" – und das die jeweilige Kanalspannung nur zu dem Nullspannungsniveau gemessen werden muss, wodurch sich einerseits eine höhere Messgenauigkeit erzielen lässt und andererseits fehlerhafte Kanäle leichter detektiert werden können. Nicht zu unterschätzen ist zudem ein deutlich reduzierter Aufwand bei der Verkabelung.

4.2 Druckmessung

Bei der Auswahl der Druckaufnehmer stellte sich eine besondere Problematik:

Dadurch, dass der Druck entlang der Versuchsstrecken so direkt wie möglich gemessen werden sollte, waren die "herkömmlichen" Drucksensoren, wie sie in den bereits am Institut vorhandenen Versuchsanlagen zum Behältersieden und zur Messung von Phasengleichgewichten verwendet werden, nicht geeignet, da deren Messmembran relativ weit im Inneren des Sensors liegt. Die für die Strecken vorgesehenen Sensoren sollten eine vorn liegende Messmembran besitzen, um den Druck innerhalb der Strömung so direkt und genau wie möglich an der Außenwand der Versuchsrohre erfassen zu können. Ein weiteres Problem ergab sich durch die hohe Lufttemperatur in der Klimakammer, da die Mehrzahl der erhältlichen Sensoren bei einer Umgebungstemperatur von 150°C nicht mehr einsetzbar ist.

Ein Sensor, der die oben genanten Anforderungen erfüllt, ist ein spezieller Miniatur Drucksensor vom Typ 81530 der Firma SENSOTEC mit außen liegender, verschweißter Membran, der für die Druckmessung in beiden Versuchsstrecken benutzt wird. Die Druckaufnehmer besitzen einen Messbereich von Vakuum - 20 bar bzw. Vakuum - 10 bar – die Druckaufnehmer wurden in zwei unterschiedlichen Chargen beschafft – und können bei einer Umgebungs- und Mediumstemperatur von maximal 200°C eingesetzt werden. Der Überlastbereich ohne Schädigung des Sensors und die Berstsicherheit beträgt 150% bzw. 500% des maximalen Nenndrucks.

In das Gehäuse der Druckaufnehmer ist eine elektronische Temperaturkompensation integriert, die in einem Bereich von 15°C bis 150°C arbeitet. Der Ausgangswiderstand bei Umgebungsdruck beträgt nominell 350 Ω , ALTHEN [55]. Bild 4.11 zeigt den Sensor mit den wichtigsten Abmessungen, die im Inneren des Druckaufnehmers integrierte Brückenschaltung und die zur Druckmessung benötigte Messtechnik.



Bild 4.11: Miniatur Sensor zur Messung der Drücke in den beiden Versuchsstrecken mit schematischer Darstellung des Funktionsprinzips der Messbrücke und der sich anschließenden Messtechnik

Der Sensor besitzt insgesamt vier elektrische Anschlüsse: zwei für die Versorgungsspannung der Messbrücke (Speisespannung), und zwei Anschlüsse zur Messung der Brückenspannung. Die Speisespannung aller Versuchsstreckendruckaufnehmer – achtmal in der Ringspalt- und sechsmal in der Fallrohrversuchsstrecke – wird von einer zentralen Spannungsversorgung der Messwarte geliefert.

Das Funktionsprinzip dieser Sensoren beruht auf der Widerstandsänderung von Dehnungsmessstreifen, die auf der Rückseite der Membran als vierarmige Folien-DMS aufgebracht sind und mit Hilfe einer Wheatstoneschen Brückenschaltung gemessen werden (angedeutet durch Auslenkungspfeile an den DMS in Bild 4.11). Um die Brückenspannung messtechnisch genauer bestimmen zu können, sind die Anschlüsse der Messbrücke mit einem Instrumentenverstärker des Typs AD 524 BD X1000 mit Gleichtaktunterdrückung verbunden, der das Signal mit einem einstellbaren Faktor verstärkt – die hier verwendete Verstärkung beträgt 10³. Zusätzlich ist der Verstärker mit einem Tiefpass Filter zweiter Ordnung ausgerüstet, der eventuell in der Umgebung auftretende Störsignale mit einer Frequenz größer als 10 Hz exponentiell dämpft. Von dem Verstärker wird das Signal über eine einzelne Leitung an eine Digital-Analog Umsetzerkarte weitergegeben, die baugleich zu dem Typ ist, wie er auch bei der Erfassung der Thermoelementtemperaturen Verwendung findet. Die maximal mögliche Druckabtastrate dieser Messkarte beträgt 1 kHz (die hier verwendeten Abtastraten werden weiter hinten noch näher beschrieben). Das Gleiche gilt für die baugleiche ADU-Karte zur Messung der Thermoelementspannungen. Der von der Umsetzerkarte digitalisierte Spannungswert wird dann von dem Messprogramm weiter zu einem Druckmesswert verarbeitet.

Die von dem Messprogramm durchgeführten Operationen zur Druckberechnung sollen im Folgenden anhand des Druckaufnehmers an der ersten Druckmessstelle (1), beschrieben werden. Um die Abhängigkeit des Messwertes von der Speisespannung zu kompensieren, wird der gemessene Spannungswert dabei zuerst durch die Speisespannung geteilt, so dass man eine "normierte" Spannung erhält:

$$U_{\rm Norm}(1) = U_{\rm BrSp}(1) / U_{\rm SP}.$$
 (4.6)

Die normierte Spannung wird nun mit Hilfe einer Druckberechnungsroutine in den eigentlichen Druckmesswert umgerechnet, und danach in der Messdatendatei gespeichert. Dabei wird folgende lineare Korrekturgleichung verwendet:

$$P(1) = U_{\text{Norm}}(1) \cdot A(1) + B(1).$$
(4.7)

Da es zwischen den Druckaufnehmern leichte Unterschiede gibt, unterschieden sich auch jeweils deren Koeffizienten A (=Gain) und B (=Offset), so dass diese für jeden Sensor separat ermittelt werden müssen. Dies geschieht mit Hilfe einer Druckkalibrierung, bei der die jeweiligen Spannungen bei einem niedrigen Druck – in der Regel 0,2 bis 0,5 bar – und einem hohen Druck – in der Regel 10 bar als maximaler Druck in der Anlage – gemessen werden. Mit Hilfe des tatsächlichen Druckes – dieser wird von einem Referenzdruckaufnehmer ermittelt, siehe auch weiter unten – und den Spannungswerten können dann der jeweilige Offset und Gain eines Sensors bestimmt, und in die Druckberechnungsroutine des Messprogramms integriert werden. Im Mittel beträgt der Wert für den Gain ca. 10 [bar/V] und für den Offset ca. 1 [bar].

Diese Druckberechnungsroutine wurde während der ersten Experimente verwendet. Es zeigte sich allerdings sehr schnell, dass eine einfache lineare Korrektur bei Umgebungstemperatur nicht ausreicht, da die Druckaufnehmer eine starke Temperaturdrift besitzen. Aufgrund der Tatsache, dass die Experimente bei zum Teil sehr unterschiedlichen Temperaturen stattfinden, musste der Einfluss der Temperatur auf die Druckmessung mit berücksichtigt werden, um verlässliche und reproduzierbare Druckmesswerte zu erhalten. Dies führte zu einer Berechnungsgleichung, bei der neben dem Offset und Gain bei "Normaltemperatur" noch ein temperaturabhängiger Offset und Gain integriert wurde. Die neue, modifizierte Korrekturgleichung der Druckberechnungsroutine lautet:

$$P_{\rm T}(1) = {\rm C}(1) + {\rm D}(1) \cdot T_{\rm Fluid} + U_{\rm Norm} \cdot ({\rm E}(1) - {\rm F}(1) \cdot T_{\rm Fluid}). \tag{4.8}$$

Da sich die Druckaufnehmer auch hinsichtlich ihres Temperaturverhaltens leicht unterscheiden, müssen alle vier Koeffizienten für jeden Druckaufnehmer separat bestimmt werden, siehe hierzu Abschnitt 4.4. Für den ersten Druckaufnehmer ergaben sich beispielsweise folgende Koeffizienten:

C(1) = -1.4536 [bar], $D(1) = 1.2832 \cdot 10^{-2}$ [bar/K], E(1) = 1.0838 [bar/V] und $F(1) = 6.0065 \cdot 10^{-4}$ [bar/(V·K)].

Entscheidend für die Temperaturkorrektur ist die Bestimmung der Membrantemperatur des jeweiligen Druckaufnehmers. Da diese nicht direkt gemessen werden kann, wird sowohl für die Kalibrierung als auch in der Druckberechnungsroutine der am nächsten liegende Fluidtemperatursensor verwendet⁴³. Bei der Mehrzahl der Experimente waren dies die einzelnen 0,5 mm Thermoelemente, da die dreifache Fluidtemperaturmessung noch nicht zur Verfügung stand. Im Fall der dreifachen Temperaturmessung wird in jedem Segment das außen liegende (Position 3, siehe Bild 4.3) Thermoelement verwendet, da dessen Temperatur am ehesten der Membrantemperatur entspricht und kleinere Abweichungen gegenüber der tatsächlichen Membrantemperatur erwarten lässt als die alte 0,5 mm Messtechnik, siehe auch Abschnitt 6.5 Bei der Fallrohrversuchsstrecke wird ebenfalls das am nächsten angeordnete Fluidthermoelement zur Druckberechnung benutzt, welches in Strömungsrichtung allerdings einen Versatz von ca. 20 mm zum Druckaufnehmer aufweist. In beiden Fällen – Fallrohr und Ringspalt – wird für die Druckberechnung die zeitlich unmittelbar vor dem jeweiligen Druckaufnehmer gemessene Fluidtemperatur verwendet.

Neben den Sensoren zur Messung der Drücke in den beiden Versuchsstrecken, finden noch einige andere Druckaufnehmer Verwendung. Bei der Messung des Druckes im Abscheidebehälter konnte auf einen Sensor zurückgegriffen werden, der sich bereits bei einer Vielzahl von Anwendungen am Institut bewährt hatte. Da der Druck außerhalb der Klimakammer an der Dampfleitung zum Kondensator bei Umgebungstemperatur gemessen werden kann, stellte sich nicht das Problem der hohen Umgebungstemperaturen für die im Sensor integrierte Elektronik. Problematisch war hingegen, dass die unter Umständen sehr hohe Dampfaustrittstemperatur einen Temperaturgradienten innerhalb des Sensors erzeugen könnte, wodurch, wie Erfahrungen zeigten, eine deutlich schlechtere Messgenauigkeit zu erwarten gewesen wäre. Um dies zu vermeiden, wurde der Sensor mit Hilfe eines "U-Rohres" an die Dampfleitung angeschlossen, welches dazu dient, eine isolierende Flüssigkeitssäule gegen den heißen Dampf zu erzeugen (Kondensat im U-Rohr kann nicht abfließen). Die Länge des Rohres wurde dabei derart angepasst, dass kein statischer Druck auf die Sensormembran durch die Flüssigkeits-Säule erzeugt werden kann, da ansonsten der Druckaufnehmer systematisch falsche Messwerte liefern würde.

⁴³ Da die Temperaturen der Sensoren entlang der Versuchsstrecke zum Teil sehr stark variieren können – im Extremfall um 100 K von oben nach unten, hätte eine falsch gewählte Temperaturmessstelle zur Druckkorrektur gravierende Messfehler zur Folge.

Bei der Ringspaltversuchsstrecke befindet sich das Fluidthermoelement des jeweiligen Segmentes axial auf genau der gleichen Position wie der Druckaufnehmer (am Rohrumfang um 180° versetzt, siehe auch Bild 3.2 und 3.3); das Gleiche gilt für die dreifache Temperaturmessung

Bei dem verwendeten Sensor handelt es sich um einen "hochpräzisions-Absolutdruckaufnehmer" vom Typ 8262 "Super TJE"⁴⁴ der Firma Burster mit einem Messbereich von 0 bis 13,8 bar, der wie die Miniatur Druckaufnehmer mit einer vierarmigen Folien-DMS ausgerüstet ist. Da der Druckaufnehmer als Referenz für die Versuchsstreckendruckaufnehmer verwendet wird, wurden dessen Offset und Gain mit Hilfe eines Drehkolbenmanometers in den Endpunkten des möglichen Druckbereichs bei 0 bar und 13 bar kalibriert. Die in der Druckberechnungsroutine des "Referenzdruckaufnehmers" verwendete Gleichung lautet:

$$P_{\text{Ref}} = (U_{\text{BrSp}} \cdot 10^3 / U_{\text{SP}}) \cdot A_{\text{Ref}} - B_{\text{Ref}}$$
(4.9)

mit den ermittelten Koeffizienten A_{Ref} = 6.920760 [bar] und B_{Ref} = - 0.087438 [bar].

Neben den oben beschriebenen Druckaufnehmern werden an einigen Positionen des Versuchsstoffsystems noch zusätzliche Drucksensoren bzw. Manometer eingesetzt, die nicht der Erfassung von Messdaten sondern der Anlagenüberwachung dienen. Hier ist insbesondere der in der Steigleitung eingebaute Druckwächter zu erwähnen, der bei Überschreiten des Sicherungsdruckes⁴⁵ automatisch den Stromkreis der Speisepumpe unterbricht, um die Schaugläser der Versuchsstrecken vor Beschädigungen zu schützen. Zusätzlich ist der Wächter mit einem Druckaufnehmer ausgestattet, der den jeweils herrschenden Druck in der Versuchsstoffleitung misst und diese Information an den Messrechner liefert.

Zur Kontrolle des Füllstandes in der Pentanschleuse nach dem Kondensator werden zwei Präzisions-Druckmessumformer der Serie P900 der Firma ALTHEN verwendet, die besonders für niedrige Temperaturen geeignet sind, siehe auch Abschnitt 3.9. Ein weiterer Druckaufnehmer findet Verwendung in der Regeleinheit der Druckaufnehmer-Nachkalibrierung. Dieser Sensor liefert das Steuersignal für den Messrechner zur Ansteuerung der Ablassventile. Hierauf wird noch detailliert im Abschnitt 4.4

"Kalibrierung und Messgenauigkeit" eingegangen.

⁴⁴ Die Temperatur ist in einem Bereich von 15°C bis 70°C kompensiert (maximaler Temperaturbereich -30°C bis 120°C), der Überlastbereich des Sensors sowie dessen Berstsicherheit beträgt 150% bzw.
400% des maximalen Nenndrucks, die Speisespannung ist 5 V, Produktdatenblatt Burster [56].

⁴⁵ Druckbereich stufenlos einstellbar von 1 bis 16 bar.

4.3 Messwerterfassung

Für die Erfassung, Verarbeitung und Speicherung der digitalisierten Sensorsignale im Messrechner wurde ein Programm mit grafischer Bedienungsoberfläche erstellt. Hierfür wurde die objektorientierte Programmiersprache Visual Basic benutzt, welche vor allem den Vorteil besitzt, dass die verwendeten ADU-Messkarten und Multimeter softwareseitig unterstützt werden. Die Routinen zu deren Abfrage konnten daher direkt von den Hardware Herstellern übernommen werden.

Wie oben schon beschrieben wurde, sind in dem Programm die Berechnungsgleichungen für die Thermoelement- und Platinthermometertemperaturen sowie der verschiedenen Druckaufnehmer hinterlegt. Zusätzlich werden die von den Multimetern gemessenen Spannungen und Stromstärken der sieben Netzteile der Ringspaltversuchsstrecke erfasst. Ein Messdurchlauf aller Sensoren mit anschließender Abspeicherung der Daten benötigt im Schnitt 1 Minute und 20 Sekunden. Diese Zeitdauer ergibt sich durch die Messkanalabfrage der Digitalmultimeter, da neben dem reinen Umschaltvorgang für jeden Kanal eine bestimmte Integrationszeit zur Mittelwertbildung des Messsignals benötigt wird. Zum Zeitpunkt der Abfrage des letzten Multimeterkanals werden die über die genannte Zeitdauer gemittelten Messwerte der ADU-Karten abgefragt – Thermoelemente und Druckaufnehmer der Versuchsstrecken – und mit den anderen Werten zusammen in einer Messdatendatei abgespeichert.

Da dieses Messintervall für die Untersuchung schneller ablaufender Strömungsprozesse – z.B. von Schwingungsvorgängen – nicht oder nur bedingt geeignet ist, wurde eine zweite, schnellere Messwerterfassung in das Messprogramm integriert, die parallel zu der langsamen Messung abläuft. Bei dieser wird auf die Erfassung der "langsamen" Digitalmultimeterkanäle verzichtet. Nur die "schnellen" Messkanäle der Analog-Digital-Umsetzer Karten werden erfasst und in einer zweiten, parallel erzeugten Datei abgespeichert. Dies bedeutet, dass die Temperaturen der Platinthermometer, einige Drücke sowie die Spannungen und Stromstärken der Netzteile in der Datei der schnellen Messdatenerfassung nicht enthalten sind. Da bei diesen Größen in einem stationären Betriebszustand der Versuchsanlage in der Regel jedoch keine schnellen Veränderungen ablaufen, können sie bei der Versuchsauswertung der schnellen Messdaten als gemittelte Werte aus der Datei der langsamen Messung übernommen werden. Die Messfrequenz der schnellen Betriebsart beträgt ca. 1,5 Sekunden, d.h. in einer Minute werden etwa 40 Messwerte abgespeichert. Durch Änderungen an der Programmsoftware und veränderte Einstellungen auf der Hardwareseite wäre noch eine deutlich höhere Abtastrate der ADU-Karten möglich, die aufgrund der hohen internen Arbeitsfrequenz der Messkarten bis in den kHz-Bereich reicht. Diese Betriebsart wurde während einiger Experimente versuchsweise auf ihre Durchführbarkeit hin untersucht, aufgrund der dabei auftretenden Datenmenge und des zu erwartenden hohen Änderungsaufwandes am Messprogramm bisher allerdings nicht weiter verfolgt.

Bild 4.12 oben zeigt eine Bildschirmaufnahme der grafischen Bedienungs- und Messoberfläche des Messprogramms. Als Hintergrund dient eine Schemazeichnung der Versuchsanlage, auf der die verschiedenen Sensoren durch farbige Kästchen dargestellt werden in denen die dazugehörigen Messwerte erscheinen. Analog zu der oben genannten Dauer eines Messdurchlaufes der langsamen Messung (1,33 min) werden die Anzeigen im Laufe dieses Intervalls mit den jeweils neu berechneten Druck-, Temperatur-, Stromstärke- und Spannungswerten aktualisiert. Die Datenfelder der "schnellen" Versuchsstreckendruckaufnehmer und Thermoelemente werden entsprechend schneller alle 1,5 Sekunden erneuert.

Auf der linken Bildseite sind die Thermoelement- und Druckmessstellen der Ringspaltversuchsstrecke zu sehen. Direkt unterhalb sind die Spannungen und Stromstärken der sieben Netzteile der Rohrheizungen angeordnet, die zusätzlich mit jeweils einem Feld für die sich daraus ergebende Heizleistung ergänzt werden. Dies dient vor allem dazu, während des Einstellens der Netzteile einen Überblick über die jeweils anliegende Heizleistung zu erhalten.

In der Mitte sind neben den Fluidtemperaturen in der Zuleitung die Vergleichstemperaturen der Kupferquader sowie der Druck vor den Versuchsstrecken und im Abscheider zu sehen. Die Felder rechts daneben zeigen die Drücke und Temperaturen der Fallrohrversuchsstrecke. Die Steuerelemente zum Starten des Messprogramms und der schnellen Messung finden sich am rechten Bildrand.

Zur Kontrolle der zeitlichen Druck- und Temperaturverläufe in den beiden Versuchsstrecken ist es möglich, während der Messung Diagramme aufzurufen, in denen diese Verläufe angezeigt werden und die zusätzlich mit einer Zoom-Funktion zur Detaillierung ausgerüstet sind. Ein Beispiel hierfür ist in Bild 4.12 unten zu sehen, in dem die zeitlichen Verläufe einiger Fluidtemperaturen der Ringspaltversuchsstrecke während eines Experimentes zu sehen sind. Des Weiteren sind auf diesem Bildschirm die aktivierten Fenster der Druckkalibrier- und Pentanschleusenroutine zu sehen.



Bild 4.12: oben: Bildschirmkopie der grafischen Bedienungs- und Messoberfläche unten: Temperaturverlauf einiger Fluidtemperaturen der Ringspaltstrecke sowie aktivierte Druckkalibrierungs- und Pentanschleusenfenster

Bei der Druckkalibrierroutine handelt es sich um die automatisierte Nachkalibrierung der Versuchsstreckendruckaufnehmer, deren Zweck und Funktionsweise im nächsten Abschnitt näher erläutert wird. Die Pentanschleusenroutine stellt ebenfalls eine in das Messprogramm integrierte Automatisierung dar, die eine selbsttätige Entleerung des Pentanschleusensystems während der Messung erlaubt. Dies geschieht durch eine zeitgesteuerte Ablassfunktion, die nach Ablauf einer einstellbaren Zykluszeit die beiden elektro-pneumatisch betriebenen Kugelhähne des Pentanschleusensystems automatisch öffnet und wieder schließt; eine detaillierte Beschreibung des Ablasssystems wurde bereits in Abschnitt 3.8 gegeben. Die Zykluszeit richtet sich dabei nach dem Massenstrom während eines Experimentes und dem Pentangehalt des Gemisches und muss daher an den jeweiligen Messzustand angepasst werden. Zur Kontrolle des Füllstandes sind am oberen und unteren Ende des Sammelrohres zwei Druckaufnehmer installiert, deren Messwerte ebenfalls in der Pentanschleusenroutine

4.4 Kalibrierung und Messunsicherheit

4.4.1 Kalibrierung und Messunsicherheit der Druckaufnehmer

Hinsichtlich der Kalibrierung und Messunsicherheit erwiesen sich insbesondere die Miniaturdruckaufnehmer der Versuchsstrecken als problematisch. Aufgrund der speziellen Konstruktion mit einer außen am Sensor liegenden Membran reagieren sie besonders empfindlich auf Störungen und Veränderungen im direkten Umfeld. Der Nachteil dieser Lösung ist vor allem, dass bei der Montage Spannungen in die Membran durch das in der Nähe liegende Gewinde eingebracht werden. Je nach Anzugsmoment, Dichtungsgeometrie und Material sowie Reibbedingungen bewirken die Spannungen ein unterschiedliches mechanisches Verhalten der Membran. Somit müssen alle Druckaufnehmer nach jeder Montage neu kalibriert werden, um den für den an der Membran anliegenden mechanischen Verspannungszustand jeweils passenden Wert für Offset und Gain zu ermitteln.

Wie oben schon erwähnt wurde, wird eine temperaturabhängige Druckberechnung verwendet, für die neben den "normalen" Werten für Offset und Gain auch die temperaturabhängigen Offset und Gain Werte in einer Grundkalibrierung ermittelt werden

müssen. Die allgemeine Form dieser Berechnung für einen beliebigen Druckaufnehmer n ist in Gleichung 4.10 zu sehen:

$$P_{\mathrm{T}}(n) = \mathrm{C}(n) + \mathrm{D}(n) \cdot T_{\mathrm{Fluid}} + U_{\mathrm{Norm}}(n) \cdot (\mathrm{E}(n) - \mathrm{F}(n) \cdot T_{\mathrm{Fluid}})$$
(4.10)

mit dem druckabhängigen Offset C(n) und Gain E(n) sowie dem temperaturabhängigen Offset D(n) und Gain (F(n) des jeweiligen Druckaufnehmers. Um die vier Konstanten zu bestimmen, wird die Kalibrierung bei Klimakammertemperaturen von 20°C und 150°C und jeweils zwei Drücken (Vakuum und ca. 10 bar) durchgeführt. Um die Druckmesswerte nicht aufwendig zurückrechnen zu müssen, wird im Quellcode des Messprogramms die Berechnungsgleichung der temperaturabhängigen Druckberechnung auskommentiert und nur der vorläufige, nach Gleichung 4.4 berechnete Wert abgespeichert. Aus den so ermittelten Daten lässt sich ein System von vier Gleichungen mit vier Unbekannten für jeden Druckaufnehmer aufstellen, mit dem sich die vier neuen Konstanten bestimmen lassen. Diese werden in die Druckberechnungsgleichung wieder in Funktion gesetzt.

Erfahrungen mit den Druckaufnehmern in den Versuchsstrecken zeigen, dass deren Messwerte im Laufe der Zeit immer stärker von denen des Referenzdruckaufnehmers abweichen. Dieser Effekt ist umso größer, je höher die in der Klimakammer gefahrenen Temperaturen während eines Messzeitraumes waren und je länger die Temperaturen anhielten. Um den temperaturabhängigen Drift des Messsignals zu kompensieren, ist es daher nötig, die Kalibrierung nicht nur im Fall von Umbauarbeiten an den Druckaufnehmern zu wiederholen, sondern auch bei zu großen Abweichungen zur ursprünglichen Kalibrierung. Auf Grund des damit verbundenen hohen zeitlichen Aufwandes geschieht dies allerdings erst ab einer Abweichung von ca. ±70 mbar zu den Messwerten des Referenzdruckaufnehmers.

Um die in der Zwischenzeit auftretenden Abweichungen von maximal ±70 mbar zu kompensieren, wird neben der temperaturabhängigen Grundkalibrierung eine Nachkalibrierung der Druckaufnehmer nach jedem Versuchstag durchgeführt. Bei dieser wird die Klimakammer jeweils mit den gleichen Einstellungen gefahren, die während der Experimente eingestellt wurden⁴⁶. Dadurch soll während der Nachkalibrierung

⁴⁶ Die Temperaturen in der Klimakammer werden während des Experimentes an die Fluidtemperaturen angepasst, die wiederum annähernd mit der Membrantemperatur übereinstimmt. Dadurch ergeben sich bei der Nachkalibrierung durch die Thermostatisierung von Außen in etwa die gleichen Membrantemperaturen.

gewährleistet werden, dass die Druckaufnehmermembranen auf dem gleichen Temperaturniveau sind wie während der Messung. Die Fluidtemperaturen der Experimente eines Messtages können sich allerdings sehr stark unterscheiden, weshalb der Temperaturverlauf in der Klimakammer dementsprechend angepasst wurde. In der Regel muss daher jeder einzelne Messzustand mit der jeweiligen Klimakammereinstellung nachkalibriert werden.

Um den Arbeitsaufwand bei diesem Vorgang zu minimieren – alle entlang der Versuchstrecke gemessenen Drücke werden bei der Nachkalibrierung durch das Aufbringen von Stickstoff "simuliert" –, wurde eine Druckkalibrierroutine in das Messprogramm integriert, siehe Bild 4.12 unten, die nach Einstellen des höchsten Drucks automatisch die niedrigeren Drücke anfährt und jeweils eine Stunde lang konstant hält (Zeitspanne einstellbar). Dies geschieht mit Hilfe einer Systemeinheit aus einem Druckaufnehmer, Proportional- und Absperrventil, die an der Pentandampfleitung außerhalb der Klimakammer angebracht wurde. Über den Druckaufnehmer wird der jeweils herrschende Druck im Abscheider mit dem Sollwert in der Drucktabelle der Kalibrierroutine verglichen und das Proportionalventil so lange geöffnet, bis der gewünschte Druck erreicht ist. Das ebenfalls vom Programm gesteuerte elektromagnetische Absperrventil soll dabei Leckverluste des Proportionalventils während der eigentlichen Messung verhindern.

Die Messdaten der Nachkalibrierung werden anschließend in der Versuchsauswertung verwendet, um die während der Experimente gemessenen Drücke zu korrigieren (durch einfaches Addieren oder Subtrahieren).

Die Genauigkeit der Druckmessung durch die Miniatur Sensoren hängt dabei vor allem von der Genauigkeit des Druckaufnehmers am Abscheider ab, da dieser die Referenz für die Nachkalibrierung darstellt. Dessen Unsicherheit wird als Summe der Fehler aus Nichtlinearität, Hysterese und Nichtreproduzierbarkeit vom Hersteller mit einem Wert kleiner als 0,05% vom Endwert angegeben, was bei einem Messbereich von 13,8 bar ca. ±7 mbar entspricht, Burster [56].

Für die Unsicherheit der Spannungsmessung des Digitalmessgeräts gibt der Hersteller PREMA [57] folgende Gleichung an (Bereich von ±30 V):

$$U_{\text{Fehler}} = \pm (0,0004\% \text{ des Messwertes} + 0,0002\% \text{ des Messbereichs})$$
 (4.11)

Bei der maximalen Ausgangsspannung des Druckaufnehmers von 5 V – gleich dem Nenndruck von 13,8 bar – hätte dies einen maximalen Fehler von

$$5 V \cdot 0,0004\% + 30 V \cdot 0,0002\% = \pm 0,08 \text{ mV}$$
 (4.12)

zur Folge, entsprechend einer Unsicherheit von $\pm 0,2$ mbar. Zusammen mit dem oben genannten Wert des Druckaufnehmers ergibt sich insgesamt eine Unsicherheit von maximal $\pm 7,2$ mbar. Da die Übertragung vom Multimeter zum Messrechner auf digitalem Weg stattfindet, kann ein weiterer Fehler ab hier ausgeschlossen werden.

Der vom Hersteller der Miniatur Druckaufnehmer angegebene Unsicherheit von 0,75% vom Endwert – ebenfalls als Summe aus Nichtlinearität, Hysterese und Nichtreproduzierbarkeit, ALTHEN [55] - wird hier nicht näher betrachtet, da jeweils eine Nachkalibrierung der Sensoren unmittelbar nach dem Versuchstag durchgeführt wird (siehe oben). Aus dem gleichen Grund wird hier auch nicht auf die Unsicherheiten des Instrumentenverstärkers (0,1% vom Messbereich) und der ADU-Karte (hierzu mehr bei der Fehlerbetrachtung der Thermoelemente) eingegangen. Wichtig ist es jedoch, die jeweilige Streuung der Messwerte während der Kalibrierung zu betrachten, da diese Rückschlüsse auf die tatsächliche Unsicherheit während des eigentlichen Experimentes liefert. Aus einer großen Zahl von Kalibrierungen und einem Kalibrierversuch mit reinem Silikonöl M100k ohne elektrische Beheizung konnte eine maximale Streubreite der Druckmesswerte von ca. ±20 mbar um den Mittelwert festgestellt werden. Allerdings kann die Streubreite je nach Kalibrierung und Experiment deutlich kleinere Werte von ±5 mbar annehmen, unabhängig vom jeweils betrachteten Druckaufnehmer. Ein Zusammenhang mit dem absolut gemessenen Druck und der jeweils herrschenden Membrantemperatur konnte nicht beobachtet werden.

Die absolute Unsicherheit für den Mittelwert kann im ungünstigsten Fall daher mit der Summe aus den oben genannten ±20 mbar sowie den ±7 mbar des Referenzdruckaufnehmers mit maximal ±27 mbar angegeben werden. Bei einem stationären Strömungszustand, d.h. keinen beobachtbaren Schwingungsvorgängen, einer ausreichenden Zahl von Messwerten – im Durchschnitt etwa 40 Messwerte – und einer aufwendigen Versuchsauswertung mit Einbeziehung der Daten aus der schnellen Messung lässt sich dieser Wert im optimalen Fall auf ±10 mbar zum Referenzdruckaufnehmer reduzieren⁴⁷. Diese Aussagen sind allerdings auf die in der Ringspaltversuchsstrecke verwendeten Druckaufnehmer beschränkt.

⁴⁷ Das Erreichen dieser Messunsicherheit ist allerdings mit einem hohen Zeitaufwand für die Analyse der verschiedenen Daten verbunden. Zudem stehen nicht immer alle hierfür benötigten Daten komplett zur Verfügung.

Für die Druckmessung an der Fallrohrversuchsstrecke muss prinzipiell mit einem höheren Fehler gerechnet werden, da die Membrantemperatur nicht genau festgestellt werden kann. Problematisch ist hier vor allem die direkte Beheizung des Verschraubungsgewindes der Druckaufnehmer durch den Wärmeträgerdampf, wodurch Wärme über das Sensorgewinde an die Membran geleitet wird, die jedoch selbst von einem deutlich kälteren Fluid umgeben ist. Neben der Tatsache, dass es über die hierdurch unter Umständen verursachte systematische Abweichung keine eigenen Erfahrungen oder Aussagen des Sensorherstellers gibt, lässt sich dieser Zustand auch während der Nachkalibrierung durch Stickstoff nicht simulieren. Die absolute Unsicherheit des Mittelwertes kann daher nur vorläufig auf ca. ±52 mbar abgeschätzt werden, die sich aus den oben genanten Unsicherheiten von ±20 mbar und ±7 mbar sowie der Fehler behafteten Temperaturkorrektur zusammensetzt, die auf ca. ±25 mbar geschätzt wird. Dieser Wert müsste allerdings durch weitere Experimente/Kalibrierungen und spezielle Kalibrierversuche noch weiter verifiziert werden.

4.4.2 Kalibrierung und Messunsicherheit der Temperatursensoren

Da für die Temperaturmessung mit Thermoelementen neben der Messung der Thermospannung zusätzlich auch die mit Platinthermometern ermittelten Vergleichsstellentemperaturen benötigt werden, wird hier zuerst die Messunsicherheit der Platinthermometer betrachtet.

Die verwendeten Platinthermometer der Typen PT1000 (Kupferquader) und PT100 (Fluidtemperatur) gehören der Genauigkeitsklasse A an, die laut Hersteller – Merz MFT [58] – bei 0°C eine zulässige Abweichung vom Grundwiderstand R₀ von maximal 0,7 ‰ besitzen dürfen. Bei einer typischen Kupferquadertemperatur von 100°C und einem dementsprechenden Widerstand von ca. 1400 Ω des PT1000, beträgt die zulässige Abweichung ca. 0,86 ‰ bzw. 1,2 Ω (0,12 Ω für PT100). Um die durch die Widerstandstoleranz bedingte Unsicherheit zu berechnen, wird Gleichung 4.5 zu der normierten quadratischen Gleichung 4.13 umgeformt,

$$T^{2} + \frac{A}{B}T + \frac{1 - R_{T} / R_{0}}{B} = 0$$
(4.13)

die direkt nach Taufgelöst werden kann, Gleichung 4.14:

$$T = -\frac{A/B}{2} \pm \sqrt{\left(\frac{A/B}{2}\right)^2 - \frac{1 - R_T / R_0}{B}}$$
 (4.14)

Mit den oben genannten Werten ergäbe sich daher eine allein vom Sensor bedingte Toleranz von ± 0.3 K bei einer zu messenden Temperatur von 100° C.

Neben der Unsicherheit des Platinthermometers muss nun noch die Unsicherheit des Digital-Multimeters betrachtet werden, welches zur Widerstandsmessung verwendet wird. Die Unsicherheit der Widerstandsmessung sowie die Fehlergrenze für den Messbetrieb über ein Jahr (Langzeitstabilität bei einer Umgebungstemperatur von 23° C $\pm 5^{\circ}$ C) in einem Messbereich bis 3 k Ω wird von dem Gerätehersteller Prema [57] mit folgender Gleichung angegeben:

$$R_{\text{Fehler}} = \pm (0,003\% \text{ des Messwertes} + 0,0005\% \text{ des Messbereichs}).$$
 (4.15)

D.h., es ist bei dem oben genannten Beispiel von ca. 1400 Ω gemessenem Widerstand eine durch das Messgerät bedingte Unsicherheit von maximal ±0,006 Ω zu erwarten, die umgerechnet in eine Temperatur, eine Unsicherheit von ±0,016 K bedeuten würde⁴⁸. Die durch das Multimeter bedingten Unsicherheiten können daher im Vergleich zu der möglichen Abweichung des Sensorwiderstandes nahezu vernachlässigt werden. Durch die Übertragung des Messsignals vom Multimeter an den Messrechner in digitaler Form, kann ein zusätzlicher Messfehler auf diesem Weg ebenfalls wie bei der Spannungsmessung des Referenzdruckaufnehmers ausgeschlossen werden. Anhand dieser Betrachtungen wird daher insgesamt von einer maximal zu erwartenden Messunsicherheit von ±0,3 K ausgegangen.

Um die oben angegebene Messunsicherheit der Sensoren zu minimieren, wurde bei allen Platinthermometern eine Nullpunktkorrektur des Grundwiderstandes R₀ in Eiswasser durchgeführt, wodurch sich die Messunsicherheit der PT100 Sensoren bei 100°C auf einen Wert von ±0,13 K verkleinert. Die bei der Kalibrierung gefundene Abweichung des Grundwiderstands lag dabei in der vom Hersteller angegebenen Toleranz von 0,07 Ω .

Bei der Kalibrierung der PT1000 Sensoren wurde allerdings eine deutlich größere Abweichung des Grundwiderstandes zum nominalen Wert gefunden, als zu erwarten gewesen wäre. Aus diesem Grund wurde zusätzlich eine Kalibrierung durchgeführt,

⁴⁸ Die Unsicherheiten für den Messbereich bis 300 Ω, der für die PT 100 Sensoren benötigt wird, liegen in etwa auf dem Niveau wie die oben genannten Werte (0,003% des Messwertes und 0,0004% des Messbereichs), so das hier in etwa die gleichen Unsicherheiten in T zu erwarten sind.
bei der auch die beiden Konstanten A und B überprüft werden konnten. Da hierfür drei unterschiedliche Temperaturen notwendig sind, wurden die in die Kupferquader eingebauten PT1000 Sensoren mit Hilfe der Klimakammer auf die jeweils gewünschte Temperatur gebracht. Die Kalibriertemperaturen betrugen 26°C (Umgebung), 87°C und 148°C. Um die Kalibrierung zu überprüfen, wurden zusätzlich noch Messungen bei 60°C und 116°C durchgeführt.

Obwohl die Temperaturunterschiede zwischen den Kupferquadern bei einheitlicher Beheizung der Klimakammer fast zu vernachlässigen sind, wurden die Quader als Einheit innerhalb der Klimakammer zusätzlich aufwendig isoliert. Da deren Temperatur mit Hilfe eines zwischen den Quadern positionierten hochgenauen PT25 Referenzthermometers gemessen wurde, diente die Isolierung zusätzlich dazu, Temperaturunterschiede zwischen den Kupferquadern und dem Referenzsensor zu minimieren. Die Messunsicherheit des verwendeten PT25 Referenzthermometers – auch als Normal-Widerstandsthermometer bezeichnet – beträgt ±0,001 K im Temperaturbereich zwischen 0°C und 150°C.

Wie schon beim Grundwiderstand R₀ konnten auch bei den beiden Konstanten A und B Unterschiede zu den nominellen Werten festgestellt werden, die zudem noch stärker ausgeprägt waren. Während sich die Abweichung der Grundwiderstände zum nominalen Wert in einem Bereich zwischen -0,3% und +0,09% bewegte, lag die Abweichung der Konstante A bei maximal -2,43% (minimal -2,07%) und der Konstante B sogar bei +11,64% (minimal +7,15%). Aufgrund dieser Ergebnisse wurde die Routine zur Berechnung der PT1000 Temperaturen im Messprogramm dahingehend modifiziert, das diese nicht mehr die global gültigen Werte für R₀, A und B verwendet, sondern die aus der Kalibrierung gewonnenen individuellen Werte. Bei einer nachträglichen Überprüfung der Messgenauigkeit – gleiche Methode wie bei der Kalibrierung, allerdings mit zusätzlichen Temperaturen – wurde eine maximale Abweichung zur PT25 Referenz von $\pm0,05$ K gefunden. Dieser Wert kann daher als maximal zu erwartende Messunsicherheit der PT1000 Sensoren angesehen werden.

Betrachtet man nun die Messgenauigkeit der Thermoelemente, so werden deren Toleranzen für die Materialpaarung Nickel/Chrom Nickel in der Ausführung K von der Firma Thermocoax allgemein für den Temperaturbereich bis 333°C mit ±2,5 K angegeben. Bei dieser Angabe handelt es sich jedoch nur um einen groben Richtwert, der vor allem unterschiedliche Produktions-Chargen sowie unterschiedliche Geometrien (z.B. unterschiedliche Thermodraht Durchmesser) berücksichtigen soll.

99

Da am Institut schon langjährige Erfahrungen mit Thermoelementen bestehen und hier wesentlich engere Toleranzen benötigt werden – die gemessenen Temperaturdifferenzen beim Behältersieden betragen zum Teil nur wenige Zehntel Kelvin –, wurde eine Vielzahl von Thermoelementen verschiedener Chargen auf ihre Genauigkeit hin untersucht. Bei den im Behältersieden üblichen Temperaturdifferenzen von bis zu 10 K zwischen Thermoelementspitze und – jeweils gleicher – Vergleichsstelle wurden Abweichungen von maximal ±0,05 K innerhalb einer Thermoelementcharge gefunden. Die ermittelten Abweichungen innerhalb einer Charge sind somit wesentlich geringer als der oben angegebene Wert des Herstellers. Auch bei dem Vergleich unterschiedlicher Chargen konnten kaum größere Abweichungen gemessen werden. Da statistisch gesehen jedoch die Thermospannungen der Thermoelemente einer Charge die geringsten Abweichungen zeigen, wurden an dieser Versuchsanlage so weit möglich nur Thermoelemente aus einer Charge verwendet.

Aufgrund der deutlich höheren Temperaturdifferenzen dieser Anwendung – bis zu 100 K zwischen Thermoelementspitze und Vergleichsstelle –, wurden die Abweichungen zwischen Thermoelementen mit gleicher Vergleichsstelle bei 100 K Temperaturdifferenz untersucht. Für die 0,5 mm Thermoelemente der einfachen Fluid- und Heizwandtemperaturmessung konnte dabei eine maximale Abweichung von ±0,15 K (= TE - Toleranz) gefunden werden. Die 0,25 mm Thermoelemente der dreifachen Fluidtemperaturmessung zeigten dagegen deutlich größere Abweichungen von bis zu ±1,5K zueinander, weshalb diese im Gegensatz zu den 0,5 mm Thermoelementen jeweils individuell kalibriert wurden. Details zur Kalibrierung und Messunsicherheit der 0,25 mm Thermoelemente folgen im weiteren Verlauf dieses Kapitels.

Betrachtet man nun die Unsicherheit der Absoluttemperaturmessung der Thermoelemente – exklusive der 0,25 mm Thermoelemente –, so ist diese von einer Reihe verschiedener Faktoren abhängig. Neben der Unsicherheit der Vergleichsstellentemperaturmessung ist vor allem auch die verwendete Messtechnik und die Berechnungsgleichung der Thermoelementtemperatur von Bedeutung.

Wie oben schon beschrieben wurde, werden die Vergleichsstellentemperaturen in den Kupferquadern mit Hilfe von PT 1000 Sensoren ermittelt, die eine maximale Abweichung von ±0,05 K erwarten lassen. Der zu erwartende Fehler in der Thermoelementmesstechnik setzt sich zusammen aus einem Verstärkeranteil und dem Anteil der ADU-Karte, siehe auch Abschnitt 4.1.3. Der Fehler des Verstärkers (Eigenbau) lässt sich ähnlich wie bei den Druckaufnehmern mit einem Offset und Gain angeben.

Der Offset beträgt $\pm 5 \ \mu$ V, der jedoch nach dem Anschluss an die restliche Messtechnik durch eine Verstärkerkalibrierung auf "Null" gesetzt wird. Die Verstärkung (Gain) kann bei einem Faktor von 1000 um ± 1 , also ± 1 ‰ schwanken. Dies hätte bei einer Temperaturdifferenz zwischen Thermoelementsspitze und Vergleichsstelle von 100 K eine Unsicherheit von $\pm 0,1$ K zur Folge, bzw. bei 50 K dementsprechend $\pm 0,05$ K. Zusätzlich muss noch eine Nullpunktsdrift von $\pm 2 \ \mu$ V berücksichtigt werden, die eine Unsicherheit von $\pm 0,05$ K erzeugen würde.

Die Messunsicherheit der Analog-Digital-Umsetzerkarte wird vom Hersteller für den Messbereich ±5 V mit vier verschiedenen, sich addierenden Fehlerkomponenten angegeben. Neben Offset und Gain sind dies integrale Linearität (ILE) und differentielle Linearität (DLE). Die Genauigkeit wird dabei in der Form eines Vielfachen des "last significant bits" (LSB) angegeben. Die Werte für die vier Fehlerkomponenten lauten:

Offset ± 2 LSB, Gain ± 2 LSB, ILE ± 1 und DLE ± 1 LSB. Laut Hersteller konnte der ungünstigste Fehlerwert jedoch mit maximal ± 4 LSB anstatt mit ± 6 LSB bestimmt werden. Bei einer Auflösung von 16 BIT, also einer Datenbreite von 65536 Bits, ist mit ± 4 LSB eine Unsicherheit von $\pm 0,06\%$ zu erwarten, die im Vergleich zu den Unsicherheiten der anderen Komponenten vernachlässigt werden kann [54]. Die Übertragung des Messsignals von der Karte zum Rechner wird wie bei den Druckaufnehmern als ideal angenommen, d.h. es wird kein zusätzlicher Fehler erwartet. Die Fehler durch die Umrechnung des digitalisierten Spannungsmesswertes in einen Temperaturwert mit Hilfe von Gleichung 4.2 wurde schon in Abschnitt 4.1.3 angegeben und beträgt für den Temperaturbereich von 0°C bis 400°C $\pm 0,07$ K.

Zur Berechnung der maximal möglichen Messunsicherheit lassen sich die einzelnen Unsicherheiten der Messkette in der folgenden Gleichung zusammenfassen:



Im ungünstigsten Fall und bei einer Temperaturdifferenz von 100 K zwischen Thermoelementspitze und Vergleichstelle, wäre eine maximale Messunsicherheit in der Absoluttemperatur von 0,42 K zu erwarten. Hierbei ist die in Vergleichsmessungen gefundene TE - Toleranz von ±0,15 K bereits berücksichtigt (siehe oben). Da dieser Fall allerdings sehr unwahrscheinlich ist, wird hierfür der mittlere absolute Fehler nach der Methode von Gaus [59], siehe Gleichung 4.17, berechnet:

$$\Delta T_{\text{mittel}} = \sqrt{\sum_{j=1}^{k} \left[f_{x_j}(x) \Delta x_j \right]^2} \qquad \text{mit } f_{x_j} = 1 \text{ für diesen Fall.}$$
(4.17)

Die Δx_j stehen dabei für die einzelnen Unsicherheiten. Mit Gleichung 4.17 ergibt sich für die mittlere Messunsicherheit ΔT_{mittel} ein Wert von 0,21 K. Diese Größe kann auch durch Erfahrungen mit den Grundkalibrierungen der Druckaufnehmer bestätigt werden, bei denen die Klimakammer auf einer einheitlichen Temperatur gefahren wurde. Hier konnte bei dem Vergleich aller Thermoelemente eine Abweichung von ±0,4 K als Maximalwert zwischen den Thermoelementen unterschiedlicher Kupferquader festgestellt werden, der in den meisten Fällen jedoch auf dem Niveau von ΔT_{mittel} oder sogar darunter lag. Bei den Thermoelementen eines Kupferquaders, d.h. Thermoelementen mit der gleichen Vergleichsstelle, lagen die Temperaturabweichungen innerhalb eines Tolleranzbandes von ±0,05 K.

Wie oben bereits erwähnt wurde, sind die vorausgegangenen Ausführungen zur Messunsicherheit der Thermoelemente nur für die Thermoelemente mit 0,5 mm Durchmesser gültig. Bei einer Überprüfung der 0,25 mm Thermoelemente der Dreifachsensoren mit Hilfe einer Kalibriervorrichtung, wurden deutlich größere Abweichungen gefunden, als nach der obigen Abschätzung zu erwarten gewesen wäre, insbesondere bei hohen Temperaturdifferenzen zwischen Thermoelementspitze und Vergleichsstelle⁴⁹. Die 0,25 mm Thermoelemente des Dreifachsensors der ersten Variante (Nr. 7) lieferten beispielsweise bei einer Referenztemperatur von 137,92°C des PT-25 Temperaturen zwischen 139,54°C und 139,87°C, bei einer Vergleichsstellentemperatur von ca. 25°C. Die Abweichungen zur Referenztemperatur lagen für die 0,25 mm Thermoelemente demnach zwischen 1,4 K und 2 K.

Diese Abweichungen wurden als deutlich zu groß angesehen, weshalb alle bisher gefertigten Dreifachsensoren der verschiedenen Varianten mit Hilfe des Kalibriergerätes vermessen wurden. Einen Überblick über die Messwerte der zum jetzigen Zeitpunkt in der Ringspaltversuchsstrecke eingebauten Dreifachsensoren der dritten Variante und der jeweiligen PT-25 Referenztemperatur zeigt Tabelle 4.1.

⁴⁹ Bei der Kalibriervorrichtung handelt es sich um ein Temperiergerät, welches für die Aufnahme der Dreifachsensoren modifiziert wurde. Über ein programmierbares Steuermodul können am Gerät frei wählbare Temperatur-Zeitprofile eingestellt werden. Während des Ablaufes des Temperatur-Zeitprogramms werden die Messwerte des Dreifachsensors von dem Messrechner aufgezeichnet. Gleichzeitig wird neben dem Dreifachsensor ein PT-25 (siehe auch PT-Kalibrierung) als Referenzthermometer temperiert, dessen Messwerte ebenfalls vom Messrechner aufgezeichnet werden.

	PT-25 (°C)	Pos. 1 (°C)	Abw. (K)	Pos. 2 (°C)	Abw. (K)	Pos. 3 (°C)	Abw. (K)
	24.974	24.892	-0.082	24.880	-0.093	24.890	-0.084
Halter Nr.15	80.135	80.806	0.671	80.772	0.637	80.809	0.674
	138.165	139.815	1.651	139.760	1.596	139.840	1.676
	24.995	24.843	-0.153	24.875	-0.120	24.831	-0.164
Halter Nr.16	80.141	80.865	0.724	80.837	0.696	80.705	0.564
	138.175	139.925	1.750	139.870	1.695	139.572	1.398
	24.966	24.880	-0.086	24.898	-0.068	24.887	-0.079
Halter Nr.18	80.040	80.014	-0.026	80.237	0.197	80.546	0.506
	138.002	138.010	0.008	138.548	0.546	139.184	1.182
Halter Nr.20	24.966	24.831	-0.135	24.827	-0.138	24.874	-0.092
	80.164	80.585	0.421	80.507	0.343	80.707	0.543
	138.213	139.212	0.999	139.151	0.939	139.424	1.211
	24.979	24.907	-0.072	24.912	-0.067	24.903	-0.076
Halter Nr.21	80.045	80.670	0.625	80.729	0.685	80.696	0.651
	137.979	139.491	1.512	139.669	1.690	139.547	1.568
	24.972	24.892	-0.080	24.874	-0.098	24.881	-0.091
Halter Nr.22	80.096	80.664	0.567	80.607	0.510	80.719	0.622
	138.104	139.320	1.216	139.327	1.223	139.540	1.437
	24.965	24.791	-0.174	24.761	-0.204	24.826	-0.139
Halter Nr.23	80.147	80.546	0.399	80.582	0.435	80.570	0.422
	138.190	139.159	0.969	139.343	1.153	139.238	1.048
	24.948	24.790	-0.158	24.782	-0.166	24.781	-0.167
Halter Nr.24	80.024	80.791	0.767	80.765	0.742	80.421	0.397
	137.962	139.946	1.984	139.876	1.914	139.031	1.069

Tabelle 4.1: Temperaturmesswerte der 0,25 mm Thermoelemente (mit Position auf
den Dreifachsensoren) und des PT-25 Referenztemperatursensors aus
der Nachkalibrierung sowie deren jeweiligen Abweichungen zum PT-25

Da hierdurch das Temperaturverhalten aller bisher verwendeten 0,25 mm Thermoelemente bekannt ist, können die Messergebnisse der vorhandenen Experimente entsprechend korrigiert werden. Des Weiteren wurden mit Hilfe der Temperaturmesswerte aus der Kalibrierung Abweichungs-Koeffizienten bestimmt, die in das Messprogramm integriert werden, um so direkt den jeweils "korrekten" Temperaturmesswert zu berechnen und abzuspeichern. Die Gleichung zur Berechnung der korrigierten Temperatur hat die Form:

$$c_2 \cdot (T_{\text{TE}} - T_{\text{KK}})^2 + c_1 \cdot (T_{\text{TE}} - T_{\text{KK}}) + c_0 + T_{\text{TE}} = T_{\text{Kor}}$$
 (4.18)

mit den Koeffizienten c_2 [1/K], c_1 [1] und c_0 [K], der ursprünglichen Thermoelementtemperatur T_{TE} und der korrigierten Thermoelementtemperatur T_{Kor} . Für die Bestimmung der Koeffizienten wurden die Temperaturen 25°C, 80°C und 138°C gewählt, um den gesamten Bereich der Fluidtemperaturmessung abzudecken. Da in dieser Kalibrierung gleichzeitig die gesamte Messkette⁵⁰ vom Thermoelement bis zum Messrechner mitberücksichtigt wurde, liegt die zu erwartende Messunsicherheit der 0,25 mm Thermoelemente im Bereich bis 138°C bei maximal ±0,2 K⁵¹.

Neben der reinen Messunsicherheit der 0,25 mm Fluidtemperatursensoren ist der Zuordnungsfehler von besonderer Bedeutung, der durch die Positionierung der Thermoelemente im Ringspalt bedingt ist. Wie in Abschnitt 4.1.3 bereits beschrieben wurde, betragen die Nennabstände zur beheizten Innenrohrwand 1 mm, 2,5 mm und 4 mm. Da sich insbesondere das Thermoelement auf der ersten Position (1 mm) in dem Bereich mit dem größten Temperaturgradienten befindet, ist die genaue Kenntnis des tatsächlichen Abstandes zur Innenrohrwand von besonderer Wichtigkeit⁵². Die Unsicherheit für die Positionierung des Thermoelementes auf Position 1 beträgt für die bisher durchgeführten Experimente $\pm 0,2$ mm. Für die Positionen 2 und 3, deren Abstände jeweils an Position 1 angepasst wurden, beträgt die Unsicherheit bezüglich Position 1 $\pm 0,05$ mm. Diese Werte gelten für beide Varianten des Dreifachsensors, der Varianten 1 und 3. Die absolute Unsicherheit bezüglich der Innenrohrwand beträgt demnach maximal $\pm 0,25$ mm (ungünstigster Fall 0,2 mm + 0,05 mm).

Im Rahmen eines Umbaus und Revision der Ringspaltstrecke ergab sich die Möglichkeit, die Position des ersten Thermoelementes mit anderen Hilfsmitteln außerhalb der Klimakammer genauer zu vermessen, da die Messbedingungen bei montierter Strecke sehr ungünstig waren. Das Messverfahren, auf das an dieser Stelle nicht

⁵⁰Die Thermoelement-Kalibrierung erfolgte jeweils auf dem endgültigen Steckplatz im Kupferquader.

 $^{^{51}}$ Alle Sensoren wurden nach der Kalibrierung nachmals vermessen. Dabei wurde bei einzelnen Thermoelementen eine Abweichung von maximal ±0,2 zur PT-25 Referenz ermittelt. Im Mittel lag die Abweichung mit ±0,1 deutlich niedriger.

⁵² Die genaue Zuordnung der gemessenen Fluidtemperatur zu einer Position im Ringspalt ist insbesondere für die Bilanzierung des Wärmestroms und dessen Aufteilung in die Temperaturerhöhung des Fluids bzw. der Verdampfung von Lösungsmittel von Bedeutung.

näher eingegangen werden soll, besitzt im Vergleich zu dem zuvor angewandten Verfahren eine wesentlich kleinere Unsicherheit von $\pm 0,04$ mm. Da mit dem neuen Verfahren allerdings nur das erste Thermoelement vermessen werden konnte, beträgt die relative Unsicherheit von Position 2 und 3 zu Position 1 nach wie vor $\pm 0,05$ mm; die absolute Unsicherheit verbesserte sich dagegen auf maximal $\pm 0,09$ mm (im ungünstigsten Fall 0,04 mm + 0,05 mm).

Aufgrund des oben genannten Umbaus der Ringspaltstrecke – die Lage der Durchführungen für die Rohrthermoelemente und den Heizleiteranschluss wurde um 60° zur Lage der Fluidtemperatur- und Druckmessung durch verdrehen des Versuchsrohrflansches zum jeweiligen Segment versetzt, siehe auch Bild 3.2 – änderte sich die Lage der Innenrohre zum Außenrohr. Da sich hierdurch gleichzeitig auch die Abstände der Innenrohre zu den Fluidtemperatursensoren verschoben – die Position der Thermoelemente auf dem Halter sowie die Position der Rohrverschraubung können nachträglich nicht mehr verändert werden –, sind die aktuellen Werte zum Teil deutlich unterschiedlich zu den ursprünglich vorgesehenen "Nenn"-Abständen. In der folgenden Tabelle 4.2 sind die aktuellen Abstände der drei Thermoelemente von der Innrohroberfläche des jeweiligen Segmentes angegeben. Bei einigen Segmenten ist zum Teil ein deutlicher Unterschied zum ursprünglichen Nennabstand zwischen Rohrwand und Messposition 1 zu erkennen. Aufgrund der speziellen Konstruktion der letzten Messstelle blieben die Positionen der Thermoelemente am Ende der Strecke unverändert.

Segment		Abstä	nde und Tole	eranzen ir	ı mm			
Nummer	TE Pos.	. 1 /	TE Pos	TE Pos	. 3 /			
Nummer	Rohrwa	and	Rohrwa	and	Rohrwa	Rohrwand		
I	0.675	±0.04	2.175	±0.09	3.675	±0.09		
П	1.035	"	2.535	"	4.035	"		
III	1.195	"	2.695	"	4.195	"		
IV	1.240	"	2.740	"	4.240	"		
V	1.125	"	2.625	"	4.125	"		
VI	0.755	"	2.255	"	3.755	"		
VII	1.105	"	2.605	"	4.105	"		
Ende	1.500	±0.1	3.000	±0.15	4.500	±0.15		

Tabelle 4.2: Abstände der radial im Ringspalt angeordneten Fluidthermoelemente auf den Positionen 1, 2 und 3 zur beheizten Innenrohrwand

4.5 Anfangs- und Restgehaltbestimmung des Lösungsmittels im Silikonöl

Neben den direkt zu messenden Größen wie Druck und Temperatur, ist vor allem auch die Kenntnis der jeweiligen Pentan Anfangs- und Endgehalte von Bedeutung. Der Anfangsgehalt an Lösungsmittel stellt bei dieser Untersuchung vor allem einen entscheidenden Einflussfaktor für den Druckverlust und die ablaufenden Wärmeübergangsphänomene dar, wie in Kapitel 6 noch zu sehen sein wird. Der Endgehalt spiegelt wiederum den "Wirkungsgrad" des Prozesses, und ist in der industriellen Anwendung ein wichtiges Qualitätsmerkmal.

Aus diesem Grund werden von dem jeweils verwendeten Versuchsstoffgemisch⁵³ sowie von dem aus den Versuchsstrecken austretenden Silikonöl gravimetrische Konzentrationsanalysen durchgeführt. Hierfür werden definierte Probenvolumen in speziell dafür angefertigte Behälter gezogen, deren Leergewicht vorher genau bestimmt wurde. Um einen statistisch zuverlässigeren Wert für die Anfangs- und Restgehaltbestimmung zu erhalten, werden jeweils mindestens drei Proben verwendet. Da sich die Methode für die Anfangsgehaltbestimmung nur unwesentlich von der der Restgehaltanalyse unterscheidet, wird im Folgenden nicht explizit zwischen den beiden Fällen unterschieden.

Nach der Probenahme und verschiedenen Bearbeitungsschritten – Einzelheiten zur Probenaufbereitung und Behälterreinigung sind im Anhang 10.2 zu finden – werden die Behälter gewogen und in einem Laborofen an ein Rohrleitungssystem angeschlossen. Über dieses System sind die Behälter mit einer Vakuumpumpe außerhalb des Ofens verbunden, über die bei einer Temperatur von 120°C das aus dem Sili-konöl verdampfende Pentan abgesaugt wird⁵⁴. Nach einer Verweilzeit von ca. zwei Wochen werden die Behälter erneut gewogen, wodurch die verdampfte Masse an Pentan, und somit auch die Pentankonzentration, aus dem Behälterleergewicht, dem Anfangs- und dem Endgewicht berechnet werden kann.

Um repräsentative Proben für die Restgehaltbestimmung zu erhalten, sollte der jeweils eingestellte Versuchspunkt für mindestens eine Stunde einen stationären Temperatur- und Druckverlauf zeigen. Der Grund hierfür liegt in der Bauart des Abschei-

⁵³ Prinzipiell wären die Informationen aus dem Ansetzvorgang für die Anfangsgehaltbestimmung zu verwenden; allerdings ist die minimale Unsicherheit der hierdurch gewonnenen Konzentrationswerte mit ±2% deutlich zu groß, siehe auch Kapitel 5.

⁵⁴ Bei einem Dampfdruck von 1·10⁻⁵ mbar [40] kann davon ausgegangen werden, dass der Anteil an verdampfendem Silikonöl während des Entgasens mit diesem Verfahren nicht nachgewiesen werden kann. Verweilzeiten mit bis zu zwei Monaten bestätigten dies, da die Gewichte im Rahmen der Messunsicherheit nach dieser Zeit identisch zu den Werten mit nur zwei Wochen Verweilzeit waren.

ders, da das Silikonöl nach dem Austritt aus den Versuchsstrecken eine bestimmte Zeit benötigt, bis es zu dem Einlauf der Austragspumpe gelangt und von dort weitergefördert wird. Dies hat zur Folge, dass sich zu Anfang des stationären Verlaufs eines Messpunktes noch Silikonöl aus dem Anfahrvorgang im Abscheider befinden kann. Eine zu diesem Zeitpunkt gezogene Probe hätte somit einen mehr oder weniger fehlerhaften Restgehalt.

Die Proben für die Anfangsgehaltbestimmung werden ca. in der Mitte eines Versuchstages zwischen zwei Messzuständen gezogen. Bei vier oder mehr Messzuständen werden z.T. auch Proben nach dem ersten Messzustand und vor dem letzten Messzustand eines Versuchstages genommen, um die Konzentrationskonstanz des Versuchsstoffgemisches zu kontrollieren.

Wie schon in Abschnitt 3.8 beschrieben wurde, besteht die Vorrichtung zur Entnahme der Restgehaltprobe aus zwei Kükenhähnen und einem Überstromventil. Der erste Kükenhahn, an den jeweils die Probenbehälter direkt angeschlossen werden, dient dazu, die Entnahmestelle zur Umgebung abzuschließen. Um den kompletten Massenstrom in den Probenbehälter zu leiten, ist unterhalb der Entnahmestelle ein zweiter Hahn vorgesehen, der während der Probenahme die Leitung zum Auffangbehälter verschließt⁵⁵, siehe auch Bild 3.1.

Bei den Probenahmen zur Anfangsgehaltbestimmung wird im Prinzip auf sehr ähnliche Weise vorgegangen. Anstatt eines Kükenhahnes zum Absperren der Entnahmeleitung wird hier ein spezielles Nadelventil mit sehr geringem Druckverlust verwendet, welches neben der Absperrfunktion auch der Einstellung eines bestimmten Druckniveaus in der Förderleitung während der Massenstrommessung dient, Details siehe fünftes Kapitel. Die Funktion des zweiten Hahnes wird durch den 3-Wege Umschalt-Kugelhahn übernommen, der ansonsten den Versuchsstoff entweder zu den Versuchsstrecken oder zurück in den Vorratsbehälter leitet.

Die eigens angefertigten Probenbehälter wurden hinsichtlich einiger Eigenschaften für das hochviskose Medium optimiert. Die besondere Problemstellung bei diesen Behältern war, dass das Verhältnis V_B/m_B aus Füllvolumen V_B und Behältergewicht m_B möglichst groß sein sollte, um somit ebenfalls ein günstiges Verhältnis m_E/m_B zwischen Einwaage m_E und Behältergewicht m_B zu erzielen. Als Lösung boten sich

⁵⁵ Hieran schließt sich ein Überstromventil an (Betriebsdruck 7 bar, einstellbar), welches dazu dient, die Austragspumpe während der Nachkalibrierung der Druckaufnehmer gegen die Umgebung abzudichten, da diese bei höheren Stickstoffdrücken im Abscheider nicht vollständig dicht ist.

kugelförmige Behälter aus dünnwandigem Edelstahlblech an, die sich in ähnlicher Form schon beim Betrieb der Phasengleichgewichtsapparaturen des Instituts bewährt hatten und ein Innenvolumen von 100 ml besitzen⁵⁶. Die optimale Füllmenge des Behälters wurde für diese Anwendung auf ca. 50 ml festgelegt, damit im Inneren des Behälters beim Anlegen von Vakuum auch bei hohem Pentangehalt genug Raum zum Aufschäumen bereitsteht und das Öl nicht aus dem Behälter austritt. Als Behälterarmatur wurde ein 6 mm Kugelhahn der Firma Swagelok verwendet, der den besten Kompromiss hinsichtlich des Gewichts, des Druckverlusts und der Entleerbarkeit darstellte. Die Masse der Probenbehälter beträgt mit dieser Armatur und dem dazugehörigen Adapter im Mittel ca. 260 g.

Die mit diesem Verfahren erreichbare Messunsicherheit der Anfangsgehaltbestimmung kann aufgrund der bisherigen Erfahrungen im Mittel mit $\pm 0,1\%$ (Massenprozent) Pentan angegeben werden. Da die Pentanrestgehaltbestimmung aufgrund des wesentlich niedrigeren Pentangehalts unproblematischer ist, ist hier eine Messunsicherheit in der Bestimmung der Pentankonzentration von $\pm 0,02\%$ möglich. Die genannte Unsicherheit für den Pentan-Anfangsgehalt beruht auf einer statistischen Auswertung aller bisher verfügbaren Messwerte. Dabei wurde eine Standardabweichung von $\pm 0,1\%$ für die (intakten) Proben einer Versuchsstoffcharge ermittelt⁵⁷. Ähnliches gilt für die Unsicherheit der Restgehaltbestimmung, bei der eine Standardabweichung von 0,02% gefunden wurde. Hierbei wurden allerdings die Messzustände mit Schwingungen – siehe Kapitel 6 – nicht mit einbezogen.

$$\Delta \mathbf{x}_i = \sqrt{\frac{\sum \mathbf{x}_i^2 - \mathbf{n} \cdot \mathbf{x}^2}{\mathbf{n} - 1}}$$
, mit *n* als der Anzahl der Messungen und dem Mittelwert *x*.

 $^{^{56}}$ Alternativ zu der beschriebenen Lösung wäre auch die Verwendung größerer Behälter mit einem günstigerem Verhältnis V_B/m_B bzw. m_E/m_B möglich gewesen; dies hätte allerdings deutlich längere Analysenzeiten zur Folge, da bei einem größeren Probenvolumen die Wege für den Stofftransport des Pentans durch das Silikonöl länger werden.

⁵⁷ Zur Bestimmung der Standardabweichung wurde folgende Gleichung verwendet:

5. Versuchsdurchführung

In diesem Kapitel werden neben den allgemeinen Versuchsvorbereitungen auch die speziellen Vorbereitungen für die Inbetriebnahme der Ringspaltversuchsstrecke beschrieben. Hieran schließt sich eine Zusammenfassung der während der eigentlichen Experimente durchzuführenden Arbeiten an. Abschließend wird ein Überblick über die bisher mit der Ringspaltversuchsstrecke durchgeführten Experimente gegeben und die dabei jeweils eingestellten Prozessparameter werden näher erläutert.

5.1 Versuchsvorbereitungen

5.1.1 Ansetzen des Versuchsstoffgemisches

Um zum Zeitpunkt des Versuchstages das gewünschte Versuchsstoffgemisch zur Verfügung zu haben, muss das in den beiden Auffangbehältern befindliche Silikonöl zurück in den Vorratsbehälter geleitet werden, um es dort mit der jeweils gewünschten Menge Pentan zu mischen⁵⁸. Da während des Einfüllens des Öls Inertgase in den Vorratsbehälter gelangen können, wird dieser vor dem Einleiten des Pentans mit Hilfe einer Vakuumpumpe für ca. 1 Stunde evakuiert. Danach wird ein Auffangbehälter mit der vorher berechneten Menge Pentan befüllt, die für die gewünschte Pentankonzentration notwendig ist. Bei der Berechnung der Pentanmenge wird dabei neben dem reinem Silikonöl auch ein gewisser Restgehalt an Pentan im Silikonöl berücksichtigt, da in den vorangegangenen Experimenten in der Regel nicht 100% des im Öl gelösten Pentans entfernt wurde. Die verbleibende Pentanmenge wird dabei aus Erfahrungen abgeschätzt (Restgehaltbestimmung zu hoher Arbeits- und Zeitaufwand) und liegt im Schnitt zwischen 0,5% und 3%.

Um die beiden Komponenten besser mischen zu können – die Viskosität des Silikonöls nimmt mit steigender Temperatur deutlich ab –, wird der Vorratsbehälter mit Hilfe der in dem Doppelmantel befindlichen Heizpatronen auf 50°C aufgeheizt. Nach Erreichen der Mischtemperatur wird der Vorratsbehälter vor dem eigentlichen Mischen noch mehrere Male für kurze Zeit "entlüftet", um hierdurch noch eventuell im System vorhandene Inertgase aus dem Behälter herauszuspülen. Hierbei wird vor allem die geringere Dichte der Inertgase gegenüber dem Pentandampf ausgenutzt,

⁵⁸ Da dieser Prozess sehr zeitaufwändig ist – zum Entleeren eines mit ca. 100 kg M1000k gefüllten Auffangbehälters wird mindestens eine Zeitspanne von 24 Stunden benötigt – sollte immer ein ausreichendes Zeitfenster von ca. 5 Tagen eingeplant werden.

die sich vor allem am höchsten Punkt des Behälters unterhalb des Deckels sammeln. Da hierdurch auch eine nicht zu vernachlässigende Menge an Pentan verloren geht, wird beim Einwiegen zum Ausgleich der Verluste eine zusätzliche Pentanmasse von ca. 0,2 kg zu dem ursprünglich berechneten Wert hinzu gegeben. Der Pentangehalt ist aufgrund des oben beschriebenen Ansetzvorganges nicht genau vorhersagbar, konnte im Durchschnitt aller bisherigen Gemische allerdings auf ca. ±2% des ursprünglich anvisierten Pentangehaltes eingestellt werden.

Nachdem der Vorgang zur Entfernung der Inertgase abgeschlossen wurde, wird das Rührwerk mit einer Drehzahl von nur 3 U/min angefahren, da aufgrund der zu Anfang noch sehr hohen Viskosität ansonsten zu stark belastet würde. Schrittweise wird die Drehzahl im Laufe von ca. 2 Stunden auf 25 Umdrehungen pro Minute gesteigert. Zusätzlich wird die Speisepumpe in Betrieb genommen, um den Mischprozess durch das Umpumpen des Öls von unten nach oben im Behälter zu unterstützen. Aus Erfahrungen mit diesem Stoffsystem beträgt die typische Mischzeit bis zum Vorliegen eines homogenen Gemischs im Mittel ca. 12 Stunden⁵⁹. Um eventuell dennoch existierende Inhomogenitäten abzubauen – tatsächlich konnten diese bisher noch nicht beobachtet werden – wurde die Mischzeit auf 24 Stunden festgelegt. Danach wird das Gemisch noch ca. 24 Stunden "ruhen" gelassen (ausschalten des Rührwerks und der Speisepumpe), um einerseits eine einheitliche Versuchsstofftemperatur im Gemisch zu erreichen und andererseits die unter Umständen noch in der Flüssigkeit befindlichen Pentangasblasen aufzulösen.

5.1.2 Versuchsvorbereitungen vor dem Messtag

Der zeitliche Ablaufplan für die Inbetriebnahme der Anlagenkomponenten vor dem eigentlichen Messtag ist in Bild 5.1 zusammengefasst. Zusätzlich sind die Vorgänge am Vorratsbehälter während dieses Zeitraumes aufgeführt.

Die Notwendigkeit, einige Anlagenkomponenten eine bestimmte Zeit vor dem Messtag hochzufahren erklärt sich vor allem durch den Zeitbedarf, den diese benötigen, um in einen stationären Zustand zu gelangen. Dies gilt vor allem für die Klimakam-

⁵⁹ Das Versuchsstoffgemisch wurde nach dieser Zeitspanne für einen Messtag mit verschiedenen Messzuständen verwendet. Während des Messtages wurde zu verschiedenen Zeiten – zu Anfang, zwischen den einzelnen Messzuständen und am Ende des Messtages bei fast vollständig geleertem Versuchsstoffbehälter – Proben des Versuchsstoffgemisches gezogen. Die dabei gemessenen Abweichungen zwischen den einzelnen Proben lagen innerhalb der in Abschnitt 4.5 angegebenen Messunsicherheit und zeigten keine Tendenz in eine bestimmte Richtung.

mer, die in der Regel zwei Tage vor der geplanten Messung in Betrieb gesetzt wird, um von Umgebungstemperatur auf das gewünschte Temperaturprofil des ersten Messzustandes hochzufahren.

Ein weiteres System, dass ca. 24 Stunden vor der ersten Messung in Betrieb genommen werden muss, ist die Beheizung der Versuchsstoffsteigleitung. Dieser Zeitraum ist einerseits bedingt durch die Anfahrzeit der Versorgungspumpe (erreichen der erforderlichen Betriebstemperatur) und andererseits durch die Aufheizzeit der Steigleitung. Da die Steigleitung mit dem Wärmeträgeröl des Vorratsbehälters versorgt wird, ist während der Aufheizphase der Steigleitung zudem ein deutlicher Temperaturabfall im Doppelmantel des Vorratsbehälters festzustellen, der erst nach einer gewissen Betriebszeit (ca. 5 h) wieder ausgeglichen ist.

Die Kältemaschine, die ebenfalls vor dem eigentlichen Messtag in Betrieb genommen wird und zur Versorgung des Pentankondensationssystems mit Kühlsole (Ethanol) dient, benötigt ca. 12 Stunden (inklusive Vorwärmung des Kompressors), bis die erforderliche Betriebstemperatur von -75°C erreicht ist⁶⁰.



Bild 5.1: Zeitskala der Versuchsvorbereitungen vor dem Messtag (ohne Ansetzen des Versuchsstoffgemisches)

⁶⁰ Diese Zeit setzt sich zusammen aus ca. 8 Stunden Vorwärmzeit für das Motoröl der Kaskaden-Kältemaschine auf die erforderliche Betriebstemperatur und ca. 4 Stunden zur Abkühlung des Kondensationssystems.

5.1.3 Versuchsvorbereitungen am Messtag

Bevor die Anlage den Versuchsbetrieb aufnehmen kann, muss unmittelbar am Versuchstag zur Unterstützung des Kondensationssystems die Vakuumpumpe an dem Entlüftungsventil der Anlage zusammen mit der mit flüssigem Stickstoff betriebenen Kühlfalle angeschlossen werden. Die Kühlfalle dient in erster Linie dazu, das neben den Inertgasen ebenfalls aus der Kondensation abgesaugte Pentan zu verflüssigen, um hierdurch einerseits die Vakuumpumpe zu entlasten und andererseits die Verluste von gasförmigen Pentan an die Umgebung so klein wie möglich zu halten.

Vor dem Anschalten der Speisepumpe wird die gesamte Anlage von der Steigleitung über die Versuchsstrecken und den Abscheider, sowie das Kondensationssystem mit Pentanauffangbehälter evakuiert, um eventuell noch vorhandene Inertgase oder Sauerstoff aus dem System zu entfernen.

Die Kombination von niedrigen Pentankonzentrationen und gleichzeitig hohem Durchsatz kann zur Bildung von Dampfblasen im Einlaufbereich der Speisepumpe führen, da der durch die Pumpe erzeugte Unterdruck aufgrund des hohen Druckverlustes in der Zuleitung nicht schnell genug durch das Nachfließen von Versuchsstoff kompensiert werden kann⁶¹. Um dennoch einen problemlosen Betrieb der Speisepumpe zu gewährleisten, wird unmittelbar vor deren Anfahren ein Stickstoffvordruck von ca. 4 bar auf den Vorratsbehälter gegeben. Dadurch wird gewährleistet, dass ein ausreichend hoher Druck am Pumpeneinlauf bereitsteht, und für das vollständige Füllen der Zahnzwischenräume sorgt, siehe auch Abschnitt 3.9.

Abschließend eine Zusammenfassung der Arbeiten, die am Versuchstag vor der Messung durchzuführen sind:

- Anschließen der Auffangbehälter f
 ür Pentan und Silikonöl sowie Bereitstellen des zweiten Silikonöl-Auffangbeh
 älters
- Anschließen von Vakuumpumpe und Kühlfalle mit Stickstoffkühlung
- Evakuieren der kompletten Versuchsanlage inklusive des Kondensationssystems und des Pentan-Auffangbehälters
- Einstellen des Stickstoffvordrucks im Vorratsbehälter
- Hochgeschwindigkeitskamera aufbauen und Hochfahren des Systems

⁶¹ Neben dem damit verbundenen schwankenden Liefergrad – der Massenstrom ist nicht genau zu bestimmen, da die Pumpe nicht vollständig gefüllt wird – wäre langfristig auch eine Schädigung der Speisepumpe zu befürchten.

5.2 Versuchsablauf

Nach dem Abschluss der vorbereitenden Arbeiten wird damit begonnen, den ersten Messzustand anzufahren. Hierzu wird die Speisepumpe eingeschaltet und der vorgesehene Durchsatz justiert. Um ein Volllaufen des Abscheiders mit Silikonöl zu verhindern, wird die Austragspumpe auf einen etwas höheren Durchsatz als die Speisepumpe eingestellt. Spätestens ab diesem Zeitpunkt wird das Messprogramm gestartet, um alle Vorgänge während des Anfahrvorgangs aufzuzeichnen.

Da das Versuchsstoffgemisch am Eintritt zu den Versuchsstrecken zu kalt ist – die Wärmeverluste entlang der Steigleitung können durch die Steigleitungsheizung nicht vollständig kompensiert werden –, wird der Ölbadthermostat zur Beheizung des Mischers im Inneren der Klimakammer so eingestellt, dass der Versuchsstoff mit einer Temperatur von 50°C in die jeweilige Versuchsstrecke gelangt⁶². Die Einstellung des Ölbadthermostaten ist jeweils abhängig von dem gefahrenen Durchsatz und der Temperatur im oberen Bereich der Klimakammer. Bei der Ringspaltversuchsstrecke erfolgt die Temperaturkontrolle über ein in der Zuleitung kurz vor dem Eintritt in die Strecke montiertes Platinthermometer (PT100).

Die Inbetriebnahme der Rohrheizungen des Ringspalts unterscheidet sich je nach der Betriebsart. Bei der Betriebsart "konstante Wärmestromdichte" müssen jeweils die passenden Heizleistungen an den sieben Segmenten eingestellt werden. Im Fall der Betriebsart "konstante Wandtemperatur" ist es dagegen erforderlich, den Verlauf der gemessenen Rohrtemperaturen kontinuierlich zu verfolgen, da in der Anfangsphase noch ein häufiges Nachregulieren der Heizleistungen nötig ist, um die gewünschte Wandtemperatur entlang der Versuchsstrecke zu erreichen.

Für beide Modi ist zudem während des Versuchs eine kontinuierliche Kontrolle der Klimakammerthermostatisierung nötig, da der Verlauf des Temperaturprofils in der Kammer immer dem des Versuchsstoffes entsprechen sollte. Hierfür ist in der Regel eine mehrmalige Anpassung der Leistung der elektrischen Luftheizer und der Durch-flussmenge an Kühlwasser im Gegenkühler (Wärmeübertrager Nr.2 in Bild 3.5) notwendig. Aufgrund von Schwankungen im Kühlwassernetz muss zum Teil auch während eines Versuches bei schon abgeschlossener Einstellung der Luftheizerleistung eine Korrektur am Regelventil des Kühlwasser-Kreislaufs vorgenommen werden.

⁶² Andere Eintrittstemperaturen wären möglich, wurden bisher aber nicht gefahren.

Bild 5.2 zeigt ein Beispiel für die Einstellung des Temperaturprofils in der Klimakammer für drei Versuche mit unterschiedlichen Durchsätzen und einem Silikonöl mittlerer Viskosität (M100k mit 100 Pa·s bei 25°C), wobei an der Ringspaltversuchsstrecke über alle Segmente eine konstante Heizleistung von 4 kW/m² eingestellt wurde. Die Lufttemperatur im Bereich des ersten Segmentes wird dabei mit Hilfe des Luft/Wasser Wärmeübertragers eingestellt, während die folgenden sechs Lufttemperaturen mit Hilfe der sechs elektrischen Zusatzheizungen an die Fluidtemperaturen der nächsten Versuchsstreckensegmente angepasst werden.

Ein Versuchspunkt gilt in der Regel dann als angefahren, wenn ein stationärer Verlauf in der Fluidtemperatur und im Druck erkennbar ist. Nach Erreichen dieses Punktes wird damit begonnen, Videoaufnahmen mit der Hochgeschwindigkeitskamera und gegebenenfalls auch mit einer "herkömmlichen" CCD-Kamera durchzuführen.



Bild 5.2: Temperaturverläufe (einfache Fluidmesstechnik mit 0,5 mm Thermoelementen) in der Ringspaltversuchsstrecke und der Klimakammer bei drei unterschiedlichen Durchsätzen mit jeweils gleicher Heizleistung aller Segmente von 4 kW/m², Silikonöl M100k mit 12% Pentananteil

Bei der Hochgeschwindigkeitskamera handelt es sich um ein digitales Videosystem der Firma Weinberger. Die Kamera ist mit einem CCD-Chip ausgerüstet, der eine Auflösung von 262.144 Bildelementen besitzt, entsprechend 512 Zeilen mit jeweils 512 Elementen. Die Kamera kann bei voller Auflösung mit einer Bildaufnahmefrequenz zwischen 50 Hz und maximal 1000 Hz betrieben werden. Aufgrund der relativ niedrigen Strömungsgeschwindigkeit in den Versuchsrohren wird die Kamera in der Regel mit einer Frequenz von 50 Hz (= 50 Bilder pro Sekunde) betrieben. Bei dieser Frequenz ist die Aufnahmezeit durch den internen RAM-Speicher der Kamera auf insgesamt 40 Sekunden begrenzt. Danach müssen die aufgenommenen Bilder erst auf einer Festplatte gespeichert und im RAM-Speicher gelöscht werden, bevor die nächste Aufnahmesequenz gestartet werden kann.

Um eine möglichst gute Ausleuchtung der Aufnahmefläche zu erreichen, werden spezielle LED-Blitzeinheiten verwendet, deren Blitzfrequenz über eine Anschlussleitung am Steuergerät der Hochgeschwindigkeitskamera synchronisiert wird. Maximal ist mit diesem Gerät eine Blitzfrequenz von 7000 Hz möglich, mit einer einstellbaren Blitzdauer von 10 μ s bis 90 μ s. Zusätzlich ist bei einem höheren Lichtbedarf die Anzahl der Blitze pro Bild auf maximal 4 zu erhöhen. Die LED-Fläche besteht aus insgesamt 36 (6 x 6) LED's mit einer erzeugten Lichtwellenlänge von 660 nm.

Während einiger Experimente konnten Druck- und Temperaturschwingungsvorgänge in den Versuchsstrecken beobachtet werden (siehe hierzu Kapitel 6). Aufgrund der Schwingungsdauer dieser Vorgänge, die im Bereich von 2 bis 7 Minuten liegen, wird zur Dokumentation des gesamten Schwingungsdurchlaufes ein Video-Camcorder verwendet. Durch den Abgleich der Bandlaufzeit mit der im Messprogramm aufgezeichneten Rechnerzeit können die auftretenden Strömungsvorgänge den Druckund Temperaturmesswerten des jeweiligen Segmentes zugeordnet werden.

Nach Abschluss der Videoaufnahmen und eines stationären Druck- und Temperaturverlaufs aller Messstellen von ca. 1,5 bis 2,5 Stunden – entsprechend ca. 60 bis 100 gespeicherten Messwerten aller Größen, vgl. Abschnitt 6.1 – werden die Proben zur Restgehaltbestimmung unterhalb des Abscheiders gezogen, siehe Abschnitt 4.5.

Vor dem Wechsel des Durchsatzes wird danach eine Massenstrommessung durchgeführt. Um zu gewährleisten, dass sich die Fördermengen der Speisepumpe während der Massenstrommessung und während des Experimentes nicht unterscheiden, wird der Druck in der Entnahmeleitung über das bereits in Abschnitt 4.5 beschriebene Zapfventil eingestellt. Der Massenstrom wird dann über die in einem bestimmten Zeitintervall – in der Regel 4 bis 7 Minuten – in ein Becherglas geflossene Gemischmasse gravimetrisch bestimmt. Um die Unsicherheit dieser Messmethode zu bestimmen, wurden mehrere Massenstrommessungen bei 6,6 l/h und verschiedenen Messzeiten durchgeführt; die dabei ermittelte Unsicherheit für die Reproduzierbarkeit beträgt weniger als 1‰ (0,67‰) des Massendurchsatzes.

Vergleicht man die bisher durchgeführten Experimente mit jeweils gleichem Nenndurchsatz und Pentangehalt hinsichtlich der Wiederholgenauigkeit der Durchsatzeinstellung, konnte im Mittel eine Abweichung von ±1% festgestellt werden. Diese Abweichung ist allerdings nicht allein auf die Einstellung der Speisepumpe zurückzuführen, sondern auch auf die leicht unterschiedlichen Pentangehalte – und somit auch Dichten – der verschiedenen Gemischschargen.

Nachdem die Massenstrommessung durchgeführt wurde, werden vor dem Anfahren des nächsten Betriebspunktes die Proben zur Anfangsgehaltbestimmung gezogen. Im Normalfall geschieht dies, wenn ca. die Hälfte des Versuchsstoffgemisches verbraucht wurde. Um den Entnahmevorgang zu vereinfachen, wird während dieses Zeitraumes in der Regel ein niedrigerer Durchsatz von 5 I/h eingestellt, wodurch sich bei einer Einwaage von 50 ml eine Entnahmezeit von etwa 36 Sekunden ergibt.

In der folgenden Liste sind noch einmal alle während des Messtages durchzuführenden Arbeiten zusammengefasst:

- Einstellen des korrekten Durchsatzes an der Speisepumpe sowie eines entsprechenden Durchsatzes an der Austragspumpe
- Einstellen des Ölbadthermostaten zur Beheizung des Mischers
- Ringspaltversuchsstrecke: Einschalten der sieben Rohrheizungen für Betriebsart "konstante Wärmestromdichte" oder "konstante Wandtemperatur"
- Kontrolle und Feinjustierung der Klimakammerthermostatisierung vor und während der Messung
- bei stationärem Temperatur- und Druckverlauf: Aufnahmen mit der Hochgeschwindigkeits-Videokamera und eventuell mit Video-Camcorder
- Probennahme zur Restgehaltbestimmung
- Kontrolle des Pentanschleusensystems während der Messung
- Probennahme zur Anfangsgehaltbestimmung (zwischen zwei Betriebspunkten)
- Bestimmung des Durchsatzes durch Massenstrommessung (zwischen zwei BP)
- Anfahren neuer Betriebspunkt durch Durchsatz- und/oder Heizleistungsvariation
- Anpassen der Klimakammerthermostatisierung für neuen Betriebspunkt

5.3 Versuchsprogramm

Im Rahmen dieser Arbeit wurden alle Experimente mit dem Silikonöltyp BAYSILONE der Firma Bayer durchgeführt. Allerdings kamen drei verschiedene Viskositäten zur Anwendung. Die kinematischen Null-Viskositäten der drei Silikonöle betragen laut Katalog nominell 10.000 mm²/s (Typ M10k), 100.000 mm²/s (Typ M100k) und 1.000.000 mm²/s (Typ M1000k), bei einer Fluidtemperatur von jeweils 25°C [40].

Die meisten Experimente wurden mit dem Silikonöltyp M1000k durchgeführt. Das Silikonöl M10k fand nur kurzzeitig während der Probeläufe und der ersten Untersuchungen Verwendung, da die Gemischviskosität dieses Öls an der unteren Grenze liegt, bei der die Versuchsanlage noch zufrieden stellend arbeitet. Es wird daher in Kapitel 6 nicht weiter auf dieses Öl eingegangen.

Die Variationsbreite von Durchsatz und Wärmestromdichte in den Experimenten mit der Ringspaltversuchsstrecke sollte vor allem einen weiten technisch interessanten Bereich abdecken, und wurde jeweils ausgehend von 1,8 kW/m² bzw. 3 l/h auf das 1,5-Fache des vorangegangenen Wertes gesteigert (=> 2,7 / 4 / 6 / 9 kW/m² bzw. => 4,4 / 6,6 / 10 / 15 l/h).

Die verwendeten Lösemittelgehalte liegen innerhalb des technisch wichtigen Bereichs und wurden variiert, um die Wirkung dieses Parameters auf die sich einstellenden Fluid- und Heizwandtemperaturen sowie die Drücke entlang der Versuchsstrecken interpretieren zu können. Allerdings umfassen diese bis jetzt noch nicht den ganzen in der technischen Anwendung vorkommenden Bereich – in der industriellen Anwendung kommen sowohl höhere als auch niedrigere Lösemittelgehalte vor.

In den folgenden Tabellen sind stark vereinfacht die Parameter aller bis Mitte 2005 durchgeführten Versuche aufgeführt. Tabelle 5.1 zeigt eine Übersicht über die Experimente, die während der Inbetriebnahme der Versuchsanlage mit dem niedrigviskosen Öl M10k an der Ringspaltversuchsstrecke durchgeführt wurden. Der grau hinterlegte Bereich steht für den Durchsatz, bei dem die weiter rechts durch einen Punkt gekennzeichneten Wärmestromdichten gefahren wurden. Der Buchstabe "N" in Tabelle 5.1 steht für die Durchsätze, die aufgrund der verfahrenstechnischen Grenzen der Versuchsanlage nicht erfolgreich vermessen werden konnten⁶³.

⁶³ Bei den kleineren Durchsätzen dieses Öls konnte die Versuchsstrecke bedingt durch die niedrige Viskosität des Versuchsstoffgemisches nicht vollständig gefüllt werden – die Strecke lief leer –, so dass keine vollständige Benetzung der Heizflächen erreicht werden konnte. Da Experimente unter diesen Bedingungen nicht als repräsentativ und reproduzierbar angesehen werden können, wurden die jeweiligen Messungen abgebrochen.

Zudem sollten die Messergebnisse dieses Silikonöls nur qualitativ verwendet werden, da sie während des Anlagenaufbaus stattfanden, in der noch wichtige Modifikationen an der Klimakammerthermostatisierung und der Messtechnik vorgenommen wurden mussten. Die Messwerte sind daher quantitativ nicht, oder nur sehr begrenzt nutzbar. Daher gelten diese Experimente nur als Vorversuche und sollten dementsprechend verwendet werden. Andererseits lieferten diese Experimente erste wichtige Erkenntnisse zum Betrieb der Versuchsanlage, siehe hierzu den Abschlussbericht zur ersten Phase des Hochviskos-Projektes [43].

Massenprozent	Durc	hsatz	in l/h	Wärmestromdichte in kW/m²				
i chian	6.6	10	15	0	4.0	6.0	9.0	
27%	Ν	Ν		•	•	•	•	
20%	Ν	Ν		•	•	•	•	
12%	Ν	Ν		•	•	•	•	

Tabelle 5.1: Parameter der Vorversuche mit Silikonöl M10k

In Tabelle 5.2 sind die Parameterbereiche der Experimente mit dem zweiten verwendeten Silikonöl, M100k, dargestellt. Der Schwerpunkt lag bei diesem Öl vor allem bei dem relativ niedrigen Pentangehalt von 12%, bei dem erstmals der Durchsatz zwischen 6,6 l/h, 10 l/h und 15 l/h variiert werden konnte.

Tabelle 5.2: Parameter der	Experimente	mit Silikonöl M100k
----------------------------	-------------	---------------------

Pentan Anteil	Durchsatz in l/h			Durchsatz Wärmestromdichte in l/h in kW/m²						
	6.6	10	15	0	4.0	6.0	9.0	95	120	150
27%				•	•	•	٠			
19%				•	•	•	•	•	•	•
12%				•	•	•	•	•	•	•
0%				•						

Neben der Betriebsart "konstante Wärmestromdichte" wurde hier an der Ringspaltversuchsstrecke zum ersten Mal die Betriebsart "konstante Wandtemperatur" gefahren. Um die Wirkung der beiden technisch wichtigen Nebenbedingungen der Wärmeübertragung "konstante Wandtemperatur" (T_W = konstant, z.B. bei Dampfbeheizung) und "konstante Wärmestromdichte" (\dot{q} = konst., z.B. bei elektrischer Beheizung) direkt miteinander vergleichen zu können, wurde die Variation der Heizwandtemperatur jeweils auf die mittlere Wärmestromdichte aller sieben Segmente abgestimmt. Dabei wurde die Heizwandtemperatur entlang der Ringspaltstrecke derart eingestellt, dass die insgesamt über die Rohrlänge der Versuchsstrecke in den Versuchsstoff eingebrachte Heizleistung in etwa der jeweiligen gesamten Heizleistung der Betriebsart "konstante Wärmestromdichte" entsprach.

Um Rückschlüsse über die Unsicherheit der Messtechnik zu erhalten, wurde zusätzlich ein Versuch mit reinem Silikonöl ohne Pentan gefahren. Im Gegensatz zu den Versuchen mit den Ölen M10k und M1000k konnten alle angefahrenen Betriebspunkte erfolgreich vermessen werden.

Tabelle 5.3 zeigt eine Übersicht über die Parameter der Experimente mit M1000k. Zusätzlich zu den aus den vorausgegangenen Experimenten schon bekannten Durchsätzen wurden die beiden kleineren Durchsätze 4,4 l/h und 3 l/h eingeführt, um den technisch interessierenden Bereich weiter nach unten abdecken zu können. Dementsprechend ergaben sich für die beiden Durchsätze auch zwei niedrigere Wärmestromdichten von 1,8 kW/m² und 2,7 kW/m². Somit standen insgesamt fünf verschiedene Durchsätze mit jeweils spezifisch gleicher Energiedichte (Heizleistung/Durchsatz = konst.) zur Verfügung.

Eine Besonderheit stellen die bei diesem Silikonöl erstmals beobachteten Schwingungsvorgänge der Strömung in der Ringspaltversuchsstrecke dar, weshalb einige Betriebspunkte – vor allem der Punkt 6,6 l/h bei 4 kW/m² mit einem Pentangehalt von 27% – zur genaueren Untersuchung mehrmals wiederholt wurden. Hierauf wird in Abschnitt 6.4 detailliert eingegangen.

Neben den "schwingenden" Betriebspunkten wurden auch andere Betriebspunkte nachgefahren. Alle wiederholten Experimente sind in Tabelle 5.3 durch ein Dreieck gekennzeichnet. Der Buchstabe "N" kennzeichnet wieder die Punkte, die aufgrund der Anlagengrenzen nicht erfolgreich vermessen werden konnten. Die Betriebspunkte, die zusätzlich durchgeführt wurden, allerdings außerhalb der üblichen Parameterbereiche liegen, sind in einer Fußnote zu Tabelle 5.3 angegeben.

Durchsatz in Litern				n	Wärmestromdichte in kW/m ²					Rohrwand- temperatur in °C				
	3.0	4.4	6.6	10	15	0	1.8	2.7	4.0	6.0	9.0	95	120	150
27%						•	▲ ● ●	•		•	N	•		•
						IN						•	•	IN
18%						•	•	•	N • •	•	N	•	•	• • • N
9%									•				•	•

Tabelle 5.3: Parameter der Experimente mit Silikonöl M1000k⁶⁴

Dreieckige Symbole repräsentieren Versuchspunkte, die mehrmals gefahren wurden: 3 l/h bei 1.8 kW/m²: 2 x, 4.4 l/h bei 4 / 2.7 kW/m²: 2 / 3 x, 6.6 l/h bei 4 kW/m²: 12 x, 10l/h bei 6 / 4 kW/m²: 3 / 2 x, 15 l/h bei 9 / 6 / 4 kW/m²: 7 / 3 / 2 x.

Symbol N: Diese Versuchspunkte konnten aufgrund zu großer Drücke, zu hoher Temperaturen oder zu hoher Heizleistungen nicht gefahren werden.

Im Rahmen dieser Arbeit wurden an der Ringspaltversuchsstrecke insgesamt 101 verschiedene Betriebspunkte angefahren, wovon 92 Betriebspunkte erfolgreich abgeschlossen werden konnten. Die restlichen 9 ließen sich aufgrund der technischen Grenzen der Versuchsanlage – zu hohe Rohrwandtemperaturen bzw. nicht ausreichende elektrische Heizleistung – nicht erfolgreich vermessen. Zusammen mit der Wiederholung einer Reihe von Betriebspunkten beläuft sich die Gesamtzahl der durchgeführten Experimente auf insgesamt 140.

⁶⁴ Zu den in der Tabelle aufgeführten Versuchen wurden zusätzlich durchgeführt: 6.6 l/h mit 3.5, 4.5 und 5 kW/m² sowie 22.5 l/h bei 9 kW/m² (alle bei 27% Pentananteil)

6. Systematische Untersuchungen zum Einfluss von Betriebsparametern

6.1 Einleitung

In diesem Kapitel wird aufgrund der Vielzahl zur Verfügung stehenden Messungen nur eine Auswahl der aussagekräftigsten Experimente mit den hochviskosen Silikonölen M100k und M1000k vorgestellt. Da die Experimente mit M10k während der Aufbauphase der Versuchsanlage vor den tief greifenden Modifikationen an der Messtechnik und der Klimakammer durchgeführt wurden, können diese nur als Vorversuche angesehen werden, und werden hier nicht weiter behandelt. Versuchsergebnisse zu M10k sind im Projekt-Abschlussbericht der ersten Phase zu finden [43].

Neben den reinen Messgrößen wie Druck und Temperatur, werden auch daraus abgeleitete Größen wie Temperaturdifferenzen und Wärmeübergangskoeffizienten gezeigt. Anhand dieser Ergebnisse sollen vor allem die systematischen Zusammenhänge der verschiedenen Prozessparameter und Messgrößen veranschaulicht und die Unterschiede zum Strömungssieden konventioneller Fluide niedriger Viskosität verdeutlicht werden. Des Weiteren werden, soweit möglich, für die beobachteten Vorgänge und Phänomene Erklärungen angeboten, die allerdings, bei dem jetzigen Stand dieses Forschungsprojektes, nur als vorläufig angesehen werden sollten.

Der größte Teil der hier vorgestellten Versuchsergebnisse beruht auf Messdaten, die mit dem Messprogramm in der langsamen Betriebsart – siehe hierzu auch Abschnitt 4.3 Messwerterfassung – aufgezeichnet wurden. Eine Ausnahme stellt lediglich Abschnitt 6.4 dar, in dem die in den Versuchsstrecken beobachteten Schwingungen betrachtet werden. Aufgrund der Schwingungsfrequenz ist die zeitliche Auflösung der "langsamen" Messwertaufzeichnung für eine detaillierte Auswertung der Schwingungsvorgänge nicht ausreichend, weshalb die mit der schnellen Messtechnik aufgezeichneten Daten verwendet werden mussten.

Die jeweils in den Diagrammen dargestellten Temperaturen und Drücke sind Mittelwerte, die in der Regel aus ca. 50 - 100 aufeinander folgenden Messungen des jeweiligen Betriebspunktes ermittelt wurden. Der Begriff "Betriebspunkt" bezeichnet hierbei einen abgeschlossenen Messzeitraum, in dem die relevanten Prozessparameter wie Durchsatz und Wärmestromdichte nicht verändert werden.

Bei der Auswertung werden nur die Messungen berücksichtigt, die in allen Segmenten einen zeitlich stationären Temperatur- und Druckverlauf zeigen. Alle Messungen davor bzw. danach werden nicht in die Mittelwertbildung miteinbezogen. Die Abweichungsbalken stellen die Minima und Maxima der gemessenen Werte dar, die in dem ausgewerteten Messzeitraum auftraten.

Der größte Teil der in diesem Kapitel vorgestellten Versuchsergebnisse beruht auf Messungen, bei denen 0,5 mm Fluidthermoelemente verwendet wurden. Ausnahme sind hierbei lediglich die zum Ende des Projekts durchgeführten Experimente, bei denen die neue Messtechnik mit 0,25 mm Thermoelementen zum Einsatz kam, siehe hierzu auch Kapitel 4.

Um die Experimente nicht nur hinsichtlich der gemessenen Parameter wie Temperatur und Druck miteinander vergleichen zu können, wurde zusätzlich der Wärmeübergangskoeffizient α berechnet. α wird sowohl im Fall des Behälter- als auch des Strömungssiedens als Quotient aus der Wärmestromdichte \dot{q} und der gemessenen Temperaturdifferenz zwischen Heizwand T_W und der Fluidtemperatur T_F definiert:

$$\alpha = \frac{\dot{q}}{T_{\text{Wand}} - T_{\text{Fluid}}}$$
(6.1)

Allerdings besitzt diese Definition für das Behältersieden eine andere "Qualität" als für das Strömungssieden. Das Fluid liegt beim Behältersieden in der Regel im Sättigungszustand vor und man geht daher von einer einheitlichen Fluidtemperatur im Verdampferkessel aus – ausschließlich der überhitzten Grenzschicht an der Rohrwand, in der die Blasenbildung stattfindet. Die Fluidtemperatur entspricht demzufolge der Siedetemperatur, die von dem jeweils im Verdampfer herrschenden Druck abhängt. Zusammen mit der Temperatur der beheizten Rohrwand, die als einheitlich angesehen wird⁶⁵ und der jeweils eingestellten Wärmestromdichte wird der Wärmeübergangskoeffizient berechnet, der als Kenngröße der Wärmeübertragung beim Behältersieden angesehen werden kann.

Für die Berechnung des Wärmeübergangskoeffizienten beim Strömungssieden ergibt sich insbesondere bei der Fluidtemperatur ein anderes Bild. Da entlang eines Siederohres ein Druckgefälle auftritt und zudem ein großer Teil wenn nicht sogar die gesamte Flüssigkeit bis zum Rohrende in Dampf umgewandelt wird, kann die Fluidtemperatur aufgrund der Abhängigkeit der Siedetemperatur vom jeweils herrschenden Druck axial unterschiedlich sein [2] (Annahme: Fluid im Sättigungszustand, siehe

⁶⁵ Tatsächlich wurde bei horizontalen Verdampferrohren ein Temperaturprofil über den Rohrumfang gemessen, welches allerdings bis zum jetzigen Zeitpunkt bei der Berechnung des Wärmeübergangs noch nicht berücksichtigt wurde, Gorenflo [8]

Kapitel 2). Zusätzlich ist mit einem mehr oder weniger stark ausgeprägten radialen Temperaturprofil im Rohr zu rechnen. Des Weiteren ist auch die Heizwandtemperatur entlang der Verdampferrohre nicht konstant. Die "globale" Gültigkeit des Wärmeübergangskoeffizienten über die gesamte Wärmeübertragerfläche und ein Fluid im gleich bleibenden Sättigungszustand, wie es beim Behältersieden der Fall ist, kann beim Strömungssieden daher nicht angenommen werden. Der experimentelle Wärmeübergangskoeffizient beim Strömungssieden wird daher in der Regel aus den lokal gemessenen Werten der Fluidtemperatur (Annahme: T_F entspricht der adiabaten Mischtemperatur) und der Rohrwandtemperatur berechnet.

Im Fall der in dieser Arbeit behandelten hochviskosen Silikonöle sind die oben genannten Zusammenhänge um so mehr zu beachten, da im Vergleich zu den niedrigviskosen Medien extreme Unterschiede in der Fluidtemperatur entlang der Versuchsstrecken zu beobachten waren. Für die Berechnung der lokalen Wärmeübergangskoeffizienten werden die im jeweiligen Segment gemessenen Werte für die Fluidund Wandtemperatur sowie die Wärmestromdichte verwendet. Da die Thermoelemente zur Messung der Rohrwandtemperatur axial nicht an der gleichen Stelle positioniert sind wie die der Fluidtemperaturmessung⁶⁶, die Werte für den Wärmeübergangskoeffizienten jedoch mit Temperaturwerten bei jeweils gleicher axialer Position berechnet werden sollten, werden die Rohrtemperaturen axial auf die Positionen der Fluidthermoelemente zurückgerechnet. Dies geschieht mit Hilfe eines Polynoms sechster Ordnung in der Excel-Auswertungsdatei des jeweiligen Experimentes, welches derart angepasst wird, dass alle gemessenen Wandtemperaturwerte mit dieser Funktion in Abhängigkeit von der Rohrlänge dargestellt werden können. Hierdurch werden dann die Rohrwandtemperaturen an die Stellen der Fluidtemperaturmessung zurückgerechnet⁶⁷. Zusätzlich wird noch der Temperaturabfall durch die 1 mm starke Rohrwand berücksichtigt, um die Oberflächentemperatur der Heizfläche zu erhalten.

Neben den Versuchen in der Betriebsart "konstante Wärmestromdichte" mit einer einheitlichen (elektrischen) Heizleistung an allen sieben Segmenten, wurden auch Versuche in der zweiten Betriebsart "konstante Wandtemperatur" durchgeführt. Bei dieser wird mit Hilfe der Messwerte der Rohrthermoelemente die jeweilige Segment -

⁶⁶ Die Fluidmessstelle ist jeweils 56 mm vom Segmentanfang entfernt, während die Rohrmessstelle 125 mm vom Segmentanfang entfernt ist.

⁶⁷ Vor der Verwendung des Polynoms wird dieses noch hinsichtlich des Verhaltens zwischen den Stützstellen (= Temperaturmessstellen) untersucht, um ein physikalisch korrektes Verhalten sicherstellen zu können.

Heizleistung derart eingestellt, dass entlang der Ringspaltversuchsstrecke eine einheitliche Heizwandtemperatur herrscht. Dabei ist allerdings zu beachten, dass innerhalb eines einzelnen Segments nicht von einer konstanten Heizwandtemperatur ausgegangen werden kann. Vielmehr ist die Temperatur zu Anfang des Segmentes niedriger als die geforderte Heizwandtemperatur, und nach der Messstelle höher. Genaue Wert hierzu lassen sich aufgrund fehlender Thermoelemente an diesen Stellen jedoch leider nicht angeben. Da sich die Messstelle in etwa im mittleren Bereich des Segmentes befindet (125 mm), und der Kupferkern im Innenrohr einen guten axialen Temperaturausgleich ermöglicht, wird bei der Auswertung von einer "einheitlichen" Rohrwandtemperatur ausgegangen, die sich zwischen Anfang und Ende des Segmentes in etwa mittelt. Mit der Wandtemperatur und der bekannten Wärmestromdichte lässt sich somit der Wärmeübergangskoeffizient auf ähnliche Weise bestimmen wie bei den Experimenten konstanter Wärmestromdichte.

Wie in Kapitel 2 schon beschrieben wurde, ist der Zustand des Fluids ein entscheidendes Kriterium für den vorherrschenden Wärmeübergangsmechanismus. Vor allem das Erreichen des Sättigungszustandes kann sich dabei in einer deutlichen Veränderung des Fluidtemperaturverlaufs äußern⁶⁸. Aus diesem Grund wird bei der Diskussion der Versuchsergebnisse an mehreren Stellen des Kapitels die Position in der Versuchsstrecke berechnet, an der "theoretisch" der Sättigungszustand des Gemisches erreicht wird und mit den tatsächlich zu beobachtenden Phänomenen verglichen. Dies geschieht iterativ, indem schrittweise an verschiedenen Stellen der gemessenen Fluidtemperaturkurve die Sättigungsdrücke des Gemisches berechnet, und diese dann mit den an den gleichen Stellen gemessenen Drücken verglichen werden. Die Schrittweite wird dabei so lange verkleinert, bis der berechnete und gemessene Druckwert bis auf wenige Millibar (ca. 1 - 3 mbar) übereinstimmen; an dieser Stelle wird davon ausgegangen, dass der "theoretische" Sättigungszustand des Gemisches erreicht ist. Da keine genaue Aussage über die an der ermittelten Position bereits verdampfte Menge an Pentan möglich ist, und andererseits auch das radiale Temperaturprofil im Ringspalt – siehe hierzu Abschnitt 6.5 – dabei keine Berücksichtigung findet, handelt es sich hierbei allerdings nur um eine Überschlagsrechnung zur Orientierung.

⁶⁸ Beispielsweise durch einen weniger steilen Anstieg der Fluidtemperatur. Dies wird im weiteren Verlauf dieses Kapitels noch zu sehen sein.

Die eigentliche Berechnung beruht auf einer Berechnungsroutine von Herres [60], in der der Dampfdruck des Pentans in Abhängigkeit von der Fluidtemperatur, dem Massenanteil des flüssigen Pentans und der Grundviskosität des Silikonöls bestimmt wird. Die für die Berechnung nötigen Dampfdruckdaten des reinen Pentans wurden mit Hilfe einer Korrelation von Span [61] bestimmt, die im Programmmodul FLIUD-CAL hinterlegt ist. Mit Hilfe einer Dynamic Link Library findet dabei ein direkter Datenaustausch zwischen dem Excelprogramm und FLUIDCAL statt.

Um die Einstellung des Durchsatzes durch die Versuchsstrecke so unkompliziert wie möglich zu handhaben und einfach reproduzieren zu können, wurden unabhängig von der jeweiligen Pentankonzentration stets die gleichen Drehzahlen an der Speisepumpe eingestellt. Diese wiederum entsprechen jeweils bestimmten Volumen-Durchsätzen. Es handelt sich somit um "Nennvolumenströme", deren tatsächliche Massendurchsätze sich durch die verschiedenen verwendeten Pentangehalte – und demnach auch verschiedenen Gemischdichten – bei gleichem Nennvolumenstrom unterscheiden. Tabelle 6.1 gibt einen Überblick über die bei den jeweiligen Volumenströmen und Pentangehalten gemessenen Massenströme. Da bei den Untersuchungen zum Strömungssieden häufig die Massenstromdichte – Quotient aus Massenstrom und durchströmter Fläche – als Vergleichsgröße angegeben wird, ist die jeweilige Massenstromdichte in der Einheit kg/(m²·s) zusätzlich in Tabelle 6.1 angegeben.

Nenn-	27%	Pentan	18%	Pentan	12% Pentan		
strom	kg/h	kg/(m²·s)	kg/h	kg/(m²·s)	kg/h	kg/(m²⋅s)	
15 l/h	11.80	13.91	12.23	14.42	12.89	15.20	
10 l/h	7.95	9.37	8.19	9.66	8.55	10.08	
6.6 l/h	5.09	6.00	5.30	6.25	5.43	6.40	
4.4 l/h	3.42	4.03	3.53	4.16	3.70	4.36	
3 l/h	2.22	2.62	2.29	2.70	2.40	2.83	

Tabelle 6.1: Nennvolumenströme mit den Mittelwerten der jeweils gemessenenMassenströme und der daraus berechneten Massenstromdichte beiunterschiedlichen Pentangehalten

6.2 Versuche mit Silikonöl M100k

Im Rahmen der Experimente mit dem Silikonöl mittlerer Viskosität, M100k, wurden Gemische mit drei unterschiedlichen Pentangehalten verwendet. Hierbei wurden sowohl der Durchsatz – 15 l/h, 10 l/h und 6,6 l/h – als auch die Wärmestromdichte variiert – 4kW/m², 6 kW/m² und 9 kW/m². Zusätzlich sind drei Einstellungen der Betriebsart konstante Wandtemperatur – 95°C, 120°C und 150°C vermessen worden.

6.2.1 Variation des Durchsatzes bei jeweils gleichem spezifischen Energieeintrag

Zuerst sollen drei Experimente mit den Durchsätzen 6,6 l/h, 10 l/h und 15 l/h betrachtet werden, die mit einem Pentanmassengehalt von 12% durchgeführt wurden. Um die eingebrachte Energie je Volumenelement bei den drei Durchsätzen jeweils gleich zu halten, wurden die Netzteile der Segmentheizungen auf die Wärmestromdichten 4 kW/m² bei 6,6 l/h, 6 kW/m² bei 10 l/h und 9 kW/m² bei 15 l/h eingestellt. Bezieht man die jeweilige Segmentheizleistung auf den Durchsatz, ergibt sich für alle drei Durchsätze eine je Segment zugeführte Energie von ca. 20 MJ/m³, im Folgenden Energiedichte genannt. Die mittlere Energiedichte ist in dieser Arbeit definiert als Quotient aus Segmentheizleistung und Nennvolumenstrom: $P / \dot{V} => W \cdot h/l = MJ/m^3$. Diese Fahrweise hat zudem den experimentellen Vorteil, dass das Temperaturprofil in der Klimakammer nur geringfügig bzw. gar nicht verändert werden musste, da sich die Fluidtemperaturen der drei Durchsätze nur unwesentlich veränderten.

In Bild 6.1 ist für die drei Durchsätze der Temperaturverlauf des Fluids entlang der Ringspaltstrecke zu sehen. Wie zu erwarten, steigt die Fluidtemperatur entlang der Versuchsstrecke bei dieser hohen Energiedichte⁶⁹ und dem niedrigen Pentangehalt kontinuierlich bis zum Ende der Versuchsstrecke an. Da die auf den Durchsatz bezogene Heizleistung jeweils gleich ist, liegen die Temperaturverläufe über die ganze Versuchsstrecke hinweg sehr eng beieinander. Allerdings ist die Steigung je nach Abschnitt der Ringspaltversuchsstrecke unterschiedlich steil.

Der starke Anstieg in den ersten beiden Segmenten – entsprechend einem Gradienten von ca. 45 K/m – lässt sich durch den in diesem Bereich dominierenden Wärmeübergangsmechanismus der einphasigen erzwungenen Konvektion erklären. Obwohl

⁶⁹ Die niedrigste Energiedichte bei diesem Öl war 9 MJ/m³ bei 15 l/h und 4 kW/m²

in diesem Streckenabschnitt schon eine deutliche Blasenbildung zu erkennen ist, fließt der Grossteil der zugeführten Energie in die Aufheizung des Versuchsstoffes. Erst ab dem Moment, bei dem die Bedingungen für ausgeprägtes Blasensieden gegeben sind – d.h. Fluid im Sättigungszustand –, wird ein wesentlich größerer Teil der

Heizleistung für die Verdampfung des Pentans verwendet, wodurch nur noch wenig Energie zur Aufheizung des Versuchsstoffes zur Verfügung steht und die Fluidtemperatur demzufolge mit 10 K/m deutlich weniger stark ansteigt⁷⁰. Dieser Effekt ist allerdings nur für die Länge eines Segmentes zu beobachten; danach steigt die Fluidtemperatur mit 33 K/m wieder stärker an.

In Bild 6.2 ist links die zurückgerechnete Rohrwandtemperatur – siehe hierzu Abschnitt 6.1 – und rechts die aus dieser und der Fluidtemperatur ermittelte Temperaturdifferenz $\Delta T = T_{Wand} - T_{Fluid}$ zu sehen, die zur Berechnung des in Bild 6.3 dargestellten Wärmeübergangskoeffizienten verwendet wurde. Bei den Wandtemperaturen ist zu erkennen, dass für die Übertragung der größeren Wärmestromdichten deutlich höhere Wandtemperaturen benötigt werden, womit sich wiederum – zu sehen auf der



Bild 6.1: Versuchsstofftemperaturen der Experimente mit M100k bei 12% Pentan und drei Durchsätzen mit gleicher Energiedichte von 20 MJ/m³

⁷⁰ Nach einem kurzen Bereich einphasiger Strömung am Beginn der Versuchsstrecke war im ersten Schauglas bei allen Durchsätzen Dampfblasenbildung an der Heizwandoberfläche zu erkennen.

rechten Seite von Bild 6.2 – größere Temperaturdifferenzen zwischen Fluid und Heizwand einstellen. Wie bei der Versuchsstofftemperatur schon erläutert wurde, kann auch der starke Temperaturanstieg der Heizwand zu Beginn der Versuchsstrecke auf den dominierenden Wärmeübergangsmechanismus der einphasigen erzwungenen Konvektion zurückgeführt werden, der daran anschließend durch das Strömungsblasensieden abgelöst wird, deutlich erkennbar an dem weniger steilen Temperaturanstieg. Der gleiche Effekt ist auch bei der Temperaturdifferenz zu beobachten, die bei allen Durchsätzen im zweiten Segment ihr Maximum erreicht, um danach mit dem Einsetzen von "ausgeprägtem" Blasensieden wieder abzufallen.

Dieser Zusammenhang wird durch den Verlauf des Wärmeübergangskoeffizienten in Bild 6.3 links bestätigt, der nach einem starken Abfall zu Anfang der Strecke mit einsetzendem Blasensieden eine deutliche Verbesserung zeigt. Obwohl eine ausgeprägte Blasenbildung schon im ersten Segment beobachtet werden konnte, fällt α vom ersten Segment an ab, ähnlich dem Verhalten bei rein einphasiger erzwungener Konvektion. Das Blasensieden im unterkühlten Bereich am Rohranfang scheint daher noch keine bedeutende Rolle für den Wärmeübergang zu spielen. Zwischen zweitem und drittem Segment steigen die Wärmeübergangskoeffizienten hingegen wieder an, was darauf hindeutet, dass in diesem Bereich die Wärmeübertragung durch das Blasensieden an Bedeutung gewinnt. Hierbei fällt auf, dass die Werte für α bei allen drei Durchsätzen im dritten Segment auf fast identischem Niveau liegen.



Bild 6.2: Links: Rohrwandtemperaturen- Rechts: berechnete Temperaturdifferenzen aus Fluid- und Rohrtemperaturen, Silikonöl M100k mit 12% Pentananteil

Allerdings ist festzuhalten, dass die Verbindungslinien zwischen den einzelnen Messpunkten nicht notwendigerweise den "realen" Verlauf darstellen. Insbesondere im Zusammenhang mit dem an Einfluss gewinnenden Blasensieden im oberen Versuchsstreckenbereich wird dies deutlich, wenn man zu dem α -Verlauf noch die Information aus dem Druckverlauf hinzunimmt, und hieraus überschlägig ohne Berücksichtigung des schon vorhandenen Dampfgehaltes den theoretischen Sättigungszustand berechnet, siehe auch Abschnitt 6.1. Anhand der vorhandenen Daten wäre der Sättigungszustand bei 6,6 I/h nach ca. 45 cm, bei 10 I/h nach ca. 55 cm und bei 15 I/h nach ca. 65 cm vom Versuchsstreckenanfang erreicht.

Betrachtet man das Erreichen des Sättigungszustandes nach dem unterkühlten Bereich zu Anfang der Strecke als Beginn des ausgeprägten Strömungsblasensiedens, und nimmt man ebenfalls an, dass der Wärmeübergangskoeffizient für das Blasensieden an dieser Stelle sein Optimum erreicht, siehe hierzu auch Steiner, VDI-Wärmeatlas [8], verschiebt sich dieser Punkt mit niedrigerem Durchsatz aufgrund des ebenfalls niedrigeren Druckniveaus weiter nach oben.



Bild 6.3: Links: Wärmeübergangskoeffizienten der Experimente mit Silikonöl M100k und 12% Pentananteil, berechnet aus den Temperaturdifferenzen und Wärmestromdichten aller 7 Segmente Rechts: Druckverlauf über der Ringspaltstrecke bis zum Abscheider

Für die beiden Durchsätze 6,6 l/h und 10 l/h würde das bedeuten, dass der Wärmeübergangskoeffizient für das Blasensieden sein Optimum noch vor der dritten Messstelle erreicht hat. Die axiale Auflösung an Temperatursensoren reicht an dieser Stelle nicht aus, um das Maximum des Wärmeübergangskoeffizienten genauer lokalisieren zu können.

Nachdem sich die drei α -Verläufe im dritten Segment sehr stark angenähert haben, ist ab hier ein deutlich unterschiedlicher Verlauf der Wärmeübergangskoeffizienten zu beobachten. Während sich die α -Werte beim niedrigsten Durchsatz nur noch wenig verändern – von 90 auf 96 W/m²K –, steigt α bei den beiden größeren Durchsätzen ab dem vierten Segment stark an. Eine Erklärung hierfür liefert der zunehmende Einfluss des konvektiven Strömungssiedens, der das Blasensieden als dominierenden Wärmeübergangsmechanismus ablöst⁷¹. Während bei dem höchsten Durchsatz das konvektive Strömungssieden bereits ab dem vierten Segment deutlich an Einfluss gewinnt – erkennbar am Anstieg von α –, ist dieser Übergang bei den beiden kleineren Durchsätzen um ein Segment (10 l/h) bzw. zwei Segmente (6,6 l/h) der verschoben. Da der Wärmeübergangskoeffizient des Blasenssiedens nach dem Versuchsstrecke reichen des Maximums stets absinkt [8], deuten die leicht abfallenden Werte des Wärmeübergangskoeffizienten bei 6,6 l/h und 10 l/h auf eine Dominanz des Blasenssiedens in diesem Bereich hin.

Auch der bei allen Durchsätzen zu beobachtende Anstieg von α zum Rohrende hin lässt sich durch konvektives Strömungssieden begründen. Aufgrund der Abhängigkeit des konvektiven Siedens von der Strömungsgeschwindigkeit, siehe z.B. [2,8], führt der kontinuierliche Druckabfall in der Versuchsstrecke zu einer Beschleunigung der Strömung (Volumenvergrößerung des Dampfanteils in der Versuchsstrecke), der wiederum einen Anstieg von α zur Folge hat. Wie hiernach zu erwarten, sind bei den größeren Durchsätzen die höheren α -Werte zu finden.

Abschließend sollen die Druckverläufe der zuvor diskutierten Experimente betrachtet werden, siehe Bild 6.3 rechts. Dabei fällt vor allem auf, dass sich der Druckverlust bei allen drei Durchsätzen entlang der Versuchsstrecke nicht linear verhält, sondern kontinuierlich zunimmt. Nimmt man vereinfachend eine einphasige Strömung als Vergleichsgrundlage für den Druckverlust der drei Durchsätze, ist vor allem bei 6,6 l/h

⁷¹ Die Wärmeübergangsmechanismen beim Strömungssieden niedrigviskoser Fluide sind nicht streng voneinander zu trennen, da die Übergänge fließend sind; dennoch ist die Abfolge immer die gleiche: einphasige erzwungene Konvektion, unterkühltes Sieden, Blasensieden und konvektives Sieden; siehe hierzu auch Kapitel 2

der zu erwartende Druckverlust wesentlich niedriger als der gemessene. Geht man jeweils von der Steigung zwischen erstem und zweiten Segment der Strecke aus, wäre statt eines Druckverlustes von ca. 1,3 bar nur ca. 0,8 bar zu erwarten gewesen. Mit zunehmendem Durchsatz wird diese Tendenz geringer, mit 1,65 bar zu 1,2 bar bei 10 l/h und 2,2 bar zu 1,9 bar bei 15 l/h. Betrachtet man in diesem Zusammenhang den Druckverlust pro Versuchsstreckensegment, wird dieser zum Rohrende hin kontinuierlich größer, insbesondere bei dem niedrigsten Durchsatz mit 6,6 l/h. Während im ersten Segment der auf die Länge bezogene Druckverlust ca. 0,3 bar/m beträgt, ist der Wert mit ca. 0,9 bar/m im letzten Segment dreimal so groß. Bei reinem Silikonöl wäre eher das Gegenteil zu erwarten, da die Viskosität des Öls aufgrund der Erwärmung zum Rohrende hin abnimmt, und dementsprechend der Druckverlust pro Segment kleiner werden müsste. Zudem wird in diesem Fall noch zusätzlich Pentandampf erzeugt, dessen Viskosität mehrere Größenordnungen unter der des Silikonöls liegt und demzufolge die "Gesamtviskosität" aus Silikonöl/Pentan und Pentandampf deutlich verringern müsste.

Dieses "unerwartete" Verhalten des Druckverlustes kann dadurch erklärt werden, dass das Ausdampfen des Pentans aus dem Silikonöl zu einer deutlichen Viskositätserhöhung des zurückbleibenden Gemisches mit niedrigerem Pentangehalt führt. Der Effekt der Viskositätserhöhung des Gemisches durch den Ausdampfprozess wirkt sich in diesem Fall deutlich stärker aus, als die Kombination der "gegenläufigen" Einflussgrößen Fluidtemperatur und Pentandampfbildung.

6.2.2 Variation der Pentankonzentration bei gleicher Wärmestromdichte und gleichzeitig konstantem Durchsatz

In diesem Abschnitt sollen die Ergebnisse von drei Experimenten gegenübergestellt werden, bei denen ausschließlich der Pentangehalt variierte; Durchsatz und Wärmestromdichte wurden konstant gehalten. Bei den Pentankonzentrationen wurde ähnlich verfahren wie bei der Variation der Wärmestromdichten und Durchsätze, bei denen ein Faktor von 1,5 als Vielfaches gewählt wurde. Die verwendeten Gemische hatten dementsprechend einen Pentanmassenanteil von ca. 12%, 19% bzw. 27%.

Bild 6.4 zeigt die Fluidtemperaturen entlang der Strecke, die sich im stationären Zustand bei einem Durchsatz von 15 l/h und einer in allen Segmenten gleichen Wärmestromdichte von 9 kW/m² einstellten. Bei allen drei Experimenten konnte wie auch schon bei den zuvor beschriebenen Experimenten Blasenbildung im ersten Schauglas festgestellt werden, bzw. die Strömung enthielt bereits beim Eintritt in den Schauglasbereich Dampfblasen. Mit zunehmendem Pentangehalt war allerdings eine deutliche Zunahme an Blasen im ersten Schauglas feststellbar⁷², siehe Bild 6.5. Am Anfang der Strecke ist der Temperaturverlauf bei allen Konzentrationen in etwa gleich, siehe Bild 6.4. Zwischen dem zweitem und dem drittem Segment wird dann bei den beiden niedrigeren Konzentrationen ein deutlich stärkerer Anstieg der Fluid-temperatur beobachtet als bei der höchsten Konzentration. Wie zu erwarten, ist die Fluidtemperatur am Ende der Versuchsstrecke bei dem niedrigsten Pentangehalt am höchsten und bei der höchsten Konzentration am niedrigsten. Auffallend ist bei den Verläufen vor allem, dass die jeweiligen Temperaturdifferenzen zwischen den drei Konzentrationen ab dem vierten Segment konstant bleiben, d.h. die drei Temperaturen verlaufen annähernd parallel.



Bild 6.4: Versuchsstofftemperaturen von M100k bei drei Pentankonzentrationen mit jeweils gleichem Durchsatz und gleicher Wärmestromdichte

⁷² Zur Kontrolle der Eintrittsbedingungen ist vor der Strecke ein weiteres Schauglas mit 30 mm Länge eingebaut worden; bei allen hier behandelten Experimenten war dieses Schauglas blasenfrei



27% Pentan19% Pentan12% PentanBild 6.5:Dampfblasenbildung im ersten Segment bei 15 l/h und 9 kW/m²

Ein ähnliches Bild zeigen die Rohrwandtemperaturen in Bild 6.6. Nachdem die Heizwandtemperatur bei den niedrigeren Pentangehalten zu Anfang wesentlich stärker ansteigt, ist ab dem vierten Segment ein qualitativ sehr ähnlicher Verlauf aller drei Konzentrationen zu beobachten. Betrachtet man nur die beiden Konzentrationen 27% und 19%, verhalten sich diese bereits ab dem zweiten Segment sehr ähnlich. Des Weiteren kann bei allen Konzentrationen ein Wandtemperaturminimum im mittleren Bereich der Versuchsstrecke festgestellt werden, das sich mit zunehmendem Pentangehalt weiter nach oben verschiebt.

Das insgesamt niedrigere Fluid- und Heizwandtemperaturniveau der höheren Konzentrationen kann sehr gut mit dem Pentangehalt erklärt werden, da bei diesen wesentlich mehr Energie für die Verdampfung benötigt wird. Hierdurch wird ein großer Teil der zugeführten Energie in der Verdampfungsenthalpie des Pentans gebunden, wodurch diese nicht mehr zur Aufheizung des restlichen, noch flüssigen Versuchsstoffes zur Verfügung steht.



Bild 6.6: Links: Rohrwandtemperaturen- Rechts: berechnete Temperaturdifferenzen aus Fluid- und Rohrtemperaturen der Experimente mit M100k bei drei unterschiedlichen Pentankonzentrationen

Dies liefert auch eine Erklärung für die niedrigeren Heizwandtemperaturen, da die beheizten Innenrohre durch die größeren Mengen an verdampfendem Pentan besser gekühlt werden. Daraus ergeben sich deutlich niedrigere Temperaturdifferenzen zwischen Fluid und Heizwand (Bild 6.6 rechts), was sich wiederum auf den Wärmeübergangskoeffizienten auswirkt, der bei den höheren Lösungsmittelanteilen, siehe Bild 6.7 links, insgesamt höhere Werte annimmt.

In diesem Zusammenhang ist auch der flachere Temperaturanstieg bei 27% in den ersten vier Segmenten der Versuchsstrecke zu sehen. Die Erklärung hierfür findet sich insbesondere bei dem in diesem Bereich der Versuchsstrecke dominierenden Wärmeübergangsmechanismus des "ausgeprägten" Strömungsblasensiedens, welches bei hohen Pentangehalten durch zwei sich gegenseitig verstärkende Mechanismen deutlich erleichtert wird:

 das Fluid muss weniger stark aufgeheizt werden, um die Blasenbildung zu ermöglichen, da die (Gleichgewichts-) Siedetemperatur des Gemisches bei dem höchsten Pentangehalt von 27% gegenüber 19% und 12% deutlich niedriger ist⁷³; dies bedingt wiederum eine kleinere Heizwandtemperatur, siehe Bild 6.6;

⁷³ Bei einem angenommenen Siededruck von 1,6 bar beträgt die Siedetemperatur bei einem Pentangehalt von 12% ca. 76,7°C, bei 19% ca. 64,7°C und bei 27% ca. 58,0°C
die Gemischviskosität ist bei hohen Lösungsmittelanteilen deutlich niedriger, was sich wiederum in einem insgesamt kleineren Druckverlust äußert. Dies hat insbesondere in den ersten zwei Dritteln der Versuchsstrecke ein niedrigeres Druckniveau zur Folge, Druckverlauf siehe Bild 6.7 rechts.

Durch die Kombination von niedrigem Druck und niedriger Gleichgewichtstemperatur wird die Blasenbildung an der Heizwandoberfläche und in der Flüssigkeit mit steigender Pentankonzentration deutlich erleichtert. Anhand dieses Zusammenhangs können auch die für höhere Konzentrationen besseren Wärmeübergangskoeffizienten im zweiten Segment erklärt werden, die zu Anfang der Versuchsstrecke weniger stark abfallen als bei 12% Pentankonzentration. Die typische, relativ starke Verschlechterung des einphasigen konvektiven Wärmeübergangs zu Anfang der Ringspaltversuchsstrecke, wie sie auch schon in 6.2.1 zu sehen war, wird durch das frühere Einsetzen von "unterkühltem Blasensieden" bei den höheren Pentangehalten zu einem großen Teil kompensiert.



Bild 6.7: Links: α von M100k bei drei Pentankonzentrationen, berechnet aus den Temperaturdifferenzen und Wärmestromdichten der sieben Segmente Rechts: Druckverlauf über der Ringspaltstrecke bis zum Abscheider

Dies wird auch bestätigt, wenn man wie schon in Abschnitt 6.2.1 das Erreichen des Sättigungszustandes als Kriterium für ausgeprägtes Blasensieden ansetzt. Demnach wird dieser Punkt bei 27% schon nach ca. 30 cm und bei 19% nach ca. 52 cm vom Begin der Versuchsstrecke an erreicht. Bei dem 12% Gemisch ist dies erst bei ca. 65 cm der Fall. Die Bestätigung hierfür lieferte auch die Beobachtung der Blasenbildung in den Schaugläsern, die im ersten Segment bei hohen Konzentrationen deutlich mehr Blasen aufwiesen, siehe Bild 6.5. Zudem wird der Punkt, an dem die Blasenbildung eintritt früher erreicht, d.h., mit zunehmendem Pentangehalt verschieben sich sowohl das unterkühlte als auch das ausgeprägte (=gesättigte) Blasensieden in der Versuchsstrecke weiter nach oben.

Betrachtet man in diesem Zusammenhang den Verlauf der Heizwandtemperaturen, fällt vor allem das Minimum auf, das bei allen drei Konzentrationen in der Mitte (27%), zwischen viertem und fünften (19%) bzw. im fünften (12%) Segment zu erkennen ist. Mit zunehmendem Pentangehalt verschiebt sich auch dieser Punkt kontinuierlich zum Anfang der Versuchsstrecke. Eine abfallende Heizwandtemperatur ist bei dem "herkömmlichen" Strömungssieden niedrigviskoser Fluide nur im Bereich des unterkühlten Blasensiedens bekannt – und dort auch nur im Anfangsbereich. Schröder [62]. Das unterkühlte Blasensieden ist in der Regel durch die leichte Bildung von Dampfblasen an der Heizwand gekennzeichnet, die beim Erreichen der Kernströmung wieder sehr schnell kondensieren, [62]. Dies steht im Widerspruch zu dem an der jeweiligen Stelle der Versuchsstrecke beobachteten Strömungsbild, welches einer Art Schaumströmung entspricht, in der nur noch sehr schwer einzelne Blasen zu erkennen sind.

Eine Erklärung für die Wandtemperaturminima kann hier der kontinuierliche Druckabfall liefern. Da die Sättigungstemperatur des Fluids unmittelbar vom jeweils herrschenden Druck abhängt, wird die Verdampfung von Lösungsmittel durch den sinkenden Druck stark begünstigt, mit der Folge, dass die Heizwandtemperatur abnimmt. Dies äußert sich auch im Wärmeübergangskoeffizienten aller drei Konzentrationen, der in bis zum Erreichen des Wandtemperaturminimums stark ansteigt. Danach ist ein jeweils deutlich weniger steiler Verlauf zu beobachten, siehe Bild 6.7. Bei 12% Pentan nimmt α beispielsweise zwischen dem vierten und fünften Segment (Wandtemperaturminimum im fünften Segment) um ca. 15 W/m²K zu, während die Zunahme zwischen Segment fünf und sechs nur noch ca. 10 W/m²K beträgt. Der durch die Gemischverarmung (kontinuierliche Verdampfung von Pentan!) bedingte (überproportionale) Anstieg der Sättigungstemperatur, kann hier anscheinend durch den Druckabfall kurzfristig kompensiert werden. Eine genaue Bestimmung des tatsächlichen Verlaufs der Sättigungstemperatur ist nur sehr schwer möglich, da hierfür neben der Verdampfung von Lösungsmittel auch Stofftransportvorgänge radial über den Ringspalt eine Rolle spielen können. Bestätigt wird dies auch bei erneuter Betrachtung der Fluidtemperaturverläufe in Bild 6.4, die im Bereich fallender Heizwandtemperaturen – z.B. Segment drei bis fünf bei 12% Pentan in Bild 6.6 – bis zu den Minima deutlich weniger ansteigen, als im darauf folgenden Streckenabschnitt.

Betrachtet man abschließend noch einmal die Druckverläufe, so fällt auf, dass die gemessenen Drücke aller drei Pentankonzentrationen ab dem sechsten Segment bis zum Ende der Ringspaltversuchsstrecke nahezu identisch sind. D.h., der unterschiedliche Gesamtdruckverlust wird vornehmlich in den beiden oberen Dritteln der Versuchstrecke erzeugt.

Der unterschiedliche Druckverlust in diesem Bereich lässt sich sehr gut mit der Abhängigkeit der Viskosität von der Lösungsmittelkonzentration erklären: die höhere Gemischviskosität aufgrund einer niedrigeren Pentankonzentration hat einen insgesamt höheren Druckverlust zu Folge. Im unteren Drittel der Versuchstrecke scheint dieser Zusammenhang allerdings nicht mehr zu gelten. Dort wirkt sich bei dem Experiment mit 12% Pentankonzentration die Kombination aus Viskositätsabfall durch eine höhere Fluidtemperatur und einer höheren Anfangsviskosität ähnlich aus, wie bei 27% Pentankonzentration eine niedrigere Anfangsviskosität gepaart mit einer deutlich niedrigeren Fluidtemperatur. Dementsprechend liegt der Versuch mit 19% Pentan zwischen den beiden anderen Konzentrationen. Ob dieses Verhalten bei anderen Versuchsbedingungen in ähnlicher Form zu beobachten ist, wird im Verlauf dieses Kapitels noch weiter untersucht werden. 6.2.3 Vergleich der Betriebsarten konstante Wärmestromdichte und konstante Wandtemperatur bei ansonsten gleichen Versuchsbedingungen

Im Folgenden werden einige Experimente gegenübergestellt, bei denen die Versuchsstrecke in den Betriebsarten "konstante Wärmestromdichte" und "konstante Heizwandtemperatur" betrieben wurde. Dabei wurden jeweils drei Wärmestromdichten und Heizwandtemperaturen bei gleichem Durchsatz und Pentangehalt gefahren. Da Wärmeübertrager in der industriellen Anwendung sehr häufig mit dampfförmigen Wärmeträgern beheizt werden, die entlang des Wärmeübertragers eine in etwa konstante Wandtemperatur erzeugen, die Ringspaltstrecke mit ihrer elektrischen Beheizung dagegen hauptsächlich für einen Betrieb mit konstanter Heizleistung entlang der Rohrlänge vorgesehen wurde, sollte durch diese Experimente der Einfluss der Beheizungsart auf den Wärmeübergang und den Druckverlust untersucht werden.

Die hier eingestellten Wärmestromdichten von 4, 6 und 9 kW/m² sind schon in den weiter oben beschriebenen Experimenten erwähnt worden. Im Unterschied zu 6.2.1 ist hier allerdings keine Variation des Durchsatzes vorgenommen worden; der Durchsatz von 15 l/h wurde konstant gehalten. Die Einstellungen der Rohrheizungen für eine konstante Heizwandtemperatur orientierten sich an der durchschnittlichen Heizleistung aller sieben Segmente, um die Ergebnisse der beiden Betriebsarten besser miteinander vergleichen zu können. Am Ende stellten sich die Heizwandtemperaturen 150°C, 120°C und 95°C als am besten geeignet dar. Vergleicht man die durchschnittlichen Heizleistungen aller sieben Segmente der Versuchsstrecke, konnten mit den oben genannten Heizwandtemperaturen relativ gute Übereinstimmungen zwischen den beiden Betriebarten erreicht werden:

4 kW/m² zu 4,21 kW/m² (95°C), 6 kW/m² zu 6,27 kW/m² (120°C) und 9 kW/m² zu 8,64 kW/m² (150°C). Die Genauigkeit der Einstellung in der Betriebsart "konstante Wärmestromdichte" beträgt hier und auch bei den vorausgegangen Experimenten maximal \pm 1‰ vom jeweiligen Nennwert. Einen Überblick über die entlang der Versuchsstrecke eingestellten Heizleistungen beider Betriebsarten zeigt Bild 6.8.

Während der eigentlichen Experimente war vor allem das Anfahren der Betriebspunkte mit konstanter Heizwandtemperatur aufwendig, da die Heizleistung am Netzteil bis zum Erreichen eines stationären Zustandes kontinuierlich nachreguliert werden musste; eine automatisierte Regelung stand für die Netzteile bisher nicht zur Verfügung. Die in Bild 6.8 gezeigten Werte gelten für den stationären Zustand des jeweiligen Experimentes.

Bei allen drei Varianten fällt auf, dass zu Anfang der Strecke zum Erreichen der konstanten Heizwandtemperatur eine größere Heizleistung nötig ist; unmittelbar darauf im zweiten Segment wird dagegen weniger Heizleistung benötigt. Der sich daran anschließende Bereich sieht bei allen drei Varianten ähnlich aus, da die variable Heizleistung den "Verlauf" der konstanten Heizleistung wieder nach oben hin schneidet, allerdings mit zunehmender Heizwandtemperatur weiter oben in der Versuchsstrecke (95°C: Segment 5, 150°C: Segment 3/4). Danach ist bei allen drei Wandtemperaturen ein unterschiedliches Verhalten zu beobachten: der 150°C Verlauf schwenkt nach zwei Segmenten wieder stark nach unten ab – mit einer Steigung von ca. -1,3 kW/m² pro Segment – und ist am Ende der Strecke mit ca. 7 kW/m² deutlich unterhalb des Wertes von 9 kW/m². Der 120°C Verlauf schwenkt zwar ebenfalls nach ca. zwei Segmenten nach unten ab, dies allerdings mit nur -0,2 kW/m² pro Segment weniger stark und liegt am Ende in etwa bei 6 kW/m². Der 95°C Verlauf zeigt hingegen mit einem konstanten Anstieg von ca. 0,6 kW/m² pro Segment bis zum Rohrende und einem Endwert von ca. 5,2 kW/m² genau das entgegen gesetzte Verhalten wie das Experiment mit 150°C Wandtemperatur.



Bild 6.8: Heizleistungen der sieben Segmente für die beiden Betriebsarten "konstante Heizleistung" und "konstante Heizwandtemperatur" bei 19% Pentangehalt in M100k und einem Durchsatz von 15 l/h

Betrachtet man im Vergleich dazu die Fluidtemperaturen in Bild 6.9, sind die oben beschriebenen Variationen in der Wärmestromdichte allerdings kaum von Bedeutung. Bei den jeweiligen Temperaturverläufen der beiden Betriebsarten sind bis auf die letzte Messstelle absolut betrachtet nur kleine Abweichungen zu beobachten, die an einigen wenigen Stellen maximal ca. 1 K betragen⁷⁴. Die größeren Unterschiede in den Endtemperaturen – maximal 3,5 K zwischen 9 kW/m² und 150°C – lassen sich gut mit der durchschnittlichen Heizleistung in Verbindung bringen.

Beispielsweise hat das Experiment mit 150°C Heizwandtemperatur und einer durchschnittlichen Heizleistung von 8,64 kW/m² auch eine etwas niedrigere Endtemperatur als das 9 kW/m² Experiment. Bei 95°C und 120°C Heizwandtemperatur folgen aus höheren durchschnittlichen Heizleistungen am Ende der Versuchsstrecke auch höhere Endtemperaturen.

Auffallend ist bei allen Temperaturverläufen vor allem der Bereich zwischen drittem und viertem Segment, in dem die Fluidtemperatur nahezu konstant bleibt. Bei den Experimenten mit 6 kW/m², 4 kW/m², 120°C und 95°C ist hier sogar ein leichter Temperaturabfall zu erkennen, der bei 4 kW/m² und 95°C bis zum Ende der Strecke anhält. Die gesamte zugeführte Energie fließt demzufolge in die Verdampfung des Lösungsmittels, bzw. ein Teil der benötigten Verdampfungswärme muss zusätzlich durch die Abkühlung des Fluids gewonnen werden.

Eine Erklärung hierfür liefert vor allem das kontinuierlich sinkende Druckniveau. Obwohl der Sättigungszustand durch das stetige Verdampfen von Pentan zu höheren Temperaturen bzw. niedrigeren Drücken hin verschoben wird, kompensiert der anhaltende Druckabfall kurzzeitig (bei 6 kW/m² und 120°C beschränkt auf dieses Segment) die Siedepunktsverschiebung. Die durch den Druckabfall erzeugte Verschiebung des Sättigungszustandes teilweise sogar so groß, dass kurzzeitig die Bedingungen für eine überlagerte Entspannungsverdampfung gegeben sind, und das Gemisch in der Folge leicht abkühlt (ca. -2 K)⁷⁵.

Betrachtet man die Verläufe der Heizwandtemperaturen in Bild 6.10 links und die der Temperaturdifferenzen auf der rechten Seite zeigen diese jeweils ein qualitativ analoges Verhalten wie die in Bild 6.8 dargestellten Heizleistungen.

⁷⁴ Die Abweichungen in den Endtemperaturen der beiden Betriebsarten lagen bei anderen, vergleichbaren Experimenten mit diesem Silikonöl in der gleichen Größenordnung (12% Pentangehalt).

⁷⁵ Durch den Druckabfall sinkt der lokale Druck in diesem Segment kurzzeitig unter den Gleichgewichtsdruck des Gemisches, mit der Folge, dass die Überhitzung durch die Entspannungsverdampfung abgebaut wird und sich das Fluid abgekühlt.



Bild 6.9: Versuchsstofftemperaturen der Experimente mit Silikonöl M100k bei drei unterschiedlichen Wärmestromdichten und Heizwandtemperaturen mit jeweils gleichem Durchsatz und gleicher Pentankonzentration



Bild 6.10: Links: Rohrwandtemperaturen- Rechts: berechnete Temperaturdifferenzen aus Fluid- und Rohrtemperaturen der Experimente mit Silikonöl M100k bei drei unterschiedlichen Wärmestromdichten und Heizwandtemperaturen

Dementsprechend lässt sich auch eine relativ gute Übereinstimmung bei den Wärmeübergangskoeffizienten beider Betriebsarten entlang der Versuchsstrecke finden, siehe Bild 6.11 links. Bis auf die Messung mit 150°C Heizwandtemperatur, bei der im sechsten und siebten Segment um 4% bzw. 6% kleinere α-Werte zu beobachten sind, liegen die Wärmeübergangskoeffizienten der anderen Messzustände sehr nah beieinander. Die niedrigeren Werte bei 150°C am Ende der Versuchstrecke können auf die stark abfallende Wärmestromdichte zurückgeführt werden, die im letzten Segment gegenüber den 9 kW/m² der Betriebsart "konstante Wärmestromdichte" auf weniger als 7 kW/m² zurückgeht.

Auch die Druckverluste über der Rohrlänge, zu sehen in Bild 6.11 rechts, zeigen sehr gute Übereinstimmungen. Die Messwerte der jeweils zusammengehörigen Variationen der beiden Betriebsarten liegen in den meisten Punkten deckungsgleich übereinander. Auch dieses Verhalten spricht dafür, dass zumindest für den Fall der hier untersuchten Experimente mit M100k zwischen den beiden Betriebsarten keine nennenswerten Unterschiede bestehen und die Ergebnisse nahezu 1:1 übertragbar sind. Ob dies jedoch auch für das Silikonöl der höchsten Viskosität gilt, soll im nächsten Abschnitt untersucht werden.



Bild 6.11: Links: α von M100k bei 19% Pentan, berechnet aus den Temperaturdifferenzen und Wärmestromdichten der sieben Segmente Rechts: Druckverlauf über der Ringspaltstrecke bis zum Abscheider

6.3 Versuche mit Silikonöl M1000k

Wie in der Einleitung zu diesem Kapitel schon erwähnt wurde, lag der Schwerpunkt der bisherigen Untersuchungen bei dem Silikonöl M1000k. Aufgrund seiner hohen Viskosität war insbesondere bei diesem Öl zu erwarten, dass dessen Verhalten beim Strömungssieden am ehesten auf die in der industriellen Anwendung vorkommenden flüssigen Polymere übertragbar ist. In der Tat zeigen die Versuchsergebnisse von M1000k deutliche Unterschiede zu denen des vorangegangenen Abschnitts. Des Weiteren wurden Schwingungsvorgänge beobachtet, die in dieser Form bei den niedrigviskosen Ölen nicht auftraten. Auf diese soll allerdings erst in Abschnitt 6.4 näher eingegangen werden. In den folgenden Abschnitten sollen daher vor allem wie schon in Abschnitt 6.2 die "allgemeinen Versuchsergebnisse" – wie zum Beispiel Temperatur- und Druckverläufe – vorgestellt werden.

Wie bei M100k wurden mit 27%, 18% und 9% Pentangehalt wiederum drei unterschiedliche Lösungsmittelkonzentrationen untersucht. Mit der mittleren Konzentration von 18% Pentan wurde bis zum Abschluss dieser Arbeit die größte Anzahl an unterschiedlichen Versuchseinstellungen gefahren. Mit Gemischen, die einen Pentananteil von 27% enthielten, wurden ebenfalls eine Vielzahl von Untersuchungen durchgeführt; dies diente allerdings in erster Linie dazu, die fast ausschließlich bei dieser Konzentration beobachteten Schwingungsvorgänge – zyklische Druck- und Temperaturschwingungen entlang der Versuchsstrecke, siehe Abschnitt 6.4 – näher zu untersuchen und einzugrenzen. Mit der niedrigsten Konzentration von 9% Pentan wurden nur vier Experimente mit der Randbedingung "konstante Wandtemperatur" und ein Experiment in der Betriebsart "konstante Wärmestromdichte" durchgeführt.

Die neue Fluidtemperatur-Messtechnik mit drei radial angeordneten 0,25 mm Thermoelementen – siehe Kapitel 4, Abschnitt 1.3 – wurde bisher ausschließlich bei Experimenten mit dem Silikonöl der höchsten Viskosität M1000k und einem Pentananteil von 27% verwendet. Systematische Untersuchungen zum radialen und axialen Temperaturverlauf entlang der Versuchsstrecke finden sich in Abschnitt 6.5. 6.3.1 Einfluss der Betriebsart auf den Wärmeübergang bei Variation der Silikonölviskosität und jeweils gleichem Pentangehalt

Im Folgenden soll der Einfluss der Beheizungsart auf den Wärmeübergang auf ähnliche Weise wie im vorangegangenen Abschnitt untersucht werden. Zusätzlich soll dabei der Einfluss der Ölviskosität untersucht werden. Um die Versuchsergebnisse für die beiden Silikonöle so gut wie möglich miteinander vergleichen zu können, wurden Experimente mit den jeweils gleichen Einstellungen für Durchsatz, Wärmestromdichte, Heizwandtemperatur und Pentankonzentration ausgewählt. Allerdings zeigte sich, dass aufgrund des vorher nicht in dem Ausmaß erwarteten unterschiedlichen Verhaltens des höherviskosen Silikonöls nicht alle Messzustände gefahren werden konnten, die zuvor mit M100k problemlos durchführbar waren. Insbesondere im ersten Segment ergab sich das anlagentechnische Problem, dass die maximal mögliche Heizleistung von 10 kW/m² nicht ausreichte, um bei einem Durchsatz von 15 l/h die geforderte Wandtemperatur von 150°C zu erreichen.

Des Weiteren ergaben sich auch Schwierigkeiten am Ende der Versuchsstrecke. Bei der höchsten Heizleistung in der Betriebsart "konstante Wärmestromdichte" traten vor dem Erreichen eines stationären Zustands deutlich zu hohe Heizwandtemperaturen auf, die bei einer Fortsetzung des Experimentes zur Zerstörung des letzten Versuchstreckensegmentes geführt hätten, so dass das Experiment abgebrochen werden musste. Um dennoch einen Vergleich der beiden Betriebsarten bei unterschiedlichen Messzuständen zu ermöglichen, wurden Experimente mit den beiden niedrigeren Heizleistungen 6 kW/m² und 4 kW/m² sowie den Wandtemperaturen 120° und 95°C durchgeführt. Der Pentangehalt entsprach bei den Versuchen mit M100k im Durchschnitt 18%, also 1% weniger als bei den Experimenten mit M100k.

An erster Stelle dieses Vergleiches soll wie schon in Abschnitt 6.2.3 ein Überblick über die durchschnittlichen Heizleistungen in der Betriebsart "konstante Wandtemperatur" gegeben werden. Während bei M100k nur sehr geringe Unterschiede in den durchschnittlichen Heizleistungen der beiden Betriebsarten zu sehen waren – 4 kW/m² zu 4,21 kW/m² bei 95°C und 6 kW/m² zu 6,27 kW/m² bei 120°C – sind die Unterschiede bei M1000k mit 4 kW/m² zu 2,76 kW/m² bei 95°C und 6 kW/m² zu 4,5 kW/m² bei 120°C wesentlich größer. Zudem sind die durchschnittlichen Heizleistungen der "konstanten Wandtemperaturen" hier generell kleiner und nicht mehr wie vorher bei M100k relativ ausgeglichen. In Bild 6.12 sind die jeweils an den Segmenten eingestellten Heizleistungen zu sehen. Da sich die Heizleistungen der Betriebsart

"konstante Wärmestromdichte" bei beiden Silikonölen nicht unterscheiden, gelten die Verläufe für 6 kW/m² und 4 kW/m² in Bild 6.11 für beide Viskositäten.

Ein ähnliches Verhalten der beiden Öle ist nur im ersten Segment zu erkennen, in dem die jeweiligen Heizleistungen fast identisch sind. Danach fällt die zum Erreichen einer konstanten Wandtemperatur benötigte Heizleistung bei M1000k deutlich stärker ab als bei M100k. Während die Heizleistung beider Wandtemperaturen bei M100k nach relativ kurzer Strecke wieder ansteigt und die Linie der konstanten Wärmestromdichte schneidet, fällt die Heizleistung bei M1000k bis zum fünften Segment (120°C) bzw. bis zum sechsten Segment (95°C) ab, um erst im letzten wieder anzusteigen. Dennoch bleiben die Heizleistungen dort mit ca. 2,8 kW/m² und 4,9 kW/m² deutlich unter den konstanten Werten. Die Unterschiede zwischen den lokalen als auch durchschnittlichen Heizleistungen der beiden Betriebsarten bei M1000k sind daher insgesamt deutlich größer als bei M100k.

Vergleicht man die beiden Öle in der Betriebsart "konstante Wandtemperatur", sind die Unterschiede noch größer, z.B. zu sehen an den Fluidtemperaturen in Bild 6.13. Während bei M100k ab dem dritten Segment ein deutliches Abknicken des Temperaturverlaufs zu erkennen ist, steigen die Fluidtemperaturen bei M100k bis zum sechsten bzw. siebten Segment an, um dann – bei den beiden niedrigeren Einstellungen etwas verzögert – zum Rohrende hin abzufallen.

Qualitativ gesehen unterscheiden sich die Experimente mit M1000k nur wenig voneinander, da alle vier Messzustände über die gesamte Länge auf verschiedenen Niveaus annähernd parallel verlaufen. Im Vergleich dazu verhalten sich die beiden Temperaturvariationen von M100k deutlich anders (120°C: ab viertem Segment Anstieg mit ca. 12 K/m, dagegen bei 95°C: annähernd konstant bis zum Rohrende).

Die quantitativen Unterschiede zwischen den Temperaturverläufen der beiden Betriebsarten bei M1000k, die bei M100k nur sehr gering waren⁷⁶, können vor allem mit den durchschnittlichen Heizleistungen erklärt werden. Da bei den beiden Wand-temperaturvariationen mit einer durchschnittlichen Heizleistung von 2,8 kW/m² bzw. 4,5 kW/m² insgesamt deutlich weniger Energie zur Aufheizung des Versuchsstoffes zur Verfügung steht als mit 4 kW/m² und 6 kW/m² bei den Variationen der konstanten Heizleistung, kann am Ende der Versuchsstrecke dementsprechend auch nur eine niedrigere Endtemperatur erreicht werden.

⁷⁶ Die Temperaturverläufe der Heizleistungsvariation wurden aufgrund der nur sehr geringen Unterschiede zur Wandtemperaturvariation in Bild 6.13 weggelassen, siehe auch Abschnitt 6.2.3.



Bild 6.12: Heizleistungen der sieben Segmente für M100k und M1000k in den Betriebsarten "konstante Heizleistung" und "konstante Heizwand-temperatur" bei 19% (M100k) bzw. 18% (M1000k) Pentan und 15 l/h



Bild 6.13: Versuchsstofftemperaturen M100k / M1000k bei drei Wärmestromdichten und Heizwandtemperaturen, 19% / 18% Pentan, 15 l/h

Der Grund für die Unterschiede zwischen den beiden Ölen und auch die Differenzen zwischen den beiden Betriebsarten bei M1000k lassen sich vor allem auf die Gemischviskositäten zurückführen, die wiederum sehr verschiedene Druckniveaus in der Versuchsstrecke zur Folge haben, siehe Bild 6.14. Vergleicht man die Druckverläufe der beiden Öle, ist der durchschnittliche Druckverlust bei M1000k ca. fünfmal so groß wie bei M100k (8,5 bar zu 1,7 bar). Berechnet man wie schon in den vorangegangen Abschnitten die zum jeweils in der Versuchsstrecke herrschenden Druck dazugehörige Gleichgewichtstemperatur, wird der Sättigungszustand bei allen vier Messzuständen des Öls M1000k wesentlich später erreicht als bei dem niedrigviskoseren Öl M100k. Während bei M100k der Sättigungszustand theoretisch nach ca. 59 cm für 6 kW/m²/ 120°C und für 4 kW/m²/95°C nach ca. 66 cm erreicht wird, ist dies bei M1000k und 6 kW/m² erst nach ca. 155 cm der Fall.



Bild 6.14: Druckverlauf über der Ringspaltversuchsstrecke bis zum Abscheider für die Heizleistungs- und Wandtemperaturvariationen der beiden Betriebsarten und der beiden Silikonöle M100k und M1000k mit 19% bzw. 18% Pentan und jeweils gleichem Durchsatz von 15 l/h

Da bei den anderen Messzuständen die Fluidtemperaturen noch niedriger verlaufen, kann bei 4 kW/m²/120°C nach ca. 175 cm und bei 95°C erst nach ca. 186 cm vom Erreichen des Sättigungszustandes ausgegangen werden. Bei dem herrschenden Druckniveau sind im Unterschied zu M100k die Fluidtemperaturen noch zu niedrig, um ausgeprägtes Blasensieden zu ermöglichen. Es kann daher nur ein sehr geringer Teil der zugeführten Energie für die Verdampfung des Pentans genutzt werden; vielmehr wird der weitaus größte Teil der zugeführten Energie in sensible Wärme des Gemisches umgesetzt, mit der Folge, dass die Fluidtemperaturen bis zum sechsten Segment mit nahezu konstantem Gradienten ansteigen.

Dies zeigt sich auch im Verlauf der Wandtemperaturen in Bild 6.15, in dem bis zum fünften Segment für M1000k ein steiler Temperaturanstieg zu sehen ist. Bedingt durch das niedrigere Druckniveau bei M100k, kann das Strömungsblasensieden wesentlich früher einsetzen, wodurch wiederum die Wandtemperatur trotz höherer Heizleistung deutlich weniger stark ansteigt. Bestätigt wird dies auch durch die Beobachtung der Blasenbildung in den Schaugläsern, die bei M100k im Vergleich zu M100k deutlich später einsetzt.



Bild 6.15: Zurückgerechnete Rohrwandtemperaturen der Experimente mit Silikonöl M100k und M1000k bei drei unterschiedlichen Wärmestromdichten und Heizwandtemperaturen mit 19%/18% Pentan und 15 l/h Durchsatz

Wie zu erwarten, ist dabei "unterkühltes Blasensieden" aufgrund der höchsten Heizleistung zuerst bei 6 kW/m² im dritten Segment zu erkennen. Bei 120°C ist Blasenbildung ab dem vierten und bei 4kW/m² und 95°C ab dem fünften Versuchsstreckensegment festzustellen. Des Weiteren ist in Bild 6.15 an den Verläufen der Wandtemperatur von M1000k bei 4 kW/m² und 6 kW/m² ab dem sechsten bzw. siebten Segment der Effekt einer druckinduzierten Verdampfung zu sehen (sog. Flashverdampfung). Bedingt durch das hohe Druckniveau und der dadurch unterdrückten Verdampfung von Pentan, kann das Lösungsmittel erst zum Ende der Versuchstrecke nach Erreichen des Sättigungsdruckes verdampft werden. Da der Druck zum Rohrende hin weiter kontinuierlich abfällt und lokal über die Rohrwand nicht genug Energie zugeführt werden kann um durch die Verdampfung von Pentan den Gleichgewichtszustand des Gemisches zu erhalten, wird die hierfür benötigte Energie aus dem Fluid bezogen welches sich in der Folge abkühlt⁷⁷. Dies bedingt wiederum die Abkühlung der Heizwandoberfläche. Aufgrund des Anpassens der Heizleistung bei den Experimenten mit konst. Wandtemperatur, äußert sich die verstärkte Pentanverdampfung dort in einem deutlichen Anstieg der Heizleistung am Rohrende (siebtes Segment), siehe Bild 6.12. Neben der Heizwandtemperatur ist der Effekt der Entspannungsverdampfung vor allem auch an den Fluidtemperaturen zu erkennen, Bild 6.13, die unabhängig von der Betriebsart bei allen vier Experimenten mit M1000k am Ende der Strecke deutlich abfällt.

Fasst man die bisherigen Beobachtung zusammen wird deutlich, dass der Einfluss der Betriebsart mit zunehmender Viskosität an Bedeutung gewinnt. Während bei M100k nur relativ geringe Abweichungen in der Endtemperatur und dem Fluidtemperaturverlauf zwischen den beiden Betriebsarten zu erkennen sind, unterscheiden sich diese bei M1000k deutlich. Um jeweils vergleichbare Endtemperaturen zu erhalten, müssten bei M1000k höhere Wandtemperaturen gewählt werden. Dies hätte allerdings unterschiedliche Fluidtemperaturverläufe der beiden Betriebsarten zur Folge, da die Wärmestromdichten in den ersten Segmenten der Strecke wesentlich höher und in den letzten Segmenten deutlich niedriger gewählt werden müssten. Beispielhaft lässt sich dies bereits in Bild 6.12 erkennen.

Betrachtet man abschließend die Wärmeübergangskoeffizienten in Bild 6.16, zeigen auch hier die Verläufe von M1000k ein deutlich unterschiedliches Verhalten gegen-

⁷⁷ Hiermit ist der Zustand gemeint, bei dem der lokale Druck in der Versuchsstrecke dem lokalen Sättigungsdruck des jeweiligen Gemisches entspricht.

über denen von M100k, insbesondere ab dem zweiten Segment. Ab hier steigen die Wärmeübergangskoeffizienten des Öls M100k bei beiden Betriebsarten aufgrund einsetzenden (ausgeprägten) Blasensiedens kontinuierlich an. Die Wärmeübergangskoeffizienten von M1000k fallen dagegen stetig bis zum fünften Segment ab, vergleichbar einem Verlauf, wie er bei einer einphasigen erzwungenen Konvektion zu erwarten gewesen wäre. Erst nachdem im sechsten Segment die Bedingungen für ausgeprägtes Blasensieden gegeben sind, steigt der Wärmeübergangskoeffizient steil an, erreicht aber am Ende der Versuchsstrecke immer noch nicht die Werte des Silikonöls M100k.

Vergleicht man die unterschiedlichen Betriebsarten bei M1000k, verlaufen die Wärmeübergangskoeffizienten einerseits qualitativ sehr ähnlich, wie dies auch schon bei M100k beobachtet werden konnte; andererseits sind die α-Werte der Betriebsart konstante Wandtemperatur bis auf das letzte Segment schlechter als bei der Betriebsart konstante Wärmestromdichte.



Bild 6.16: Links: experimentelle Wärmeübergangskoeffizienten der beiden Silikonöle M100k und M1000k mit einem Pentananteil von 19%/18%, berechnet aus den Temperaturdifferenzen und Wärmestromdichten aller sieben Segmente für die Betriebsart "konstante Wärmestromdichte" Rechts: Wärmeübergangskoeffizienten wie links, allerdings für die Betriebsart "konstante Wandtemperatur"

Bei Gnielinski [63] wurden für die Wärmeübertragung in Form *"einphasiger erzwungener Konvektion"* bereits sehr ähnliche Unterschiede zwischen den beiden Beheizungsarten \dot{q} = konst. und T_W = konst. beschrieben⁷⁸. Berechnet man die jeweiligen Wärmeübergangskoeffizienten mit Hilfe der von Gnielinski angegebenen Gleichungen, lassen sich hiermit die relativen Unterschiede zwischen den beiden Beheizungsarten gut wiedergeben. Dies gilt sogar für den Bereich, in dem bereits "unterkühltes Blasensieden" beobachtet werden konnte (viertes Segment). Zur Berechnung des dimensionslosen Wärmeübergangskoeffizienten (Nusselt) gibt Gnielinski die folgenden Gleichungen an (Gültigkeit im gesamten Bereich von 0 < $Re \cdot Pr \cdot d/x < \infty$, max. Unsicherheit ±6%):

a) Betriebsart "konstante Wandtemperatur"

$$Nu_{g,x} = \left[Nu_{g,1,x}^3 + 0.7^3 + (Nu_{g,2,x} - 0.7)^3\right]^{1/3}$$
 (6.2), mit

$$Nu_{g,1,x} = 3,66$$
 (6.3) und $Nu_{g,2,x} = 1,077 \cdot \left(\text{Re}_x \text{Pr}_x \frac{d}{x}\right)^{1/3}$ (6.4)

b) Betriebsart "konstante Wärmestromdichte"

$$Nu_{q,x} = \left[Nu_{q,1,x}^3 + 1 + (Nu_{q,2,x} - 1)^3\right]^{1/3}$$
 (6.5), mit

$$Nu_{q,1,x} = 4,364$$
 (6.6) und $Nu_{q,2,x} = 1,302 \cdot \left(Re_x \cdot Pr_x \cdot \frac{d}{x}\right)^{1/3}$ (6.7)

Zu Berechnung von α werden dabei noch folgende Kennzahlen bzw. Stoffwerte an der Stelle *x* (*x* = axiale Position in der Versuchsstrecke) benötigt:

$$Pr_{x} = \frac{\eta_{x}}{\lambda_{x}} \cdot c_{p,x}$$
 (6.8),
$$Re_{x} = \frac{V_{F} \cdot d}{V_{x}}$$
 (6.9)

Für das erste Segment lauten die so berechneten Nusselt-Werte für die konstante Wandtemperatur $Nu_{g,x} = 6,855$ und für die konst. Wärmestromdichte $Nu_{q,x} = 8,134$.

⁷⁸ Für den Wärmeübergang in einer Ringspaltgeometrie liegt von den beiden Randbedingungen "konstante Wandtemperatur" und "konstante Wärmestromdichte" leider nur eine geschlossen lösbare Beziehung für die Randbedingung erster Art "konstante Wandtemperatur" vor; da sich Ringspalt und Kreisrohr bei der Berechnung der Nusseltzahlen für die Randbedingung "konstante Wandtemperatur" nach Gnielinski: VDI-WA [63] – Kapitel Ga: Abschnitt 3.1.2 und Kapitel Gb: Abschnitt 3.2.2 – nur unwesentlich unterscheiden, wird für eine vereinfachte Beispielrechnung von einer "normalen" Kreisrohrgeometrie ausgegangen; der obige Vergleich wird daher als Analogieschluss für den Ringspalt zwischen 3.1.1: Kreisrohr, "konstante Wandtemperatur" und 3.2.1: Kreisrohr, "konstante Wärmestromdichte" durchgeführt.

Vergleicht man das Verhältnis der beiden dimensionslosen Wärmeübergangskoeffizienten, $Nu_{q,x} / Nu_{g,x}$, mit dem Verhältnis der experimentellen Koeffizienten im ersten Segment, $\alpha_{q,x} / \alpha_{g,x}$, so sind diese mit 1,19 (berechnet) zu 1,21 (exp.: 142,5 W/m²·K zu 117,5 W/m²·K bei 6 kW/m² und 120°C) fast identisch. Berechnet man die absoluten Werte mit α = Nu· λ /d, sind diese ca. 11% (126 W/m²·K bei WSD = konst.) bzw. 10% (106 W/m²·K bei T_W = konst.) niedriger, als die experimentellen Koeffizienten. Dieser Unterschied ist dabei einerseits auf den Geometriefehler zurückzuführen, da die Berechnung auf der Annahme eines Kreisquerschnitts beruht und nicht auf der eines Ringspaltes. Andererseits können auch die durch die Stoffdaten bedingten, nicht genau spezifizierbaren Unsicherheiten nicht vernachlässigt werden.

Führt man die gleiche Berechnung für das vierte Segment durch (x = 956 mm), liegen die Werte hier mit $Nu_{q,x} = 4,602$ und $Nu_{g,x} = 3,882$ deutlich niedriger, was qualitativ durch den α-Verlauf in Bild 6.16 bestätigt wird. Das Verhältnis aus beiden Wärmeübergangskoeffizienten ist bei den berechneten Werten mit 1,19 das gleiche wie bei *x* = 56 mm, während bei den experimentellen Werten mit 1,14 ein etwas niedrigeres Verhältnis zu sehen ist. Zudem ist die Abweichung zu den experimentellen Werten mit 16% (Berechnet: 71 W/m²·K zu Experiment: 85 W/m²·K) bei 6 kW/m² und 19% (Berechnet: 59,8 W/m²·K zu Experiment: 74 W/m²·K) bei 120°C größer geworden, was hier neben den oben schon genannten Einflussfaktoren der Geometrie und der Stoffwerte auf das bereits zu beobachtende unterkühlte Blasensieden zurückgeführt werden kann.

Die besseren α -Werte der Betriebart "konstante Wärmestromdichte" gegenüber der "konstanten Wandtemperatur" im fünften und sechsten Segment lassen sich mit den oben geschilderten Zusammenhängen nicht mehr erklären⁷⁹. Da in diesem Abschnitt, wie weiter oben schon beschrieben wurde, der Wärmeübergangsmechanismus des gesättigten Strömungsblasensiedens vorherrscht, können die unterschiedlichen Wärmeübergangskoeffizienten unter Umständen mit den lokalen Wärmestromdichten erklärt werden. Nach Gorenflo [10] ist der Wärmeübergangskoeffizient beim Blasensieden von der Wärmestromdichte abhängig, was sich qualitativ mit $\alpha \sim q^n$ beschreiben lässt. Für das Strömungsblasensieden niedrigviskoser Fluide wurde dieser Zusammenhang z.B. auch von Steiner – siehe Gleichung 2.21 [8,9] in Kapitel 2 – be-

⁷⁹ Bei einer einphasigen erzwungenen Konvektion laufen die α-Werte auf einen konstanten Grenzwert zu, der keinen weiteren Anstieg zum Rohrende hin erlaubt.

schrieben. Genaue Werte lassen sich für das hier verwendete hochviskose Versuchsstoffgemisch allerdings nicht angeben, da bis zum jetzigen Zeitpunkt die für die Bestimmung von "n" notwendigen Stoffgrößen ohne weitere Grundlagenuntersuchungen nicht verfügbar sind⁸⁰. Des Weiteren ist auch die Kenntnis des jeweiligen lokalen "Entgasungszustandes" des Gemisches von Bedeutung, da hiervon die Flüssigkeitseigenschaften abhängig sind. Diese sind wiederum zur Berechnung des lokalen Wärmeübergangskoeffizienten unbedingt nötig.

Die Wärmeübergangskoeffizienten am Rohrende müssen gesondert betrachtet werden, da sich hier mehrere Wärmeübergangsmechanismen überlagern. Aufgrund des rapiden Druckabfalls zum Abscheider hin und der damit verbundenen hohen Strömungsgeschwindigkeit, wird die für das Blasensieden notwendige überhitzte Grenzschicht an der Heizwandoberfläche abgebaut, wodurch konvektives Strömungssieden bereits nach wesentlich kürzerem Weg einsetzt, als noch bei M100k. Hierzu kommt die bereits oben beschriebene Entspannungsverdampfung, die – bedingt durch das hohe Druckniveau bei M1000k – durch den relativ hohen Restgehalt an gelöstem Pentan im Silikonöl und den rapiden Druckabfall zum Abscheider hin ausgelöst wird. Dieser Effekt wird bei den Experimenten mit einer über der Rohrlänge niedrigen durchschnittlichen Heizleistung – 4 kW/m², 95°C aber auch 120°C – noch zusätzlich verstärkt, da hier die Verdampfung später einsetzt als bei dem 6 kW/m²

Besonders deutlich ist die Entspannungsverdampfung am Abfall der Fluidtemperatur im letzten Segment zu erkennen. Während bei dem 95°C Experiment ein Temperaturabfall um 14 K beobachtet werden konnte (120°C: -10 K, 4 kW/m²: -12 K), beträgt dieser bei 6 kW/m² nur -6 K, siehe Bild 6.12. Bei den M100k Experimenten ist eine Entspannungsverdampfung dagegen nicht oder nur sehr schwach (95°C/4 kW/m², siehe auch Abschnitt 6.2.3) zu erkennen.

Insgesamt lässt sich zusammenfassen, dass bei diesem Stoffsystem hoher Viskosität verschiedene Wärmeübergangsmechanismen innerhalb eines kurzen Bereichs ineinander übergehen bzw. sich überlagern können. Insbesondere der Vergleich mit dem Silikonöl der niedrigeren Viskosität macht dies deutlich, da die hier beobachteten Effekte dort deutlich schwächer ausgeprägt sind. Hierdurch wird in besonderem Maße die Entwicklung eines Wärmeübergangsmodells erschwert, da neben der

⁸⁰ Ob dieser Zusammenhang zwischen α und *q* auch bei dem hier verwendeten weitsiedenden Gemisch hoher Viskosität gültig ist, muss noch im Detail untersucht werden.

komplizierten Stoffwerteermittlung auch die Rohrabschnitte vorhergesagt werden müssen, in denen die unterschiedlichen Wärmeübertragungsmechanismen wie einphasige Konvektion, unterkühltes bzw. gesättigtes Blasensieden, konvektives Strömungssieden und "Entspannungssieden" dominieren, bzw. wo diese sich überlagern. Versuche, die verschiedenen Wärmeübertragungsmechanismen anhand der Strömungsbilder bzw. des Strömungsverhaltens zu definieren, wie dies bei niedrig viskosen Fluiden praktiziert wird, sind bisher gescheitert. Dies wird vor allem durch eine "undurchsichtige" Schaumschicht verhindert, die bei allen analysierten Experimenten, bei denen eine nennenswerte Blasenbildung stattfand, einen tieferen Einblick in die Strömungsvorgänge im Ringspaltinneren verhinderte.

Zumindest im Anfangsbereich der Versuchsstrecke war über die Schaugläser zu erkennen, wann die Blasenbildung des "unterkühlten Siedens" einsetzt. Wie lange der Bereich "unterkühlten Blasensiedens" anhält, konnte allerdings bisher nur vermutet werden, da keine Informationen über das radiale Temperaturprofil vorlagen. Mit der neuen Fluidtemperatur Messtechnik mit drei über den Ringspalt angeordneten Thermoelementen besteht die Möglichkeit, Informationen über den Sättigungszustand im Bereich des beginnenden Blasensiedens radial über den Ringspalt zu gewinnen, wodurch das Erreichen des Sättigungszustandes wesentlich besser eingegrenzt werden kann. Zusätzlich können mit dieser Technik auch im unteren Bereich der Versuchsstrecke in Kombination mit den Druckmesswerten Rückschlüsse auf die dort dominierenden Wärmeübergangsmechanismen gewonnen werden.

6.3.2 Variation des Durchsatzes bei konstanter Heizwandtemperatur und jeweils gleicher Pentankonzentration

Im Folgenden soll der Einfluss des Durchsatzes auf den Wärmeübergang bei einer konstanten Wandtemperatur von 120°C untersucht werden. Der Durchsatz wurde dabei in einem weiten Bereich von 3 l/h bis 15 l/h variiert, jeweils mit einem Faktor von 1,5 zwischen zwei Durchsätzen. Der Pentangehalt beträgt wie bei den vorhergegangenen Experimenten 18%.

Bild 6.17 zeigt für alle fünf Durchsätze den Temperaturverlauf entlang der Ringspaltstrecke. Betrachtet man zuerst die Endtemperaturen, fällt auf, dass diese zu den kleineren Durchsätzen hin ansteigen. Bei den beiden größten Durchsätzen ist zudem am Ende der Strecke ein deutlicher Temperaturabfall zu erkennen. Bei den in Abschnitt 6.2.1 beschriebenen M100k Versuchen mit spezifisch gleichem Energieeintrag und unterschiedlichen Durchsätzen wurden dagegen fast identische Endtemperaturen gemessen. Des Weiteren unterscheiden sich auch die jeweiligen Temperaturverläufe deutlich. Während bei dem niedrigsten Durchsatz von 3 l/h der steilste Temperaturanstieg mit 85 K/m (nur im ersten Segment) zu verzeichnen ist, steigt die Fluidtemperatur bei 15 l/h mit 21 K/m am wenigsten stark an, dies aber annähernd konstant über eine Länge von fünf Segmenten.

Die Erklärung für dieses Verhalten kann wieder in erster Linie in Zusammenhang mit dem jeweils herrschenden Druckniveau gebracht werden, welches sich direkt auf die lokale Heizleistung auswirkt. Bedingt durch den niedrigen Druck der kleineren Durchsätze am Anfang der Versuchsstrecke, beispielsweise 3 bar im ersten Segment bei 3 l/h (Bild 6.19), erreicht das Gemisch wesentlich früher den Sättigungszustand. Dies wird auch durch eine überschlägige Berechnung bestätigt. Geht man auf die gleiche Art vor wie in den vorangegangenen Abschnitten, ergeben sich für die fünf Durchsätze die folgenden Positionen für das Erreichen des Sättigungszustandes (gerechnet



Bild 6.17: Versuchsstofftemperaturen der Experimente mit Silikonöl M1000k bei fünf unterschiedlichen Durchsätzen mit jeweils gleicher Heizwandtemperatur von 120°C und einem Pentangehalt von 18%

vom Anfang der Versuchsstrecke, Sättigungstemperatur gleich der gemessenen Mitteltemperatur): 175 cm bei 15 l/h, 150 cm bei 10 l/h, 125 cm bei 6,6 l/h, 90 cm bei 4,4 l/h und 60 cm bei 3 l/h. Da das gesättigte Strömungsblasensieden gegenüber der einphasigen erzwungenen Konvektion den effektiveren Wärmeübergangsmechanismus darstellt und dieses bei den niedrigeren Durchsätzen wesentlich früher einsetzt, kann beispielsweise bei 3 l/h auf den Durchsatz bezogen wesentlich mehr Energie übertragen werden als bei 15 l/h (Energiedichte, siehe auch 6.2.1). Während bei 3 l/h im ersten Segment mit 47 MJ/m³ das lokale Maximum der Energiedichte⁸¹ erreicht wird, beträgt der Wert für 15 l/h an der gleichen Position nur 18,4 MJ/m³, siehe den Verlauf der Wärmestromdichten (links) und der Energiedichten (rechts) entlang der Versuchsstrecke in Bild 6.18. Auch der auf die gesamte Strecke bezogene Mittelwert der Energiedichten ist bei 3 l/h mit 20,3 MJ/m³ am größten, während bei 15 l/h das Minimum mit 10,2 MJ/m³ zu finden ist⁸². Dadurch sind auch die deutlich unterschiedlichen Fluidtemperaturen am Ende der Versuchsstrecke zu erklären.



Bild 6.18: Links: Wärmestromdichten Rechts: auf den "Anfangs-Volumen"-Durchsatz bezogene spezifische Energiedichten der Experimente mit M1000k bei fünf Durchsätzen und einer Heizwandtemperatur von 120°C und 18% Pentananteil

⁸¹ Die mittlere Energiedichte ist in dieser Arbeit definiert als Quotient aus Segmentheizleistung und Nennvolumenstrom: $P/\dot{V} \Rightarrow W\cdot h/l = MJ/m^3$, siehe auch 6.2.1.

⁸² Die mittleren Energiedichten der anderen Durchsätze betragen: 18,9 MJ/m³ bei 4,4 l/h, 15,8 MJ/m³ bei 6,6 l/h und 12,8 MJ/m³ bei 10 l/h

Betrachtet man die Fluidtemperaturen detaillierter, lässt sich das Erreichen des Sättigungszustandes auch am Temperaturverlauf erkennen. Ein Indikator hierfür ist die Veränderung des Temperaturanstiegs, wie z.B. bei 4,4 l/h im dritten oder bei 15 l/h im sechsten Segment. Hieraus lassen sich folgende Positionen für das Erreichen des Sättigungszustandes, ermitteln: 156 cm bei 15 l/h, 126 cm bei 10 l/h, 96 cm bei 6,6 l/h, 66 cm bei 4,4 l/h und 36 cm bei 3 l/h⁸³. Vergleicht man die oben berechneten Positionen, an denen der Sättigungszustand "theoretisch" erreicht wird, mit den Werten aus den Fluidtemperaturverläufen, fällt auf, dass der Sättigungszustand gegenüber der Rechnung deutlich früher erreicht wird. Eine Erklärung hierfür liefert aller Wahrscheinlichkeit nach ein stark ausgeprägtes radiales Temperaturprofil über den Ringspaltquerschnitt, welches bereits in den vorangegangenen Abschnitten erwähnt wurde, und in Abschnitt 6.5. ausführlich behandelt wird.

Bei der Betrachtung der Wärmeübergangskoeffizienten in Bild 6.19 (links) fällt vor allem das deutlich unterschiedliche Verhalten der Verläufe am Anfang, in der Mitte und am Ende der Versuchsstrecke auf. Die Werte am Anfang der Strecke sind gut durch einphasige erzwungene Konvektion zu erklären. Der Wärmeübergangskoeffizient nimmt mit zunehmendem Durchsatz höhere Werte an. Die unterschiedlichen Werte am Ende lassen sich ebenfalls anschaulich erklären, da hier das konvektive Strömungssieden mit zunehmender Strömungsgeschwindigkeit an Bedeutung gewinnt und den wichtigsten Wärmeübertragungsmechanismus darstellt. Allerdings ist insbesondere bei 15 l/h und 10 l/h die Entspannungsverdampfung in den Abscheider ein nicht zu vernachlässigender Faktor, erkennbar an dem Abfall der Fluidtemperatur und dem Anstieg der Heizleistungen und Temperaturdifferenzen am Rohrende. Bei den beiden niedrigsten Durchsätzen spielt die Verdampfung am Rohrende dagegen kaum noch eine Rolle, da nur noch sehr geringe Mengen flüssiges Pentan im Gemisch vorhanden sind. Dementsprechend ist hier hauptsächlich mit einer konvektiven Wärmeübertragung an das Silikonöl und den Pentandampf zu rechnen, wodurch vor allem bei 3 l/h der schlechte Wärmeübergangskoeffizient zu erklären ist.

Der mittlere Teil der Versuchsstrecke zeigt dagegen bei allen fünf Durchsätzen eine deutliche Annäherung der Wärmeübergangskoeffizienten. Dies fällt insbesondere im vierten Segment auf. Aller Wahrscheinlichkeit nach beruht diese Annäherung bei den

⁸³ Da die Temperaturmessstellen einen Abstand von 30 cm haben, kann aufgrund der relativ niedrigen axialen Auflösung die tatsächliche Position, an der der Sättigungszustand erreicht wird, nur annähernd abgeschätzt werden. Die Unsicherheit dieser Angaben beträgt ±15 cm.

fünf Durchsätzen allerdings auf verschiedenen Wärmeübertragungsmechanismen mit zudem unterschiedlichen "Stadien der Ausprägung". Während beispielsweise bei 3 l/h im vierten Segment ausgeprägtes Blasensieden vorherrscht, ist die Strömung bei 15 l/h im Bereich der Fluid- und Wandtemperaturmessung noch rein einphasig. Der Wärmeübergang bei beiden Durchsätzen ist in diesem Bereich daher nicht direkt miteinander vergleichbar.

Abschließend sollen die bisherigen Erkenntnisse zum Druckverlust zusammengefasst werden. Als Einflussgrößen auf den Druckverlust konnten neben dem Durchsatz, der Grundviskosität des Silikonöls und dem Pentangehalt die Versuchsstofftemperatur und vor allem auch der "Entgasungszustand" des Versuchsstoffgemisches identifiziert werden. Versuchsstofftemperatur und "Entgasungszustand" sind dabei unmittelbar abhängig von den anderen Einflussgrößen sowie der Heizleistung bzw. der Heizwandtemperatur der jeweiligen Betriebsart. Insbesondere das Verdampfen von Lösungsmitteln aus dem Versuchsstoffgemisch liefert eine plausibel Erklärung für den zunehmenden Druckverlust pro Segment (=relativer Druckverlust), wie er bei kleineren bis mittleren Durchsätzen beobachtet werden kann.



Bild 6.19: Links: α von M1000k bei 18% Pentan, berechnet aus den Temperaturdifferenzen und Wärmestromdichten der sieben Segmente Rechts: Druckverlauf über der Ringspaltstrecke bis zum Abscheider

Dies ist Beispielsweise am Durchsatz 6,6 l/h in Bild 6.19 zu erkennen, der – bezogen auf ein Segment – am Anfang der Strecke 1,4 bar/m Druckverlust aufweist, während sich im letzten Segment ein Druckverlust von 4,3 bar/m einstellt. Die Viskositätszunahme durch den Entgasungsvorgang hat – zumindest bei den hier untersuchten Versuchstoffgemischen – dementsprechend einen wesentlich größeren Einfluss auf den Druckverlust als die ansteigende Fluidtemperatur, die einen gegenteiligen Effekt ausübt. Hierzu kommt noch der Beschleunigungsdruckverlust der Zweiphasenströmung, der durch den Druckabfall zum Rohrende hin bedingt ist (Volumenvergrößerung des Pentans). Im Vergleich zu dem Druckverlust, der auf die Viskositätserhöhung zurückgeführt werden kann, ist der Einfluss des Beschleunigungsdruckverlustes jedoch aller Wahrscheinlichkeit nach von geringer Bedeutung.

Dies lässt sich anhand einer Abschätzung verdeutlichen. Berechnet man z.B. für den mittleren Durchsatz von 6,6 l/h – tatsächlich gemessener Massenstrom 5,28 kg/h – die Leerrohrgeschwindigkeit des vollständig verdampften Pentans ohne Silikonöl am Ende der beheizten Strecke (Position 210 cm), so beträgt diese ca. 1,5 m/s⁸⁴. Geht man zusätzlich von der rein hypothetischen Annahme aus, dass ausgehend vom einphasigen Anfang der Strecke entlang des Ringspaltes gleich bleibend 74,1%⁸⁵ des Ringspaltquerschnitts von Silikonöl und 25,9% von Pentandampf eingenommen werden, hätte dies eine Strömungsgeschwindigkeit des Dampfes von ca. 4,3 m/s zur Folge (ebenfalls am Streckenende).

Bestimmt man hiermit den zu erwartenden Beschleunigungsdruckverlust der reinen Pentandampfströmung bei maximalem Schlupfverhältnis zwischen Gas- und Flüssigphase (d.h. dem Silikonöl widerfährt keine Beschleunigung) durch

$$\Delta p = \frac{\rho_{\text{Gas}}}{2} \cdot v_{\text{Gas}}^2 - \frac{\rho_{\text{FI}}}{2} \cdot v_{\text{FI}}^2, \qquad \frac{\rho_{\text{FI}}}{2} \cdot v_{\text{FI}}^2 \approx 0 \qquad (6.10)$$

ergäbe sich lediglich ein Wert von 6,9 N/m² bzw. 6,9·10⁻⁵ bar. Tatsächlich wird sich jedoch ein Schlupfverhältnis – das Schlupfverhältnis ist definiert mit $s = v_{Gas}/v_{Fl}$ [2] –

⁸⁴ Die Leerrohrgeschwindigkeit wurde mit einem Pentandurchsatz von 0,95 kg/h (entsprechend 18% des Gesamtmassenstroms von 5,28 kg/h), einer Dampfdichte von 0,75 kg/m³ (Bestimmung durch Fluidcal bei 365 K und 0,3 bar) sowie dem Ringspaltquerschnitt von 235,6 mm² berechnet. Am Anfang der Strecke würde die Geschwindigkeit bei ausschließlich flüssigem Pentan und 50°C lediglich 2 mm/s betragen. Die Strömungsgeschwindigkeit des Gemisches beträgt am Beginn der Strecke ca. 8 mm/s.

⁸⁵ Ausgehend vom einphasigen Anfang der Strecke würde das Pentan mit 18% Massenanteil und einer Dichte von 597 kg/m³ ca. 25,9% des Ringspaltquerschnitts einnehmen. Das Silikonöl mit einer Dichte von 951 kg/m³ benötigt dementsprechend einen Anteil von 74,1% (Betrachtung bei 50°C). Die Ausdehnung des Silikonöls entlang der Strecke ist hierbei nicht berücksichtigt.

zwischen dem theoretischen Maximum von 560⁸⁶ und dem Minimum von 1 (kein Schlupf) einstellen. Berechnet man nun den Beschleunigungsdruckverlust für das Minimum, d.h. es würde kein Schlupf zwischen Silikonöl und Pentandampf existieren, muss hierfür zuerst die mittlere Fluiddichte am Ende der Strecke abgeschätzt werden. Da die in die Versuchsstrecke eintretende Masse (Ein) gleich der austretenden Masse (Aus) sein muss, lässt sich die Dichte am Ende der Strecke über

$$\dot{m} = \rho_{\text{Ein}} \cdot v_{\text{Ein}} \cdot A = \rho_{\text{Aus}} \cdot v_{\text{Aus}} \cdot A \Rightarrow \rho_{\text{Aus}} = \frac{m}{v_{\text{Aus}} \cdot A}$$
 (6.11)

bestimmen. Für die genannten 4,3 m/s Strömungsgeschwindigkeit ergäbe sich demnach eine mittlere Dichte von ca. 1,45 kg/m³. Der hiermit berechnete Druckverlust wäre mit ca. 14 N/m² bzw. 14·10⁻⁵ bar nach wie vor vernachlässigbar gering. Da der reale Beschleunigungsdruckverlust zwischen den beiden berechneten Werten liegen muss, spielt dieser für den Gesamtdruckverlust keine entscheidende Rolle⁸⁷.

Zusätzlich zu den oben bereits genannten Faktoren muss auch das Scherverhalten des Silikonöls beachtet werden. Betrachtet man beispielsweise den Gesamtdruckverlust über der Versuchsstrecke und multipliziert die gemessenen 3,8 bar bei 4,4 l/h mit dem Faktor 1,5 (der Druckverlust ist linear abhängig von der Strömungsgeschwindigkeit; Durchsatzverhältnis ≈ Verhältnis der Strömungsgeschwindigkeiten) um den in etwa zu erwartenden Druckverlust des nächst höheren Durchsatzes 6,6 l/h zu erhalten, so ist dieser Wert mit 5,7 bar deutlich größer als die tatsächlich gemessenen 4,7 bar. Für 15 l/h wäre bei dieser Rechnung ein Wert von ca. 13 bar zu erwarten gewesen statt dem gemessenen Druckverlust von ca. 8,1 bar. Eine Erklärung für dieses Verhalten kann der Wechsel aus dem newtonschen hin zum strukturviskosen Verhalten des Silikonöls bei ansteigender Strömungsgeschwindigkeit liefern. Allerdings ist bisher nur eine grobe Abschätzung des Bereichs möglich, in dem der Übergang von newtonschem zu strukturviskosem Verhalten stattfindet, da verlässliche Daten über das Fließverhalten bei den hier auftretenden Temperaturen und Pentangehalten nicht vorhanden sind. Problematisch ist bei dieser Betrachtung zudem, dass im Gesamtdruckverlust die Einflüsse von Entgasungszustand, Fluidtemperatur und Scherverhalten auf die Viskosität nicht im Detail unterschieden werden können.

⁸⁶ Das Maximum ergibt sich aus der Anfangsgeschwindigkeit von ca. 8 mm/s und der berechneten Dampfgeschwindigkeit von 4,3 m/s.

⁸⁷ Führt man die gleiche Berechnung für den Zustand im Abscheider mit 93°C Dampftemperatur und 20 mbar Druck aus, liegt das Minimum des Beschleunigungsdruckverlustes bei 108 N/m² und das Maximum bei 211 N/m². Im Vergleich zum Gesamtdruckverlust nach wie vor vernachlässigbar gering.

Um sowohl den Einfluss der Viskositätserhöhung durch die Entgasung als auch die 2-Phasenströmung bei der Betrachtung des Gesamtdruckverlustes auszuschließen, kann der relative Druckverlust im ersten Segment herangezogen werden. Sowohl bei dem höchsten Durchsatz von 15 l/h als auch bei 4,4 l/h war die Strömung im ersten Segment blasenfrei, d.h. die Verdampfung von Lösungsmittel konnte in diesem Bereich noch keine Rolle spielen. Während der relative Druckverlust im ersten Segment bei 4,4 l/h 0,82 bar/m beträgt, hat dieser bei 15 l/h einen Wert von 3,56 bar/m. Berechnet man ausgehend von 4,4 l/h über das Durchsatzverhältnis 15/4,4 den bei 15 l/h zu erwartenden Druckverlust im ersten Segment, wäre dieser bei strukturviskosem Verhalten höher als der tatsächlich gemessene. Tatsächlich ist der vorausberechnete Druckverlust mit 2,8 bar/m deutlich kleiner⁸⁸ als der experimentelle Wert. Zumindest im ersten Segment mit einphasiger Strömung scheint strukturviskoses Verhalten demnach noch keine Rolle zu spielen.

Im unteren Bereich der Versuchsstrecke findet durch die Verdampfung von Pentan und den starken Druckabfall allerdings eine deutliche Beschleunigung der Dampfphase statt, die, abhängig vom jeweiligen Schlupf zwischen Flüssig- und Dampfphase, sich auch auf die Schergeschwindigkeit des Silikonöls auswirkt. Des Weiteren stellt auch die abnehmende Pentankonzentration im Silikonöl einen wichtigen Einflussfaktor dar, da hierdurch der strukturviskose Bereich zu niedrigeren Schergeschwindigkeiten hin verschoben wird. Strukturviskoses Verhalten kann in diesem Bereich der Versuchsstrecke demnach nicht vollständig ausgeschlossen werden.

Ein Modell für die Vorausberechnung des Druckverlustes muss daher neben dem Entgasungszustand des Gemisches und seiner Temperatur auch eventuell auftretendes strukturviskoses Verhalten über die zu erwartenden Schergeschwindigkeiten berücksichtigen. Da hierfür der Schlupf zwischen Dampf- und Flüssigphase bekannt sein muss, ist dies bis zum jetzigen Zeitpunkt mit der vorhandenen Messtechnik noch nicht möglich. Des Weiteren müssen verlässliche Stoffdaten zur Gemischviskosität in Abhängigkeit von Lösemittelgehalt, Temperatur und Schergeschwindigkeit zur Verfügung stehen.

⁸⁸ Der relativ gesehen niedrigere Druckverlust im ersten Segment bei 4,4 l/h im Vergleich zu 15 l/h lässt sich mit der höheren Mitteltemperatur (über die Segmentlänge gemittelt) erklären. Während die mittlere Fluidtemperatur bei 4,4 l/h 65,6°C beträgt, ist diese mit 53,5°C bei 15 l/h deutlich niedriger, d.h. die Viskosität ist dementsprechend höher.

Abschließend soll noch auf das Experiment mit 3 l/h Durchsatz eingegangen werden. Wie bereits bei der Fluidtemperatur (Bild 6.17), der Wärmestromdichte / Überhitzung (Bild 6.18) sowie dem Wärmeübergangskoeffizienten in Bild 6.19, kann bei diesem Durchsatz ein abweichendes Druckverhalten im Vergleich zu den bisher behandelten Experimenten festgestellt werden. Besonders auffallend ist neben dem gegenüber den anderen Durchsätzen deutlich unterschiedlichen Verlauf die sehr hohe Schwankungsbreite der Druckmesswerte ab dem vierten Segment. Diese Schwankungen betragen zum Teil über 2 bar und konnten in dieser Größe bisher noch bei keinem anderen Experiment festgestellt werden, siehe die Schwankungsbreiten in Bild 6.19. Die Beobachtung der Vorgänge in der Versuchsstrecke zeigte zudem deutliche Unregelmäßigkeiten, die sich vor allem darin äußerten, dass es zum Teil zum vollständigen Stillstand der Strömung kam.

Somit scheint es sich bei diesem Durchsatz um eine Art Grenzfall zu handeln, da bei allen anderen Durchsätzen mit dem gleichen Pentangehalt unter ansonsten gleichen Versuchsbedingungen keine derartigen Störungen festgestellt werden konnten. Allerdings zeigten eine Reihe von Experimenten mit 27% Pentananteil ein ähnliches Verhalten, welches sich in zum Teil relativ starken zyklischen Druck- und Temperaturschwankungen äußerte. Obwohl die Vorgänge bei 3 l/h im Vergleich dazu relativ unregelmäßig wirkten und die Schwankungen hier deutlich stärker waren, können die Vorgänge bei beiden Konzentrationen wahrscheinlich auf ein ähnliches Phänomen zurückgeführt werden. Hierauf soll im folgenden Abschnitt 6.4 eingegangen werden.

6.4 Druck- und Temperatur-Schwingungen

Wie im vorangegangenen Abschnitt schon erwähnt wurde, traten während einer Reihe von Experimenten starke Temperatur- und Druckschwankungen auf, die sich auch im "stationären", eingefahrenen Zustand periodisch wiederholten. Die Schwingungen beschränkten sich allerdings vor allem auf Experimente mit 27% Pentangehalt. Bei 18% Pentan konnten diese Schwingungsvorgänge nur vereinzelt festgestellt werden, wie z.B. bei dem im vorangegangenen Abschnitt beschriebenen Betriebspunkt mit 3 l/h und einer Wandtemperatur von 120°C. Die folgenden Ausführungen beschränken sich daher auf die sinusförmigen Schwingungen, die bei Versuchen mit 27% Pentananteil beobachtet werden konnten. Im Detail wird dabei vor allem der Betriebspunkt mit 6,6 l/h Durchsatz und einer Heizleistung von 4 kW/m² diskutiert, der vor allem aufgrund seiner "zuverlässigen Schwingungsneigung" ausgewählt wurde, die in so starker Ausprägung bei anderen Messzuständen nicht beobachtet werden konnte. Dies äußerte sich einerseits in den größten Druck- und Temperaturamplituden aller Experimente, und andererseits in der Entstehung der Schwingung, die selbsttätig ohne eine erkennbare Anregung⁸⁹ von außen erfolgte. Bei 6,6 l/h konnten zudem im Gegensatz zu niedrigeren oder auch höheren Durchsätzen bei fast allen Heizleistungen und Heizwandtemperaturen periodische, sinusförmige Schwingungen festgestellt werden. Der Durchsatz von 6,6 l/h scheint somit eine Art von "Optimum" dieser Versuchsstrecke darzustellen, bei dem die Erzeugung von Schwingungen besonders begünstigt wird.

Die "Entstehung" der Schwingung läuft dabei wie folgt ab: Unmittelbar nach dem Hochfahren der Rohrheizungen kann in der Regel nur eine relativ kleine periodische Schwingung festgestellt werden, die sich im weiteren Verlauf des Experimentes immer weiter verstärkt, bis ein "stationärer" Zustand erreicht ist, bei dem die Druck- und Temperaturamplituden konstant bleiben. Aufgrund seines "konstanten" und stabilen Schwingungsverhaltens wurde der Betriebspunkt 6,6 l/h / 4 kW/m² bei der Untersuchung der Schwingungsvorgänge mehrere Male wiederholt und zudem als Startpunkt gewählt, um von hier aus andere Durchsätze anzufahren und deren Schwingungsverhalten.

⁸⁹ Mit Anregung sind vor allem Druckschwankungen am Ende der Versuchsstrecke gemeint, die durch das Kondensationssystem erzeugt werden und hierdurch das Rohrsystem zum Schwingen anregen könnten. Eine Anregung vom Anfang der Strecke aus durch Förderschwankungen der Speisepumpe, konnte bei den bisher untersuchten Fällen ausgeschlossen werden.

Bei den Durchsätzen mit niedriger spezifischer Energiedichte, deren "Schwingneigung" nicht zur Erzeugung einer stabilen Schwingung ausreicht, kann eine absichtliche "Störung" des Druckniveaus am Ende der Versuchsstrecke zur Entstehung einer Schwingung führen. Hierbei wird der Abscheiderdruck durch das Schließen des Dampfventils zum Kondensator absichtlich auf ca. 400 bis 500 mbar erhöht, und anschließend durch das Öffnen des Dampfventils wieder abrupt abgesenkt.

Tabelle 6.2 zeigt einen Überblick über die bisher durchgeführten Experimente zur Untersuchung des Schwingungsverhaltens bei verschiedenen Durchsätzen und unterschiedlichen Einstellungen der beiden Betriebsarten "konstante Wärmestromdichte" und "konstante Heizwandtemperatur". Bei vergleichbaren durchschnittlichen Heizleistungen der beiden Betriebsarten war das beobachtete Schwingungsverhalten sehr ähnlich, so dass über das Schwingungsverhalten eines bestimmten Betriebspunktes einer Betriebsart durchaus Rückschlüsse über die zu erwartenden Schwingungsvorgänge bei einem vergleichbaren Betriebspunkt der anderen Betriebart gezogen werden können⁹⁰.

Bei den im oberen Teil der Tabelle aufgeführten Experimenten handelt es sich um die Messzustände, bei denen eine stabile Schwingung mit konstanten Amplituden festgestellt werden konnte (*stabile Schwingungen*). Einen Sonderfall stellen einige der Experimente mit 3 l/h dar, die sich ähnlich verhielten wie das weiter oben schon beschriebene Experiment bei 18% Pentananteil und 120°C Wandtemperatur mit unregelmäßigen Temperatur- und Druckschwankungen.

Im zweiten Abschnitt der Tabelle sind die Experimente zu sehen, bei denen nach einer künstlichen Anregung zwar die Ausbildung einer Schwingung mit konstanter Schwingungsfrequenz zu beobachten war, deren Amplitude allerdings nach dem Erreichen eines Maximums wieder kleiner wurde und nach einiger Zeit vollständig verschwand (*abklingende Schwingungen*). Durch eine erneute Anregung konnte dieses Verhalten reproduziert werden.

Abschließend sind die Experimente aufgeführt, bei denen auch nach mehrmaliger Fremderregung – insbesondere durch die oben schon beschriebene Druckerhöhung mit anschließendem schnellen Druckabfall im Abscheider – keinerlei Schwingungen festgestellt werden konnten (*keine Schwingungen*).

⁹⁰ Ein Teil der Experimente in Tabelle 6.1 lässt sich hinsichtlich des Schwingungsverhaltens hauptsächlich qualitativ (quantitativ nur eingeschränkt) auswerten, da aufgrund des zum Teil sehr hohen Zeitbedarfs zur Einstellung des korrekten Temperaturverlaufs in der Klimakammer diese nicht immer optimal auf den Verlauf der Versuchsstofftemperatur in der Strecke angepasst werden konnte.

stabile Schwingungen:										
Pentan	3 l/h	4.4 l/h	6.6 l/h	10 l/h	15 l/h					
<u>27%</u>	1.8 – 2.7*kW/m²	1.8 - 2.7 - 4 kW/m²	1.8 - 2.7 - 4 - 6 kW/m²; 150°C	4 - 6kW/m²	9 kW/m²					
<u>18%</u>	95* - 120°*C			6 kW/m²						
abklingende Schwingungen:										
<u>Pentan</u>	3 l/h	4.4 l/h	6.6 l/h	10 l/h	15 l/h					
<u>27%</u>			95°C	2.7 kW/m² 95°C	4 - 6 kW/m²; 95 - 120°C					
<u>18%</u>		95 - 120 - 150°C	1.8 - 2.7 - 4 kW/m² 120 - 150°C	4 kW/m² 150°C	6 kW/m²					
"keine" Schwingungen**:										
Pentan	3 l/h	4.4 l/h	6.6 l/h	10 l/h	15 l/h					
<u>18%</u>		1.8 - 2.7kW/m²	95°C	2.7 kW/m²; 95 – 120°C	4 kW/m²; 95 - 120°C					
<u>10%</u>	120°C	120°C	4 kW/m²; 120 - 150°C							

Tabelle 6.2: Schwingungsverhalten der mit M1000k durchgeführten Experimente

*: starke, unregelmäßige Druckschwankungen; Temperaturangaben gelten jeweils für T_w = konst.

**: trotz Anregung von Außen keine merklichen Schwingungsvorgänge zu beobachten

Vor allem bei den Experimenten mit 27% Pentananteil ist offensichtlich, dass der mittlere Durchsatz 6,6 l/h eine besonders ausgeprägte Schwingungsneigung besitzt, die auch bei der relativ niedrigen Heizleistung von 1,8 kW/m² noch Schwingungen zulässt. Auch bei 18% Pentan ist im Bereich der abklingenden Schwingungen noch eine deutlich stärker ausgeprägte Tendenz zu Schwingungen festzustellen als bei den anderen Durchsätzen.

Vergleicht man nun verschiedene Durchsätze mit einer stabilen Druckschwingung miteinander, sind bei einer genauen Betrachtung deutliche Unterschiede im Schwingungsverhalten zu erkennen. Ein Beispiel hierfür zeigt Bild 6.20 für die Durchsätze 3 l/h bis 15 l/h mit einer jeweils gleichen spezifischen Energiedichte von 20,4 MJ/m³ über einen ausgewerteten Zeitraum von 20 min. Der in Bild 6.20 dargestellte Zeitraum von 20 min stellt dabei nur einen Ausschnitt aus dem stationären Verlauf des jeweiligen Experiments dar.

Bei den Druckverläufen fällt vor allem auf, dass mit zunehmendem Durchsatz die Schwingungsdauer *F* deutlich kleiner bzw. umgekehrt die Schwingungsfrequenz deutlich größer wird. Während bei 3 l/h eine Schwingungsdauer von ca. 10,7 min vorliegt, beträgt diese bei dem höchsten Durchsatz von 15 l/h nur noch ca. 2,2 min⁹¹. Setzt man die oben angegebenen Werte jeweils ins Verhältnis – 15 l/h / 3 l/h und 10,7 min / 2,2 min – zeigt sich, dass der Quotient der Durchsätze mit 5:1 annähernd dem Quotient der Schwingungsdauer von 4,9:1 entspricht. Es scheint somit ein linearer Zusammenhang zwischen Schwingungsdauer und Durchsatz zu bestehen.

Um zu überprüfen, ob dieser Zusammenhang auch für andere Durchsätze gilt, wurden die Schwingungsdauer $F_{\rm R}$ = 4,795 min und der Massendurchsatz $\dot{m}_{\rm R}$ = 5,09 kg/h



Bild 6.20: Druckverläufe verschiedener Durchsätze im ersten Segment der Ringspaltstrecke über einen Zeitraum von 20 Minuten bei jeweils gleicher spezifischer Energiedichte; Silikonöl M1000k mit 27% Pentangehalt

⁹¹ Die Schwingungsdauern der verschiedenen Durchsätze wurden alle mit Hilfe der Druckverläufe des ersten Versuchsstreckensegments ermittelt; die Schwingungsdauer wurde dabei jeweils als Mittelwert aus ca. 5 aufeinander folgenden Maxima und Minima berechnet

des (nominellen) Durchsatzes 6,6 l/h als Referenzwerte gewählt⁹². Ausgehend von der Referenz, wurden mit Hilfe der Massen-Durchsatzverhältnisse (DV_y) dann die jeweils zu erwartenden Schwingungsdauern $F_{B,y}$ nach folgender Definition bestimmt:

$$DV_{y} = \frac{\dot{m}_{y}}{\dot{m}_{\text{Referenz}}}$$
 (6.12) und $F_{\text{B},y} = DV_{y} \cdot F_{\text{R}}$ (6.13)

Der Index y steht dabei für den jeweils untersuchten Massendurchsatz. Die auf diese Weise ermittelten Durchsatzverhältnisse, die berechneten (F_B) als auch die experimentellen Schwingungsdauern (F_{exp}) aller fünf Durchsätze sind in Tabelle 6.3 zusammengefasst.

Vergleicht man die linear vorausberechneten Schwingungsdauern der verschiedenen Durchsätze, ist eine sehr gute Übereinstimmung zu den experimentellen Ergebnissen zu finden. Da mit dem Durchsatz direkt auch die Strömungsgeschwindigkeit und somit auch die Durchlaufzeit eines "Volumenelementes" oder "Teilchens" durch die Versuchstrecke festgelegt wird, ist es durchaus vorstellbar, dass die Schwingungsdauer unmittelbar abhängig von der Rohrlänge ist. Dies wird deutlich bei der Berechnung der mittleren Durchlaufzeit eines "Volumenelementes" im Rohr.

Um die Durchlaufzeit zu berechnen, benötigt man allerdings den realen Volumenstrom durch die Versuchsstrecke, da, wie bereits im fünften Kapitel erwähnt wurde, es sich bei den Durchsatzangaben nur um nominale Werte handelt, die von den tatsächlichen Volumenströmen zum Teil deutlich abweichen. Mit Hilfe des realen Massenstroms, der Fluidtemperatur und dem Pentangehalt kann dabei über die Gemischdichte⁹³ auf den realen Volumenstrom in der Versuchsstrecke zurückgerechnet werden. Aufgrund der deutlichen Temperaturerhöhung des Versuchsstoffes während des Durchlaufens der Strecke, und der damit direkt verbundenen Dichteänderung⁹⁴ – die Bildung von Dampf wird bei dieser Abschätzung nicht berücksichtigt –, ist der lokale Volumenstrom entlang der Versuchstrecke sehr unterschiedlich.

⁹² Wie oben schon erwähnt wurde, konnte bei dem mittleren Durchsatz 6,6 l/h und 4 kW/m² die "stabilste" Schwingung mit den höchsten Druckamplituden beobachtet werden, weshalb dieser als Referenzpunkt gewählt wurde.

⁹³ Bei der Berechnung der Dichte wurde zuerst die Temperaturabhängigkeit der Reinstoffdichte der beiden Komponenten Pentan und Silikonöl in der Form $\rho_T = \rho_0 + T(b + c \cdot T)$ ermittelt. Diese beiden Werte wurden dann linear über ihren jeweiligen Anteil im Gemisch gewichtet addiert.

⁹⁴ Die Verringerung der Dichte aufgrund des entstehenden Pentandampfes und seinem kontinuierlich ansteigendem Volumenanteil im Ringspalt ist nur sehr aufwendig zu bestimmen; die Berechnung der mittleren Dichte ist aus Gründen der Einfachheit daher nur auf eine einphasige Strömung bezogen.

Tabelle 6.3: Massendurchsatz, Volumenstrom bei 85°C, Durchsatzverhältnis DV,
berechnete Schwingungsdauer F_{B} , experimentelle Schwingungsdauer
 F_{exp} , einphasige Strömungsgeschwindigkeit und mittlere Durchlaufzeit
 T_{DZ} für M1000k mit 27% Pentan

nomineller Durchsatz	3 l/h 1,8 kW/m²	4,4 l/h 2,7 kW/m²	6,6 l/h 4 kW/m²	10 l/h 6 kW/m²	15 l/h 9 kW/m²
Massendurchsatz in kg/h	2,22	3,42	5,09	7,95	11,80
Durchsatz in l/h bei 85°C	2,71	4,14	6,17	9,62	14,28
Durchsatzverhältnis DV	0,435	0,671	Referenz	1,560	2,315
berech. Schwin- gungsdauer $F_{\rm B}$ [min]	10,995	7,144	4,795 = <i>F</i> _R	3,070	2,068
exp. Schwingungs- dauer <i>F</i> _{exp} [min]	10,725	7,310	4,795 = <i>F</i> _R	2,978	2,135
einphasige. Strö- mungsgesch. [mm/s]	3,190	4,911	7,319	11,406	16,935
mittlere Durchlaufzeit T _{DZ} bei 85°C [min]	10,971	7,127	4,782	3,068	2,067

Da der Versuchsstoff am Eintritt der Versuchsstrecke mit einer Fluidtemperatur von 50°C eine wesentliche "höhere" Dichte besitzt als am Ende der Strecke mit ca. 120°C, ist dementsprechend der Volumenstrom und damit auch die Strömungsgeschwindigkeit deutlich unterschiedlich, auch für den Fall einer rein einphasigen Strömung. Aus diesem Grund wurde zur Berechnung der Durchlaufzeit nicht die Eintrittstemperatur von 50°C gewählt, sondern ein einfacher Mittelwert aus Eintritt- und Austrittstemperatur, der für die hier mit 85°C angenommen wird.

Mit Hilfe des berechneten Volumenstroms bei 85°C und der Querschnittsfläche des Ringspaltkanals (A = 235,62 mm²) kann dann eine mittlere Strömungsgeschwindigkeit berechnet werden, die zur Bestimmung der Durchlaufzeit T_{Dz} benötigt wird. Als Berechnungsgrundlage wurde eine Versuchsstreckenlänge von 2100 mm angesetzt, die der beheizten Länge des Ringspaltes entspricht. Die Daten sind ebenfalls in Tabelle 6.3 zusammengefasst.

Vergleicht man nun die experimentellen sowie die berechneten Schwingungsdauern mit den Durchlaufzeiten, ist hier eine deutliche Übereinstimmung bei allen fünf untersuchten Durchsätzen zu erkennen. Dies bekräftigt die weiter oben aufgestellte Vermutung, dass die Schwingungsdauer von der Rohrlänge und dem jeweiligen Volumenstrom und damit der Strömungsgeschwindigkeit durch das Rohr bestimmt wird. Aufgrund der guten Übereinstimmung zwischen Schwingungsdauer und Durchlaufzeit scheint daher ein "Volumenelement" während des Passierens der Versuchsstrecke einen kompletten Schwingungsvorgang zu durchlaufen. Entscheidend ist hierbei, dass die Eigenfrequenz der Versuchsstrecke als schwingendes System durch dessen beheizte Rohrlänge vorgegeben wird, da bei einer Berechnung der Durchlaufzeit mit Berücksichtigung der Verbindungsleitung zwischen dem Ende des Ringspaltes und dem Abscheider oder auch dem Rohrleitungsabschnitt vor der Versuchstrecke deutliche Abweichungen zu den oben genannten Schwingungsdauern die Folge wären. Für den Durchsatz 6,6 l/h würde sich beispielsweise bei Berücksichtigung der 600 mm langen Verbindungsleitung vom Ende der Versuchsstrecke bis zum Abscheider eine Durchlaufzeit von ca. 6,15 min gegenüber vorher 4,782 min ergeben, also deutlich länger, als die experimentelle Schwingungsdauer. Um den Zusammenhang zwischen beheizter Rohrlänge und Schwingungsfrequenz experimentell zu verifizieren ist mittelfristig geplant, die beheizte Rohrlänge zu variieren. Dies kann aufgrund der Konstruktion der Ringspaltversuchsstrecke relativ einfach durch das Ausschalten einzelner Segmente am Anfang oder auch am Ende der Strecke erreicht werden.

Um die Vorgänge in den einzelnen Segmenten der Versuchsstrecke näher zu untersuchen und ein besseres Verständnis über die Entstehung der Schwingungen zu gewinnen, soll im Folgenden der Durchsatz 6,6 l/h mit 4 kW/m² noch detaillierter betrachtet werden, siehe Bild 6.21. Im oberen Teil von Bild 6.22 sind die Temperaturverläufe an den acht Temperaturmessstellen und im unteren Teil die Druckverläufe an den acht Druckmessstellen entlang der Ringspaltstrecke sowie der Abscheiderdruck über einen Zeitraum von 20 Minuten abgebildet.

Bei den Fluidtemperaturen im oberen Teil von Bild 6.21 fällt vor allem auf, dass diese ab dem dritten Segment ähnlich wie die Drücke ein Schwingungsverhalten aufweisen, wenn auch mit einem etwas anderen Verlauf als die gleichmäßigere Schwingung der Drücke. Der Anstieg und Abfall der Fluidtemperaturen ist in den beiden letzten Segmenten – zum Teil auch noch im sechsten – durch einen fast linearen Anstieg bis zum Maximum gekennzeichnet. Danach fallen die Temperaturen auf ähnliche Weise zum Minimum hin wieder ab. Die anderen Fluidtemperaturverläufe zeigen dagegen einen deutlich ungleichmäßigeren Verlauf, der sich allerdings kontinuierlich und gleich bleibend wiederholt.



Bild 6.21: oben: Zeitlicher Verlauf der acht entlang der Ringspaltstrecke gemessenen Fluidtemperaturen bei einem Durchsatz von 6,6 l/h, einer Heizleistung von 4 kW/m² und einem Pentangehalt von 27% in M1000k unten: Zeitlicher Druckverlauf der acht entlang der Ringspaltstrecke gemessenen Drücke einschließlich des Abscheiderdruckes
Im vierten Segment wird beispielsweise das Maximum nicht in einem "einzelnen Punkt" erreicht; vielmehr scheint es sich um einen ausgedehnten Zeitraum zu handeln, während dessen das Temperaturmaximum auf einem hohen Niveau annährend konstant bleibt. Weiterhin ist zu erkennen, dass die Temperaturamplituden bis zum vierten Segment größer werden, und ab dort zum Ende der Versuchsstrecke hin annährend konstant bleiben.

In den ersten beiden Segmenten ist keine (erstes Segment) bzw. nur eine sehr geringe Schwankung (zweites Segment) der Fluidtemperatur zu beobachten. Da in diesem Bereich ein hohes Druckniveau herrscht, wird die Sättigungstemperatur des Gemisches nicht bzw. nur teilweise erreicht⁹⁵. Dampf ist in der Strömung dementsprechend gar nicht bzw. nur in geringer Menge vorhanden (bei niedrigem Druck).

Die Drücke zeigen dagegen alle eine mehr oder weniger gleichmäßige Schwingung, ähnlich einer Sinusfunktion, d.h. die Phasen hohen Druckes (Zeitdauer in der ein Druck oberhalb des jeweiligen Mitteldrucks herrscht = Hochdruckphase) entsprechen in etwa den Phasen niedrigen Druckes (Zeitdauer in der ein Druck unterhalb des jeweiligen Mitteldrucks herrscht = Niederdruckphase). Ein etwas abweichendes Verhalten zeigt lediglich der Druckverlauf am Ende der Strecke, der durch eine ausgeprägte Niederdruckphase und nur eine kurze Hochdruckphase gekennzeichnet ist. Der Abscheiderdruck P_{ab} schwingt ebenfalls, allerdings nur um einen Betrag von +30 mbar und -15 mbar bei einem Mittelwert von 36 mbar.

Betrachtet man jeweils die beiden Diagramme für sich, ist vor allem bei der Fluidtemperatur zu erkennen, dass die Maxima und Minima entlang der Versuchsstrecke nicht zeitgleich auftreten. Es ist vielmehr eine Phasenverschiebung festzustellen, die kontinuierlich von unten nach oben zunimmt, d.h. das Temperaturmaximum bzw. Minimum wird im letzten Segment zuerst und im ersten Segment zuletzt erreicht. Bei den Druckverläufen ist ebenfalls ein zeitlicher Versatz zwischen den einzelnen Messstellen entlang der Strecke festzustellen, der allerdings zu den Fluidtemperaturen unterschiedlich ist. Zudem weisen auch die Temperaturen gegenüber den Drücken eine Phasenverschiebung auf, die sich entlang der Versuchsstrecke verändert. Dies wird vor allem beim Betrachten von Bild 6.22 deutlich. In den sechs Detaildarstellungen sind die Druck- und Temperaturverläufe in den Segmenten III bis VII so-

⁹⁵ Während des Experimentes war im ersten Segment nur in der Niederdruckphase leichte Blasenbildung zu erkennen; in der Hochdruckphase lag eine 1-phasige Strömung vor. Im zweiten Segment war in der Hochdruckphase ebenfalls keine Blasenbildung festzustellen, während in der Niederdruckphase Blasensieden zu beobachten war, siehe auch die noch folgende Diskussion.

wie den Messstellen am Ende der Versuchsstrecke für das jeweils gleiche Zeitintervall von 20 Minuten dargestellt. In den Diagrammen ist deutlich zu erkennen, dass die jeweiligen Druck- und Temperaturmaxima der drei Segmente III, IV, V jeweils zu fast identischen Zeitpunkten erreicht werden. Betrachtet man hingegen die Minima, ist eine sich verändernde Phasenverschiebung zwischen Druck- und Temperaturverlauf zu erkennen. Während im dritten Segment das Druck- vor dem Temperaturminimum erreicht wird, ist nach den gleichzeitigen Minima des vierten Segmentes im daran anschließenden fünften wieder eine Phasenverschiebung zu beobachten, diesmal allerdings mit dem Temperatur- vor dem Druckminimum. In den darauf folgenden Segmenten bleibt dieser Trend bis zum Streckenende erhalten. Das gleiche gilt auch für die Temperaturmaxima, die sich ab dem sechsten Segment ebenfalls zeitlich vor die Druckmaxima schieben. Am Ende der Strecke – der achten Messstelle – sind die Fluidtemperatur und der Druck schließlich so weit phasenverschoben, dass das Temperaturmaximum zeitgleich mit dem Druckminimum erreicht wird.

Um einen Überblick über die genaue zeitliche Abfolge der Maxima und Minima in den einzelnen Segmenten zu gewinnen, wurden die Druck- und Temperaturschwingungen in jedem Segment detailliert analysiert. Die Ergebnisse dieser Untersuchung sind in Tabelle 6.4 zu sehen. Neben den Messwerten und Zeiten für jeweils zwei aufeinander folgenden Druck- (P) und Temperaturmaxima bzw. Minima (T) und deren Amplituden, wurden sowohl die Zeiten zwischen Minimum/Maximum bzw. Maximum/Minimum, als auch die Zeiten zwischen den Maxima und Minima ermittelt. Zusätzlich sind für alle Messstellen der Strecke jeweils die über die Maxima und Minima der Temperaturen und Drücke ermittelten Schwingungsdauern (F) angegeben.

Betrachtet man zuerst die Druckamplituden fällt auf, dass diese entlang der Strecke unterschiedlich sind. Während die Amplitude kontinuierlich bis zum sechsten Segment ansteigt und dort das Maximum der gesamten Versuchsstrecke von 1,77 bar erreicht (lokal P_{max} - P_{min}), ist am Ende der Strecke nur noch eine Amplitude von 0,66 bar festzustellen. Bezieht man allerdings die Schwankungsbreite auf den jeweils im Segment herrschenden mittleren Druck, ist diese am Ende der Strecke deutlich am größten. Bildet man den zeitlichen Mittelwert der Maxima und Minima eines Segmentes, so beträgt dieser z.B. für Segment 6 ca. 2,2 bar. Bezieht man die Druckamplitude auf diesen Wert, so beträgt die Amplitude ca. 80% des mittleren Druckniveaus. Für die letzte Druckmessstelle ergibt sich ein Wert von ca. 170% bezogen auf das mittlere Druckniveau von 0,4 bar, für Segment 1 dagegen nur ca. 38%.



Bild 6.22: Zeitlicher Verlauf (20 min) der Fluidtemperaturen und Drücke der Messstellen Segment III bis VII sowie den Messstellen am Ende der Strecke (VIII), 6,6 l/h bei 4 kW/m² und 27%

Sea	P_{max}^{a}	$P_{min}^{\ a}$	t _{Pmax} b	t _{Pmin} b	F ^c	T _{max} ^a	T _{min} a	t _{Tmax} b	t _{Tmin} b	F ^c
eeg.	(bar)	(bar)	(min)	(min)	(min)	(°C)	(°C)	(min)	(min)	(min)
Ι	4,570	3,113	45,338	<u>47,286</u>	Δt_{Pmax} =					
	4,573	3,121	50,024	<u>52,100</u>	4,686	a a la via		, , ,		
	∆P: 1,455		$\Delta t_{min-max}$; 1,948	Δt_{Pmin} =	sem gennge remperaturschwankungen				
			$\Delta t_{max-mir}$: 2,738	4,814					
II	4,445	2,990	45,363	47,315	Δt_{Pmax} =	64,740	63,341	43,620	46,579	Δt_{Tmax} =
	4,448	2,997	50,021	52,142	4,658	64,651	63,308	48,150	51,350	4,530
		4 454	$\Delta t_{min-max}$; 1,952	Δt_{Pmin} =	AT. 1 971		$\Delta t_{min-max}$: 2,959	Δt_{Tmin} =
	∆P: 1,454		$\Delta t_{max-mir}$: 2,706	4,827	ΔΙ. <i>Ι,3</i> /Ι		∆t _{max-min} : <i>1,571</i>		4,771
III	4,196	2,667	45,360	47,329	Δt_{Pmax} =	79,710	74,305	45,370	47,900	Δt_{Tmax} =
	4,203	2,669	50,035	52,141	4,675	78,804	74,207	50,080	52,621	4,710
111	۸D·	1 520	$\Delta t_{min-max}$; 1,969	Δt_{Pmin} =	∆T: 5,001		$\Delta t_{min-max}$: 2,530	Δt_{Tmin} =
	ΔΓ.	1,552	$\Delta t_{max-mir}$: 2.706	4,812			$\Delta t_{max-mir}$: 2,180	4,721
IV	3,912	2,298	45,334	47,381	Δt_{Pmax} =	89,610	78,744	45,549	47,381	Δt_{Tmax} =
	3,921	2,295	50,101	52,220	4,767	89,585	79,383	50,631	52,381	5,082
	۸D· 16	1 620	$\Delta t_{min-max}$; 2.047	Δt_{Pmin} =	۸T· 10 534		$\Delta t_{min-max}$: 1,832	Δt_{Tmin} =
	Δr. 1,020		$\Delta t_{max-mir}$: 2.720	4,839	Δ1. 10,554		$\Delta t_{max-mir}$: 3,250	5,000
	3,610	1,878	<u>45,223</u>	47,415	Δt_{Pmax} =	92,810	84,860	45,371	47,107	$\Delta t_{\text{Tmax}}\text{=}$
V	3,643	1,886	50,020	52,232	4,797	93,156	84,939	50,100	51,960	4,729
v	AD: 1 745	$\Delta t_{min-max}$; 2,192	Δt_{Pmin} =	∆T: 8,084		$\Delta t_{min-max}$: 1,736	Δt_{Tmin} =	
	Δ Γ . 1,745		$\Delta t_{max-mir}$: 2.605			4,817	$\Delta t_{max-mir}$: 2,993	4,853
	3,062	1,307	45,252	47,615	Δt_{Pmax} =	98,370	90,190	44,668	46,955	$\Delta t_{\text{Tmax}}\text{=}$
VI	3,094	1,311	<u>49,999</u>	52,453	4,747	98,477	90,468	49,449	51,667	4,781
V I	AD: 1.760	$\Delta t_{min-max}$; 2,363	Δt_{Pmin} =	∆T: 8,095		$\Delta t_{min-max}$: 2,287	Δt_{Tmin} =	
	ΔF. 1,709		$\Delta t_{max-mir}$: 2.384			4,838	$\Delta t_{max-mir}$: 2,494	4,712
	2,003	0,660	45,639	47,794	Δt_{Pmax} =	107,110	96,528	44,518	46,693	$\Delta t_{\text{Tmax}}\text{=}$
VII	2,023	0,659	50,538	52,644	4,899	107,090	96,592	49,219	51,491	4,701
	AD: 1 354	$\Delta t_{min-max}$; 2,155	Δt_{Pmin} =	∆T: 10,540		$\Delta t_{min-max}$: 2,175	Δt_{Tmin} =	
	AL. 1,004		$\Delta t_{max-mir}$: 2.744			4,850	$\Delta t_{max-mir}$: 2,526	4,798
	0,704	0,059	45,778	48,980	Δt_{Pmax} =	113,530	102,190	<u>44,369</u>	<u>46,449</u>	Δt_{Tmax} =
VII	0,712	0,048	50,581	53,873	4,803	113,710	102,110	<u>49,171</u>	<u>51,378</u>	4,802
Ende		$\Delta t_{min-max}$; 3,202	Δt_{Pmin} =	∆T: 11,470		$\Delta t_{min-max}$: 2,080	Δt_{Tmin} =	
	AF. 0,000		$\Delta t_{max-min}$: 1.601			4.893	$\Delta t_{max-min}$: 2,722	4.929

Tabelle 6.4: Schwingungsdaten für M1000k mit 27% Pentan bei 6,6 l/h und 4 kW/m²

a: für die maximalen und minimalen Drücke und Temperaturen sind jeweils zwei aufeinander folgende Messwerte angegeben; ΔP und ΔT ist der aus beiden Werten berechnete Mittelwert

b: die jeweils zu den Druck- und Temperaturmaxima bzw. Minima ermittelten Zeiten sowie die daraus berechneten Zeitdifferenzen zwischen Maximum und Minimum bzw. umgekehrt

c: Schwingungsdauer zwischen den Maxima bzw. Minima

fette, unterstrichene Schrift: frühste Druck/Temperatur Maxima bzw. Minima; grau hervorgehobene Schrift: späteste Druck/Temperatur Maxima bzw. Minima

Bemerkenswert ist des Weiteren, dass das Druckminimum der letzten Messstelle fast das mittlere Druckniveau von 36 mbar im Abscheider erreicht, trotz der verbleibenden unbeheizten Rohrlänge von 600 mm zwischen dem Ende der Versuchsstrecke und dem Abscheider.

Bei der Analyse der Zeiten, an denen die Maxima und Minima erreicht werden, ist das frühste Erreichen des Druckmaximums im Bereich des fünften Segments festzustellen. Da das Maximum allerdings auch im sechsten Segment zu einem fast identischen Zeitpunkt erreicht wird – die Druckamplitude ist ebenfalls vergleichbar – kann dies bedeuten, dass das frühste Maximum mit der größten Druckamplitude zwischen den Druckmessstellen des fünften und sechsten Segment angesiedelt ist.

Hier ist auch die "gleichmäßigste" Druckschwingung der Versuchsstrecke zu finden, d.h. die zeitlichen Abstände zwischen Maximum & Minimum bzw. Minimum & Maximum sind mit 2,363 min bzw. 2,384 min im sechsten Segment annähernd identisch⁹⁶. Das im Vergleich dazu ungleichförmigste Schwingungsverhalten ist – ohne Berücksichtigung der letzten Druckmessstelle – im ersten Segment mit 1,948 min beziehungsweise 2,738 min zu finden. Im ersten Segment wird zudem das Druckminimum vor allen anderen Segmenten erreicht.

Ermittelt man mit den Ergebnissen der Druckauswertung die Schwingungsdauer im jeweiligen Segment, zeigen sich insgesamt nur kleine Abweichungen von maximal +0,1 min und -0,14 min zu dem bereits oben genannten Wert von 4,795 min (Referenzwert aus dem Vergleich der verschiedenen Durchsätze). Die dennoch vorhandenen Abweichungen können auf die relativ niedrige Zahl von ausgewerteten Messpunkten zurückgeführt werden. Bildet man mit diesen Werten hingegen einen Mittelwert aller Druckmessstellen von P1 bis P8, ist dieser mit 4,795 Minuten identisch zu der oben genannten Schwingungsdauer.

Betrachtet man nun die Fluidtemperaturen, ist im Gegensatz zu den Drücken im oberen Bereich der Versuchsstrecke eine deutlich niedrigere Schwingungsamplitude zu erkennen als in den mittleren und unteren Segmenten. Da die Strömung an der Temperaturmessstelle des ersten Versuchsstreckensegmentes auch während der Niedrigdruckphase einphasig blieb, konnten hier keine periodischen Temperaturschwankungen beobachtet werden (keine Daten in der Tabelle).

⁹⁶ Die zeitlichen Abstände wurden aus den in Tabelle 6.3 angegebenen Zeiten für die Druckmaxima und Minima ermittelt.

Des Weiteren konnten im zweiten Segment nur geringe Schwankungen von ±0,7 K festgestellt werden, die sich zudem nicht zur Untersuchung der zeitlichen Schwingungsparameter eignen. Diese Werte wurden daher in die Auswertung der frühsten und spätesten Maxima bzw. Minima nicht mit einbezogen (Werte kursiv dargestellt). Nach der Temperaturamplitude von 5 K im dritten Segment erreicht diese im vierten Segment einen Wert von ca. 10 K, die in den darauf folgenden Segmenten in etwa auf dem gleichen Niveau bleibt (Segment V: 8 K, VI: 8 K, VII: 10,5 K, Ende der Versuchsstrecke: 11,5 K).

Die Erklärung für die am Anfang der Strecke von Segment zu Segment ansteigende Temperaturamplitude kann in erster Linie auf die zunehmende Steigung der Dampfdruckkurve des Pentans zurückgeführt werden. Druckschwankungen auf einem hohen Druckniveau bewirken demnach deutlich kleinere Temperaturamplituden als Druckschwankungen auf einem niedrigeren Druckniveau⁹⁷.

Betrachtet man die Zeiten, zu denen die Temperaturmaxima und Minima erreicht werden, zeigt sich gegenüber den Drücken ein deutlich unterschiedliches Bild. Während das Druckmaximum zuerst im fünften und das Druckminimum zuerst im obersten Segment festgestellt werden kann, wird sowohl das Temperaturmaximum als auch das Minimum am Ende der Versuchsstrecke zuerst erreicht, d.h. sowohl das Druck- und Temperaturmaximum als auch die Minima weisen an dieser Messstelle die größte Phasenverschiebung auf. Die späteste Zeit für das Temperaturmaximum ist im vierten und für das Minimum im dritten Segment zu finden. Im vierten Segment ist zudem die Schwingung am ungleichmäßigsten. Während zwischen dem Minimum & Maximum der Fluidtemperatur lediglich 1,832 min vergehen, beträgt die Differenz zwischen dem Maximum & Minimum 3,250 min. Am gleichmäßigsten sind die zeitlichen Abstände im sechsten Segment mit 2,287 min bzw. 2,526 min.

Ermittelt man mit Hilfe der Temperaturauswertung die Schwingungsdauer, sind die Ergebnisse vergleichbar mit denen der Druckauswertung. Da die Temperaturverläufe im Vergleich zu den gleichmäßigeren Druckverläufen schwieriger auszuwerten sind, und zudem nur eine relativ kleine Stichprobe ausgewertet wurde, ergeben sich etwas größere Abweichungen zwischen den Werten der einzelnen Segmente. Der Mittelwert der Schwingungsdauer aus den Messstellen II bis VIII ist mit 4,794 Minuten allerdings wiederum fast identisch mit dem Ergebnis der Druckauswertung

⁹⁷ Dies gilt allerdings erst nach dem Erreichen der Sättigungstemperatur, d.h. der beschriebene Mechanismus wird erst durch die Bildung von Dampf ermöglicht.

Erklärungsansatz zur Schwingungsentstehung

Im Folgenden soll anhand der verschiedenen Einflussfaktoren auf den Ausdampfprozess und deren Zusammenwirken ein Erklärungsansatz erarbeitet werden. Von besonderer Bedeutung die Schwingungsentstehung sind dabei die unterschiedlichen Wärmeübergangsmechanismen, die entlang der Versuchsstrecke auftreten. Um ein besseres Verständnis der Vorgänge und Phänomene zu ermöglichen, soll zuvor noch einmal kurz auf die verschiedenen Wärmeübergangsmechanismen eingegangen werden, siehe hierzu detaillierter auch Kapitel 2.

Im ersten Abschnitt von Kapitel 2 wurden die Wärmeübergangsmechanismen in einem Rohr beschrieben, wie sie in der Regel beim Strömungssieden eines niedrigviskosen Fluids beobachtet werden können. Bei dem hier verwendeten hochviskosen Gemisch aus Silikonöl und Pentan kommen bis auf die letzten beiden Mechanismen der Sprühkühlung und der einphasigen, erzwungenen Konvektion an den Dampf die gleichen Wärmeübergangsmechanismen vor. Zusätzlich zu den üblichen Mechanismen ist teilweise noch die in dieser Ausprägung bei den niedrigviskosen Fluiden nicht bekannte Entspannungsverdampfung zu beobachten. Insbesondere bei Experimenten mit hohem Pentangehalt in Verbindung mit niedrigen Heizleistungen und hohen Durchsätzen konnte am Ende der Versuchsstrecke eine ausgeprägte Entspannungsverdampfung festgestellt werden. Der Grund hierfür liegt vor allem im starken Druckabfall zum Abscheider hin, der bei entsprechend hohem Restpentangehalt im Gemisch für eine Entspannungsverdampfung sorgt, die ihre Energie zum Teil aus der sensitiven Wärme des Versuchsstoffes bezieht, da die Energiezufuhr über die Heizwand hierfür nicht mehr ausreicht.

Der Hauptunterschied zum Strömungssieden niedrigviskoser Fluide ist vor allem der durch die hohe Viskosität bedingte Druckverlust entlang der Versuchstrecke. Während bei den niedrigviskosen Stoffen der Sättigungszustand aufgrund des niedrigen Druckverlustes annähernd konstant bleibt⁹⁸, setzt beim hochviskosen Fluid nach Erreichen des Sättigungszustandes durch den weiter abfallenden Druck eine starke Verdampfung ein, die im Extremfall zur oben beschriebenen Entspannungsverdampfung führen kann. Ein gegensätzlicher Effekt ist die mehr oder weniger kontinuierliche Verdampfung des Lösungsmittels, die zu einer Verarmung des Gemisches führt, und somit die Gleichgewichtstemperatur zu höheren Werten verschiebt. Dies hat

⁹⁸ Bei weitsiedenden, niedrigviskosen Gemischen findet eine Verschiebung des Sättigungszustandes zu höheren Temperaturen statt, da das Gemisch entlang des Siederohres kontinuierlich an leichtsiedender Komponente verarmt.

auch zur Folge, dass bei entsprechend hoher Heizleistung ein deutlicher Anstieg der Fluidtemperatur beobachtet werden kann, siehe beispielsweise die Auswertungen in den vorangegangenen Abschnitten dieses Kapitels.

Der jeweils dominierende Wärmeübergangsmechanismus wird daher nicht nur vom vorhandenen Strömungsdampfgehalt bestimmt⁹⁹, sondern vor allem vom vor Ort herrschenden Druckniveau und von der Konzentration des Lösungsmittels in der flüssigen Phase. Dies wird besonders deutlich, wenn man die Strömungsbilder bei unterschiedlichem lokalen Druck betrachtet. Bild 6.23 zeigt Standbilder einer Video-aufnahme des dritten Segmentes zu den Zeitpunkten des Druckmaximums (linke Seite) und Minimums (rechte Seite). Während der Hochdruckphase ist fast im gesamten Schauglas eine einphasige Flüssigkeitsströmung zu beobachten; lediglich im unteren Teil des Schauglases sind einige Mikroblasen und eine aktive Blasenkeimstelle zu erkennen. Der hier dominierende Wärmeübergangsmechanismus kann daher als einphasige erzwungene Konvektion angenommen werden.



Bild 6.23: Strömungsverhalten Druckverlauf während eines Schwingungsdurchgangs (dargestellter Zeitraum ca. 5 Minuten) im dritten Segment mit zwei Videostandbildern; links im Maximum mit Einzelblasen (a), rechts im Minimum mit einer Schaumströmung (b)

⁹⁹ Dies ist nach Erreichen des Sättigungszustandes bei niedrigviskosen Fluiden der Fall, siehe hierzu das zweite Kapitel.

Während der Niederdruckphase ist dagegen eine ausgeprägte Schaumströmung zu erkennen, die auf zweiphasiges konvektives Strömungssieden als dominierenden Wärmeübergangsmechanismus schließen lässt.

Zu einem ähnlichen Ergebnis kommt man, wenn man überschlägig den Sättigungszustand abhängig von der lokalen mittleren Fluidtemperatur und dem jeweils herrschenden Druckniveau bestimmt¹⁰⁰. Für das Druckmaximum wäre der Sättigungszustand demnach ab dem fünften Segment (ca. 130 cm vom Anfang der Strecke), für das Druckminimum dagegen bereits ab dem dritten Segment (ca. 60 cm) erreicht. Da das hier dargestellte Schauglas den Bereich von 70 cm bis 80 cm vom Begin der Strecke zeigt, ist in der Niedrigdruckphase in diesem Segment auch rechnerisch konvektives Strömungssieden möglich.

Die Schlussfolgerung hieraus ist, dass das lokale Druckniveau eine bestimmende Größe für den vor Ort dominierenden Wärmeübergangsmechanismus darstellt. Das lokale Druckniveau ist allerdings direkt abhängig vom Druckverlust, der sich insgesamt über der Versuchsstrecke einstellt. Dieser lässt sich wiederum mit der Viskosität des Fluids in Zusammenhang bringen, da eine hohe mittlere Viskosität einen hohen Druckverlust zu Folge hat und umgekehrt. Die Viskosität des Fluids ist zudem entlang der Versuchsstrecke nicht konstant, da sie selbst von zwei weiteren Einflussfaktoren abhängt: dem Lösungsmittelgehalt im Gemisch und der Fluidtemperatur.

Den entscheidenden Einfluss hat hier insbesondere der Pentananteil im Gemisch, da die Viskositätsunterschiede aufgrund der zu beobachtenden Temperaturanstiege und Schwankungen um Größenordnungen kleiner sind, als die, die durch unterschiedliche Lösungsmittelgehalte bedingt werden¹⁰¹. Die Menge an Pentan, die aus dem Gemisch verdampft wird, ist wiederum davon abhängig, an welcher Position in der Versuchsstrecke die jeweiligen Wärmeübergangsmechanismen auftreten und wie stark diese ausgeprägt sind. Es lässt sich daher zusammenfassen, dass Druckverlauf und Wärmeübergang voneinander abhängen.

Aus der Abhängigkeit des Druckverlustes von der Viskosität lassen sich wiederum Rückschlüsse über die während des Schwingungsprozesses verdampfte Menge an

¹⁰⁰ Die Berechnung erfolgt dabei auf gleiche Weise, wie in den vorangegangenen Abschnitten dieses Kapitels, siehe auch Abschnitt 6.1.

¹⁰¹ Dies wird vor allem bei den Druckverläufen von M1000k in den vorangegangenen Abschnitten deutlich, siehe z.B. Abschnitt 6.3.2, bei denen der Druckverlust pro Länge ($\Delta p/\Delta I$) in den unteren Segmenten trotz steigender Fluidtemperaturen aufgrund der Pentanverarmung der flüssigen Phase deutlich ansteigt.

Lösungsmittel ziehen. Da ein hoher Druckverlust durch eine hohe Viskosität bedingt wird, muss sich zu diesem Zeitpunkt ein Gemisch in der Versuchsstrecke befinden, welches nur noch wenig Pentan enthält. Umgekehrt muss bei einem niedrigen Druckverlust Gemisch mit relativ viel gelöstem Pentan vorhanden sein¹⁰². Dies lässt darauf schließen, dass die Menge an verdampfendem Lösungsmittel deutlichen Schwankungen unterliegt. Aufgrund des zeitlich konstanten Masseneintrags an Pentan in die Versuchsstrecke, muss es insbesondere während der Niedrigdruckphase einen starken Schlupf zwischen der Flüssigphase und der Dampfphase geben. Dies wird auch durch die sichtbaren Strömungsverhältnisse in den Schaugläsern bestätigt, da man insbesondere in der Phase niedrigen Druckes eine stark ausgeprägte Schaumströmung hoher Geschwindigkeit beobachten kann. Während dieser Phase der Schwingung wird aufgrund des niedrigen Druckes und des Schlupfes fast über die gesamte Länge der Versuchsstrecke Pentan verdampft, deutlich mehr als vom Anfang der Strecke her eingetragen wird. Aufgrund der begünstigten Entspannungsverdampfung ist zudem eine deutliche Abkühlung des Fluids zu beobachten, da der Energiebedarf der Verdampfung die über die Heizwand zugeführte Heizleistung in Teilen der Versuchsstrecke übersteigt. Die sensible Wärme des Fluids dient demnach zur weiteren Verdampfung von Lösungsmittel.

Dieser Prozess kann allerdings nur einige Zeit aufrecht gehalten werden, da das Gemisch kontinuierlich an Lösungsmittel verarmt. Nach dem Durchlaufen des Druckminimums nimmt die Fluidviskosität über den gesamten Bereich der Versuchsstrecke zu, in dem zuvor eine ausgeprägte Verdampfung stattgefunden hat bzw. zum Teil immer noch vorliegt. Da einerseits der Druck in der Versuchsstrecke ansteigt, andererseits weiterhin Pentan verdampft, steigt die Sättigungstemperatur des Fluids stark an. Aufgrund des abnehmenden Kühleffektes der Verdampfung und dem kontinuierlichen Einleiten von Energie über die Heizfläche, steigt dementsprechend auch die Fluidtemperatur je nach lokaler Position mehr oder weniger gleichzeitig mit dem Druck wieder an¹⁰³. Die Verdampfung wird im weiteren Verlauf immer weiter er-

¹⁰² Zusätzlich übt der Dampfgehalt in der 2-Phasenströmung einen Einfluss auf den Druckverlust aus. Da bei einem hohen Dampfanteil in der Strömung allerdings gleichzeitig ein niedriger Druckverlust zu beobachten ist und umgekehrt – zu erkennen an dem Strömungsverhalten in den Schaugläsern –, läuft dieser Einflussparameter anscheinend in Phase zur Viskositätsänderung der flüssigen Phase, die durch den Ausdampfprozess des Pentans bedingt ist.

¹⁰³ Da während der Niedrigdruckphase große Mengen an Pentan verdampft wurden, steht dieses während des Druckanstieges nicht oder nur noch sehr begrenzt zur Energieaufnahme zur Verfügung, weshalb ein Großteil der zugeführten Energie nicht mehr in latente Wärme sondern in sensible Wärme des Versuchsstoffes umgesetzt wird.

schwert, da der Druck weiter ansteigt und das Gemisch weiter verarmt, bis im Druckmaximum nur noch in den untersten Segmenten eine Verdampfung bei hohen Fluidtemperaturen möglich ist.

Während der Zeit des Druckanstiegs wurde allerdings von oben neues Gemisch mit hohem Lösungsmittelanteil nachgeliefert, dessen Pentan aufgrund des jetzt hohen Druckniveaus noch nicht verdampfen konnte. Aufgrund des Anstiegs der Fluidtemperatur und des Drucks in weiten Teilen der Versuchsstrecke, nähert sich das neue, "frische" Gemisch lokal immer mehr seinem Sättigungszustand, allerdings auf einem jeweils hohen Druckniveau. Im oberen Bereich der Versuchsstrecke, in dem keinerlei Blasenbildung zu erkennen ist, kann sich sogar eine – für die Blasenbildung noch nicht ausreichende – Überhitzung des Gemisches aufbauen. Gleichzeitig wandert das "alte", stark verarmte Gemisch hoher Viskosität in der Versuchsstrecke immer weiter nach unten und wird durch das "frische" Gemisch niedriger Viskosität (hoher Lösungsmittelanteil) ersetzt¹⁰⁴. Das Druckniveau fällt dementsprechend in dem Maße ab, in dem das hochviskose Gemisch ausgeschoben wird.

Erreicht das nach unten wandernde "frische" Gemisch schließlich ein niedrigeres Druckniveau, hätte dies eine Überhitzung zur Folge, die allerdings durch eine sich verstärkende Verdampfung abgebaut wird. Da gleichzeitig Gemisch mit hohem Lösungsmittelanteil – mit dementsprechend niedriger Viskosität – nachgeliefert wird, fällt der Druck in diesem Zeitraum zusammen mit der Fluidtemperatur kontinuierlich ab, wodurch sich insbesondere die Entspannungsverdampfung ausbreiten kann. Dieser Vorgang hält so lange an, bis das Druckminimum mit der höchsten Verdampfungsrate erreicht wird, das Gemisch veramt und der oben beschriebene Prozess mit zunehmender Viskosität in den letzten Segmenten der Strecke von vorne beginnt.

Der Punkt, an dem im "frischen" Gemisch eine verstärkte Pentanverdampfung einsetzt, kann aufgrund der vorangegangenen Detailauswertung zwischen dem fünften & sechsten Segmentes angenommen werden. Hierfür lassen sich mehrere Indizien finden. Neben dem frühsten Druckabfall aller Segmente – das Druckmaximum wird in diesem Bereich zuerst erreicht –, ist zwischen den beiden Segmenten auch der

¹⁰⁴ Dies lässt sich auch an der Phasenverschiebung der Druckverläufe in den verschiedenen Segmenten wieder finden: da das "neue", an Pentan reiche Gemisch mit niedriger Viskosität von oben nach unten wandert, wird das Druckminimum zuerst im obersten Segment erreicht; das Druckmaximum wird zuerst im fünften/sechsten Segment erreicht, mit einer leichten Phasenverschiebung der oberen Segmente (Rückstau!) und einer größeren Phasenverschiebung der nachfolgenden Segmente, da das zu diesem Zeitpunkt schon relativ hoch entgaste Fluid hoher Viskosität eine bestimmte Zeit benötigt, bis es von dort zum Ende der Strecke geströmt ist.

Punkt der Versuchsstrecke zu finden, in dem Temperatur- und Druckschwingung (im Maximum) in Phase sind, siehe Bild 6.22, Segment V und VI. Es ist daher davon auszugehen, dass die verstärkte Verdampfung sich in der Hochdruckphase von hier aus nach oben ausbreitet.

Bestätigt wird dies auch bei der Analyse der Videoaufnahmen. Während im sechsten Segment auch in der Hochdruckphase eine ausgeprägte Verdampfung zu erkennen war, konnte im fünften und den darüber liegenden Segmenten nur eine leichte Blasenbildung an der Heizwandoberfläche beobachtet werden. Betrachtet man zusätzlich den Punkt, an dem in der Hochdruckphase der berechnete "theoretische" Sättigungszustand des Fluids erreicht wird, so liegt dieser, wie oben bereits erwähnt wurde, mit ca. 130 cm vom Anfang der Versuchsstrecke ebenfalls im Bereich des fünften Segmentes. D.h. spätestens ab hier nähert sich das Gemisch bedingt durch die Erwärmung in der Hochdruckphase seinem Sättigungszustand, wodurch unmittelbar nach dem Druckabfall eine sich nach oben ausbreitende Entspannungsverdampfung ausgelöst wird.

Aufgrund dieser Zusammenhänge ist es denkbar, die Entstehung der Schwingungen zu verhindern, bzw. die Größe der Amplitude deutlich zu verringern. Während einer unplanmäßigen Unterbrechung des Messbetriebs mit relativ langer Stillstandszeit der Versuchsanlage wurde der noch im Vorratsbehälter vorhandene Versuchsstoff mit Stickstoff gesättigt. In den darauf folgenden Experimenten, bei denen dieser Versuchsstoff zur weiteren Untersuchung der Schwingungsvorgänge verwendet wurde, konnten die zuvor stets vorhandenen Schwingungen nicht, bzw. nur noch sehr schwach festgestellt werden. Auch eine Fremderregung durch das mehrmalige Erhöhen des Abscheiderdruckes (siehe auch oben) konnte keine stabile Schwingung erzeugen. Ein Beispiel hierfür zeigt Bild 6.24 mit den Druckverläufen im ersten Segment sowie am Ende der Versuchsstrecke. Die Einstellungen waren hier wiederum 6,6 l/h bei 4 kW/m², ein Betriebspunkt also, bei dem eigentlich eine stabile Schwingung zu erwarten gewesen wäre.

Die Erklärung hierfür wird in dem Stickstoff gesehen, der zuvor im Versuchsstoffgemisch gelöst wurde. Da die Stickstofflöslichkeit mit der Erhöhung der Fluidtemperatur deutlich abnimmt, gast dieser aufgrund seines hohen Partialdruckes wesentlicher schneller aus dem Gemisch aus als das Pentan. Die so entstehenden Gasblasen stellen nicht nur Keimstellen in der Flüssigkeit dar, in die Lösungsmittel verdampfen kann, sondern sie erleichtern auch die Blasenbildung an der Rohroberfläche. Dieses Verhalten ist auch vom Blasensieden in überfluteten Verdampfern bekannt, bei dem die Überhitzung der Heizfläche gegenüber der Flüssigkeit im Sättigungszustand deutlich kleiner ist, solange Inertgase in der Flüssigkeit gelöst sind. Im Fall dieses Stoffsystems verhindert der ausgasende Stickstoff den Aufbau einer großen Flüssigkeitsüberhitzung sowohl an der Heizwand als auch in der restlichen Flüssigkeit, wodurch ein wichtiger Einflussfaktor für die Schwingungsentstehung unterdrückt wird. Da jetzt im einphasigen Bereich der Versuchsstrecke keine nennenswerte Überhitzung mehr entstehen kann, die zuvor durch eine weit ausgedehnte Entspannungsverdampfung abgebaut wurde, verläuft die Verdampfung wesentlich gleichmäßiger. Dies wird auch durch die Beobachtung der Strömungsverhältnisse in den Schaugläsern bestätigt, die keine nennenswerten Schwankungen erkennen ließen. Ob dieser Zusammenhang auch für andere Messzustände zutrifft, soll in Zukunft noch weiter untersucht werden.



 Bild 6.24: Schwingungsverhalten des Drucks im ersten Segment sowie am Ende der Versuchsstrecke nach der Fremderregung durch eine Anhebung des Abscheiderdruckes und anschließendem schnellen Absenken, 6,6 l/h, 4 kW/m², 27% Pentan, M1000k mit Stickstoff gesättigt

6.5 Ergebnisse der neuen Fluidtemperatur - Messtechnik

Im Laufe des Projektes stellte sich heraus, dass sowohl die Messgenauigkeit als auch die örtliche Auflösung der einfachen Fluidtemperaturmessung nicht ausreichend ist, um ein detailliertes Wärmeübergangsmodell befriedigender Genauigkeit zu entwickeln. Dies wurde insbesondere bei einem Vergleich von den "theoretisch zu erwartenden" Fluidtemperaturen mit experimentellen Messwerten im einphasigen Bereich der Versuchsstrecke deutlich¹⁰⁵. Die "theoretischen" Fluidtemperaturen wurden dabei mit Hilfe einer Energiebilanz bestimmt, bei der über den Gemischmassenstrom und die in den jeweiligen Abschnitten eingebrachte elektrische Heizleistung eine mittlere lokale Fluidtemperatur nach Gleichung 6.14 berechnet wird:

$$T_{\text{Fluid},\text{Seg.}(Z)} = \frac{\dot{Q}_{\text{Seg.}(Z)}}{\dot{m}_{\text{Fluid}} \cdot c_{\text{P,Fluid}}} - T_{\text{Fluid},\text{Seg.}(Z-1)}$$
(6.14)

Hierbei zeigte sich, dass die über die Energiebilanz gewonnenen Werte ausnahmslos höher waren als die real gemessenen.

Die Erklärung hierfür konnte in der Annahme eines stark ausgeprägten radialen Temperaturprofils über den Ringspalt gefunden werden. Bereits zu Anfang des Projektes wurde die Existenz eines Temperaturprofils vor allem im einphasigen Bereich angenommen, allerdings in wesentlich schwächerer Ausprägung und mit näherungsweise linearem Temperaturverlauf. Es wurden daher keine bzw. vernachlässigbare Auswirkungen für die mittlere Fluidtemperatur erwartet.

Als besonders problematisch erwies sich bei der radialen Temperaturmessung insbesondere die Einbaulage und Dimensionierung der Fluidthermoelemente. Bedingt durch die radiale Anordnung im Ringspalt durchläuft die Messspitze des Thermoelementes je nach eingestellten Versuchsbedingungen ein mehr oder weniger stark ausgeprägtes Temperaturfeld. Da einerseits der Bereich eines 0,5 mm Thermoelementes, der für die eigentliche Temperaturmessung relevant ist, eine räumliche Ausdehnung von ca. 3,5 - 5 mm (7 - 10 Außendurchmesser, Thermocoax Produktprospekt [53]) hat, und andererseits die Wärmeleitfähigkeit des Thermoelementes (Edelstahlmantel) deutlich besser ist als die des Versuchsstoffgemisches, wirkt sich das Temperaturfeld direkt auf den Messwert aus. Es ist davon auszugehen, dass Wärme

¹⁰⁵ Im zweiphasigen Bereich lässt sich bis zum jetzigen Zeitpunkt noch keine verlässliche Bilanzrechnung aufstellen, da hierfür jeweils die lokal verdampfte Pentanmenge bekannt sein müsste; diese hängt in der Rechnung allerdings von der jeweils gemessenen Fluidtemperatur ab.

von der deutlich wärmeren Thermoelementspitze über den Mantel in den kälteren Außenbereich des Ringspaltes abgeleitet wird, mit der Folge, dass eine zu niedrige Temperatur gemessen wird. Da mit der in Abschnitt 4.1.2 beschriebenen Messtechnik außer der Wandtemperatur des Innenrohrs keine weitere Information über das tatsächliche Temperaturprofil im Ringspalt verfügbar ist, kann zudem über die Höhe der eigentlichen Messunsicherheit keine Aussage getroffen werden.

Um dieses Manko zu überwinden, wurde eine Messanordnung von Thermoelementen entwickelt, die es ermöglicht, die Fluidtemperatur in jedem Segment der Ringspaltversuchsstrecke an drei Positionen radial über den Ringspalt verteilt zu messen. Da die verschiedenen Varianten des Dreifachsensors bereits in Abschnitt 4.1.3. ausführlich beschrieben wurden, wird auf deren konstruktive Details hier nicht weiter eingegangen. Im Folgenden sollen vielmehr die Versuchsergebnisse einiger der mit der neuen dreifachen Fluidtemperaturmesstechnik durchgeführten Experimente vorgestellt, und mit "alten" Messdaten mit einfacher Fluidmesstechnik verglichen werden.

Die in diesem Abschnitt präsentierten Versuchsergebnisse beruhen dabei ausschließlich auf Experimenten, die mit der ersten Variante des Dreifachsensors, siehe Abschnitt 4.1.3, durchgeführt wurden. Versuchsergebnisse mit der dritten Sensorvariante – der Ausführung ohne Halteblech – sind bisher nur für die Messstelle im vierten Segment verfügbar. Aufgrund der Prüfstandsergebnisse ist bei dieser Variante mit einer vernachlässigbaren Messunsicherheit zu rechnen. Für die hier geschilderten Messungen mit Dreifachsensoren vom Typ I muss von einer Unsicherheit von maximal ±2 K ausgegangen werden.

Bei den "alten" Messdaten handelt es sich um Experimente, die mit der ursprünglichen Fluidtemperaturmessung mit einem radial angeordneten 0,5 mm Thermoelement durchgeführt wurden, also um ca. 98% aller bisher verfügbaren Messdaten. Die Fluidtemperaturen der Experimente in den vorangegangenen Abschnitten dieses Kapitels wurden alle mit der alten 0,5 mm Messtechnik gewonnen. Mit der dreifachen Fluidtemperaturmesstechnik stehen zum jetzigen Zeitpunkt ausschließlich Experimente mit M1000k und 27% Pentananteil zur Verfügung. Neben den Durchsätzen 3, 4,4, 6,6, 10 und 15 l/h mit jeweils gleicher spezifischer Energiedichte von 20 MJ/m³ wurden noch die beiden Heizleistungen 4 und 6 kW/m² bei einem Durchsatz von 15 l/h gefahren.

Für den Durchsatz 15 l/h bei einer Heizleistung von 9 kW/m² ist in Bild 6.25 der Fluidtemperaturverlauf entlang der Ringspaltstrecke zu sehen. Neben den Fluidtemperaturen mit dreifacher Messung und dem daraus (linear) berechneten Mittelwert¹⁰⁶ sind in diesem Diagramm auch die Messwerte eines früheren Experimentes mit einfacher Fluidtemperaturmessung (Thermoelement mit 0,5 mm Durchmesser) dargestellt. Die Messpositionen der Thermoelemente im Ringspalt sind jeweils 1 mm für Position 1 (Abkürzung P.1), 2,5 mm für Position 2 (= P.2) und 4 mm für Position 3 (= P.3) von der Innenrohrwand entfernt, Details siehe Abschnitt 4.1.3. Position 2 in der Mitte des Ringspaltes würde demnach der Position der alten Fluidtemperaturmessung mit einem 0,5 mm Thermoelement entsprechen.

Beim Betrachten von Bild 6.25 fällt auf, dass insbesondere im mittleren Bereich der Versuchsstrecke die Differenz zwischen der heizwandnahen Position 1 und den beiden anderen Messstellen besonders groß ist. Während die Temperaturdifferenzen am Anfang der Strecke jeweils ca. 13 K zwischen Position 1 und den beiden äußeren



Bild 6.25: Temperaturmesswerte des Dreifachsensors (Variante I) sowie des einfachen Thermoelements (0,5 mm), 15 l/h mit 9 kW/m², M1000k mit 27% Pentan; zusätzlich ist der linear berechnete Mittelwert der drei Thermoelemente angegeben mit MW = (Pos.1+2+3)/3

¹⁰⁶ Der Mittelwert wurde auf einfache Weise durch die Addition aller drei Werte und anschließender Division durch 3 berechnet: (T(Pos1) + T(Pos2) + T(Pos3)) / 3 = Mittelwert. Detaillierte Berechnungen unter Berücksichtigung des Strömungsprofils und temperaturabhängiger Viskositäten haben gezeigt, dass die adiabate Mischtemperatur nur geringfügig von diesem einfachen Mittelwert abweicht.

Positionen 2 und 3 – P.2 und P.3 liefern im ersten Segment noch annähernd gleiche Temperaturwerte – betragen, erreichen diese im vierten Segment 35 K für P.2 bzw. 45 K für P. 3. Ab hier nehmen die Temperaturdifferenzen zwischen den drei Positionen wieder ab und erreichen an der letzten Messstelle der Versuchsstrecke nur noch 5 K (P.1 zu P.2) bzw. 9 K (P.1 zu P.3).

Das ausgeprägte Temperaturprofil im vierten Segment, in dem bereits eine starke Blasenbildung festgestellt wurde, widerspricht der früheren "Theorie", dass ein ausgeprägtes radiales Temperaturprofil vor allem auf den einphasigen Bereich der Versuchsstrecke beschränkt sei. Für die zweiphasige Strömung wurde angenommen, dass das Temperaturprofil wesentlich schwächer ausgebildet wäre, da durch die Pentandampfblasen ein intensiver Stoffaustausch und somit auch Wärmetransport radial über den Ringspalt stattfinden würde¹⁰⁷. Die Ergebnisse zeigen jedoch, dass die Dampfblasen in der Strömung für den radialen Wärmetransport keine oder nur eine sehr untergeordnete Rolle spielen.

Vergleich man nun die Fluidtemperaturen der neuen Messtechnik mit denen der "alten", einfachen 0,5 mm Sensoren, werden die weiter oben geschilderten Zusammenhänge besonders deutlich. Zwischen dem zweiten und fünften Segment liegen die Messwerte der 0,5 mm Thermoelemente deutlich unterhalb der mittleren Messposition (Position 2). Die "alten" Messwerte liegen in diesem Bereich sogar deutlich näher an den Werten der äußersten, dritten Messposition¹⁰⁸. Lediglich am Anfang der Strecke und in den letzten drei Messstellen stimmen die Temperaturen des mittleren 0,25 mm Thermoelementes mit der alten 0,5 mm Messtechnik überein. Betrachtet man den einfach berechneten Mittelwert aus den drei Messstellen, sind die Abweichungen zu den Messwerten der 0,5 mm Thermoelemente noch größer¹⁰⁹.

Würde man den lokalen Dampfanteil mit Hilfe der alten Fluidtemperaturmesstechnik über eine Energiebilanz berechnen¹¹⁰, wäre dieser deutlich zu groß, da ein Großteil

¹⁰⁷ In den Bereichen einer zweiphasigen Strömung wurde davon ausgegangen, dass sich das im einphasigen Abschnitt entstandene radiale Temperaturprofil sehr schnell abbaut und nur noch in der heizwandnahen Randschicht ein merklicher Temperaturgradient vorliegt.

¹⁰⁸ Im 3. Segment beträgt die Abweichung zu P.2 z.B. 13 K (Maximalwert), zu P.3 dagegen nur 3 K.

¹⁰⁹ Für eine genaue Berechnung im einphasigen Bereich müssten das temperaturabhängige Geschwindigkeitsprofil und im zweiphasigen Bereich noch zusätzlich der Dampfanteil und die Phasenverteilung berücksichtigt werden. Die tatsächliche adiabate Mischtemperatur ist im einphasigen Bereich etwas höher, da das Geschwindigkeitsprofil durch das Temperaturprofil beeinflusst wird.

¹¹⁰ Die tatsächliche Mitteltemperatur des Fluids ist wesentlich höher als die Messwerte der 0,5 mm Thermoelemente, wodurch deutlich weniger Energie für das Verdampfen von Pentan zur Verfügung steht, als mit den alten Messwerten angenommen werden konnte.

der sensiblen Wärme des Versuchsstoffgemisches nicht berücksichtigt worden wäre. Allerdings wurden bei dem hier diskutierten Betriebspunkt mit 15 l/h und 9 kW/m² Heizleistung die größten Abweichungen zur einfachen Fluidtemperaturmessung festgestellt werden. Zu niedrigeren Durchsätzen hin ist sowohl zwischen den drei Messstellen als auch zwischen den alten und neuen Messwerten eine deutliche Verringerung der Temperaturdifferenzen zu erkennen.

Ein Beispiel hierfür zeigt Bild 6.26. Wie schon in Bild 6.25 sind hier die Fluidtemperaturverläufe entlang der Versuchstrecke für die Messstellen des Dreifachsensors, deren Mittelwert sowie der alten Messtechnik abgebildet, allerdings für einen deutlich niedrigeren Durchsatz von 4,4 l/h bei 2,7 kW/m² Heizleistung, d.h. einer spezifisch gleichen Heizleistung wie bei 15 l/h und 9 kW/m². Am Anfang der Strecke ist die Differenz mit 11 K (P.1 zu P.2) bzw. 12 K (P.1 zu P.3) zwischen den einzelnen Messstellen in etwa vergleichbar zu dem größeren Durchsatz. Während bei 15 l/h allerdings die Differenzen zwischen den unterschiedlichen Positionen bis zum vierten



Bild 6.26: Temperaturmesswerte des Dreifachsensors (Variante I) sowie des einfachen Thermoelements (0,5 mm), 4,4 l/h mit 2,7 kW/m², M1000k mit 27% Pentan; zusätzlich ist der linear berechnete Mittelwert der drei Thermoelemente angegeben mit MW = (Pos.1+2+3)/3

Segment anwachsen, verändern sich die Differenzen bei 4,4 l/h deutlich weniger stark (viertes Segment: 13 K bzw. 17 K). Danach ist ein Abfall der Differenzen auf 9 K bzw. 11 K festzustellen, die bis zum Ende der Versuchsstrecke annähernd konstant bleiben. An der letzten Messstelle betragen die Abweichungen nur noch wenige Kelvin (2 K bzw. 4 K).

Vergleicht man nun die Messdaten der unterschiedlichen Sensoren miteinander, liegen die Werte der alten Messtechnik auch hier wie schon bei 15 l/h zwischen dem zweiten und fünften Segment unterhalb der mittleren Position 2, in den Segmenten II und III sind sie annähernd mit der dritten Messposition identisch. Allerdings sind die absoluten Abweichungen deutlich kleiner geworden. Während bei 15 l/h im dritten Segment noch eine maximale Abweichung von 13 K zur mittleren Messposition zu beobachten war, beträgt die maximale Abweichung – jetzt im zweiten Segment – nur noch 5 K. Dementsprechend wären die zu erwartenden Fehler einer Energiebilanzrechnung bei diesem Betriebspunkt deutlich geringer als bei dem vorangegangenen Experiment mit 15 l/h.

Überraschend ist das Verhalten an den letzten drei Messstellen. In diesem Bereich sind die alten Temperaturmesswerte annähernd identisch mit den Mittelwerten der Dreifachmessung, d.h. die Fluidtemperaturen der Positionen 2 und 3 liegen unterhalb der 0,5 mm Messwerte. Da die Differenzen aber nur gering sind – die Messwerte der zweiten und dritten Position weichen nur um ca. 3 bis 5 K von den alten Werten ab, mit abnehmender Tendenz zum Ende der Versuchstrecke hin –, können die Differenzen aller Wahrscheinlichkeit nach mit leicht unterschiedlichen Pentankonzentrationen erklärt werden. Während das Gemisch bei der neuen Messtechnik eine Konzentration von ca. 26% Pentan besaß, konnte für die Messung mit alter Messtechnik lediglich eine Konzentration von 24% festgestellt werden. Dementsprechend sind bei dem Experiment mit niedrigerem Pentananteil insbesondere im unteren Abschnitt der Versuchsstrecke höhere Fluidtemperaturen zu erwarten, da hier weniger Energie in latente Wärme umgewandelt werden kann, als bei der höheren Pentankonzentration.

Generell lässt sich für die Fluidtemperaturmesstechnik festhalten, dass die zu beobachtenden Unterschiede zwischen alter und neuer Messtechnik einer "Gesetzmäßigkeit" folgen. Da eine große Zahl von Messwerten mit der alten Fluidtemperaturmesstechnik generiert wurde, und das Nachfahren aller Experimente einen unverhältnismäßig großen Aufwand darstellen würde, soll versucht werden, diese "Gesetzmäßigkeit" genauer zu formulieren. Ermöglicht werden soll dies durch einen systematischen Vergleich weiterer Experimente mit jeweils alter und neuer Fluidtemperaturmesstechnik.

Abschließend soll noch ein Beispiel für die Durchsatzabhängigkeit des radialen Temperaturprofils gegeben werden. In den vier Diagrammen von Bild 6.27 sind jeweils die Fluidtemperaturen der drei Messpositionen sowie des linear berechneten Mittelwerts für die Durchsätze 3, 4,4, 6,6, 10 und 15 l/h mit der jeweils gleichen spezifischen Energiedichte von 20 MJ/m³ zu sehen. Die Messwerte bei 4,4 und 15 l/h sind dabei identisch mit den beiden zuvor behandelten Experimenten.



Bild 6.27: Fluidtemperaturen des Dreifachsensors mit Mittelwerten für fünf unterschiedliche Durchsätze von 4,4 l/h bis 15 l/h mit jeweils gleicher spezifischer Energiedichte von 20 MJ/m³

Es ist deutlich zu erkennen, dass die Fluidtemperatur an Position 1 mit zunehmendem Durchsatz deutlich ansteigt, während außen am Rohr an Position 3 nur relativ kleine Veränderungen zu beobachten sind. Bemerkenswert ist insbesondere die Temperaturdifferenz zwischen dem niedrigsten und größten Durchsatz an der ersten Position im vierten Segment, die hier einen Wert von ca. 43 K annimmt, trotz der bei beiden Durchsätzen spezifisch gleichen Heizleistung.

Wie in den vorangegangenen Abschnitten bereits erläutert wurde, hängt das Druckniveau in der Versuchsstrecke direkt vom jeweils eingestellten Durchsatz ab. Dies führt wiederum auf die Abhängigkeit des Wärmeübergangs vom Druckniveau, da die Verdampfung bei niedrigen Drücken wesentlich erleichtert wird. Dieser grundsätzlich bekannte Zusammenhang lässt sich mit der dreifachen Fluidtemperatur-Messtechnik direkt zeigen.

7. Zusammenfassung

Im Rahmen der hier vorliegenden Arbeit wurde eine neuartige Versuchsanlage zur grundlegenden Untersuchung des Wärmeübergangs und des Druckverlustes beim Strömungssieden hochviskoser Fluide entwickelt, aufgebaut und deren Funktionstüchtigkeit nachgewiesen. Des Weiteren wurde damit begonnen, mit Hilfe dieser Versuchsanlage eine experimentelle Datenbasis zu schaffen, die für die Modellierung neuer Korrelationen für den Wärmeübergang und des Druckverlustes hochviskoser 2-Phasenströmungen unverzichtbar ist. Ein Teil der durchgeführten Experimente wurde exemplarisch ausgewertet, um die systematischen Zusammenhänge verschiedener Prozessparameter aufzuzeigen und zu diskutieren.

Das in dieser Arbeit verwendete Versuchsstoffsystem bestand aus einem hochviskosen Silikonöl – drei unterschiedliche Grundviskositäten mit 10 Pa·s, 100 Pa·s und 1000 Pa·s wurden verwendet – und dem leichtflüchtigen n-Pentan, einem Kohlenwasserstoff aus der Reihe der n-Alkane. Im Gegensatz zu herkömmlichen Polymeren hat Silikonöl vor allem die Vorteile, dass es einerseits chemisch stabil ist – d.h. die Experimente sind unabhängig von der "Versuchshistorie" des Polymers, wodurch es mehrere Male wieder verwendet werden kann – und andererseits wesentlich leichter zu handhaben ist, da es bei Umgebungstemperatur in flüssiger Form vorliegt.

Bei der Auslegung und Konstruktion der Versuchsanlage wurde vor allem auf eine möglichst große Flexibilität hinsichtlich der einzustellenden Versuchsbedingungen geachtet. Mit der jetzt zur Verfügung stehenden Anlage ist es möglich, die wichtigen Prozessparameter wie Gemischdurchsatz, Wärmestromdichte bzw. Heizwandtemperatur, Druckniveau, Lösungsmittelkonzentration und Grundölviskosität in einem weiten Bereich zu variieren.

Als Besonderheit der Versuchsanlage ist dabei vor allem die Ringspaltversuchsstrecke zu nennen. Mit dieser neuartigen Versuchsstreckenkonstruktion ist es möglich, auch die Strömungsverhältnisse in weiten Bereichen der Versuchsstrecke zu beobachten. Hierfür spielt insbesondere die Klimakammer eine wichtige Rolle, da durch das flexibel einstellbare Lufttemperaturprofil ein für die Aufstellung von Energiebilanzen notwendiger annähernd adiabater Betrieb der Versuchsstrecke gewährleistet wird und sich die Experimente sehr gut reproduzieren lassen. Des Weiteren erlaubt die Ringspaltversuchsstrecke die Simulation kürzerer Siederohre, da die beheizte Rohrlänge durch das Ausschalten einiger der insgesamt sieben Segmente verkürzt werden kann. Zudem steht in der Anlage eine zweite Versuchsstrecke zur Verfügung, die es erlaubt, Messergebnisse für die Ringspaltgeometrie direkt mit einer in der Praxis häufig verwendeten Siederohrgeometrie zu vergleichen und zu verifizieren. Nach den bisherigen Untersuchungen zeigen Fluidtemperatur- und Druckmesswerte für beide Geometrien eine gute Übereinstimmung.

Durch den Einsatz von hochtemperaturfesten Miniaturdruckaufnehmern gelang es, den Druck entlang der Versuchsstrecken direkt an der Strömung und mit einer hohen zeitlichen Auflösung zu messen. Obwohl die Messgenauigkeit der verwendeten Sensoren durch die erschwerten Einsatzbedingungen eingeschränkt ist, konnte durch eine aufwendige temperaturabhängige Grundkalibrierung und eine nach jedem Messtag zusätzlich durchgeführte Nachkalibrierung eine maximale Messunsicherheit von nur ±27 mbar erreicht werden.

Im Bereich der Fluidtemperaturmessung wurden im Laufe des Projektes große Fortschritte erzielt. Während zu Anfang noch 2 mm Thermoelemente mit einer sehr großen Messunsicherheit Verwendung fanden, konnten durch die für den Großteil der Experimente verwendeten 0,5 mm Thermoelemente bereits wesentlich zuverlässigere Messwerte gewonnen werden. Den letzten Stand stellt die dreifache Temperaturmessung mit 0,25 mm Thermoelementen dar, die in zwei unterschiedlichen Varianten in der Ringspaltversuchsstrecke zur Anwendung kam, und jetzt auf die neuste, dritte Variante umgerüstet wurde. Trotz der sehr beengten Platzverhältnisse im Ringspalt ist es mit der letzten Variante gelungen, in Strömungsrichtung eine freie Länge entsprechend dem zwanzigfachen des Thermoelementdurchmessers zu realisieren (5 mm/0,25 mm an Position 1). Hierdurch ist es erstmals möglich, das Temperaturprofil einer hochviskosen 2-Phasenströmung in einem Ringspaltquerschnitt sowohl radial als auch axial entlang der Versuchsstrecke genau zu vermessen.

Insbesondere aufgrund der oben genannten Vorteile der Versuchsstreckenkonstruktion, der neuen dreifachen Fluidtemperatur-Messtechnik und der Möglichkeit, die Ringspaltmessergebnisse durch eine Vergleichsstrecke zu verifizieren, kann mit Hilfe dieser Versuchsanlage eine detaillierte und verlässliche Datenbasis zur Entwicklung neuer Wärmeübergangs- und Druckverlustkorrelationen für hochviskose 2-Phasenströmungen geschaffen werden.

193

Im Rahmen dieser Arbeit wurden mit der Ringspaltversuchsstrecke 101 verschiedene Betriebspunkte angefahren, wovon 92 Betriebspunkte erfolgreich vermessen werden konnten. Die restlichen 9 Betriebspunkte ließen sich aufgrund der technischen Grenzen der Anlage nicht erfolgreich abschließen.

Da das Öl mit der niedrigsten Viskosität, M10k, nur während der Inbetriebnahme der Versuchsanlage Verwendung fand, wurden hiermit lediglich 15 Betriebspunkte angefahren. Diese Betriebspunkte decken den folgenden Parameterbereich ab: Pentankonzentration 12%, 18% und 27%, Wärmestromdichten "0", 4, 6 und 9 kW/m² bei einem Volumenstrom von jeweils 15 l/h.

Für das Öl mittlerer Viskosität, M100k, liegen Daten für 25 verschiedene Betriebspunkte vor. Bei den drei von M10k bekannten Konzentrationen wurden hier drei Durchsätze mit 6,6, 10 und 15 l/h bei den Wärmestromdichten "0", 4, 6 und 9 kW/m² sowie den Heizwandtemperaturen 95°C, 120°C und 150°C eingestellt.

Der Schwerpunkt der Untersuchungen lag auf dem Silikonöl mit der höchsten Viskosität, M1000k. Insgesamt wurden 97 Experimente durchgeführt, wovon 61 unterschiedliche Betriebspunkte repräsentieren. Bei den übrigen 36 Experimenten handelt es sich um Wiederholungen einzelner Betriebspunkte zur Prüfung der Reproduzierbarkeit. Bei den Experimenten mit M1000k wurde der folgende Parameterbereich abgedeckt: Pentankonzentrationen 10%, 18% und 27%, Durchsätze 3, 4,4, 6,6, 10, 15 l/h sowie in einem Fall 22,5 l/h, "konstante Wärmestromdichten" mit 1,8, 2,7, 4, 6, und 9 kW/m² und zusätzlich "0" kW/m², quasi konstante Heizwandtemperaturen 95°C, 120°C und 150°C.

Aus der Vielzahl der zur Verfügung stehenden Messungen wurden die aussagekräftigsten Experimente ausgewählt, um die systematischen Zusammenhänge der verschiedenen Prozessparameter und Messgrößen zu veranschaulichen. Neben Messgrößen wie Drücken und Temperaturen, wurden auch daraus abgeleitete Größen wie Temperaturdifferenzen und Wärmeübergangskoeffizienten gezeigt und diskutiert.

Im ersten Teil der Auswertung wurde bei ansonsten gleich gehaltenen Versuchsbedingungen für das Silikonöl mittlerer Viskosität, M100k, jeweils der Einfluss des Durchsatzes, der Pentankonzentration und der Betriebsart auf den Wärmeübergang und den Druckverlust untersucht. Analog zum ersten Teil wurden im zweiten Teil Experimente mit M1000k detailliert ausgewertet. Neben einem Vergleich der Ölviskositäten M100k und M1000k bei beiden Betriebsarten der Ringspaltversuchsstrecke, wurde hier der Einfluss des Durchsatzes auf Wärmeübergang und Druckverlust untersucht. Dabei sollte insbesondere der Einfluss der unterschiedlichen Viskosität verdeutlicht werden.

Im dritten Teil der Auswertung wurden spezielle Fragestellungen behandelt. Eines dieser Themen war die Untersuchung der periodischen Druck- und Temperaturschwankungen in der Ringspaltversuchsstrecke. Neben einer Analyse verschiedener Betriebspunkte hinsichtlich ihres Schwingungsverhaltens und systematischer Zusammenhänge zwischen Anlagen- und Betriebsparametern, wurde auch ein Erklärungsansatz zur Schwingungsentstehung erarbeitet. Hieran schloss sich eine Diskussion der ersten experimentellen Ergebnisse der neuen dreifachen Fluidtemperaturmessung an, in der vor allem auf die Differenzen zur alten, einfachen Temperaturmessung eingegangen wurde.

Zusammenfassend kann festgestellt werden, dass die Viskosität eines Fluids einen großen Einfluss auf den Wärmeübergang hat. Neben den "konventionellen Einflussfaktoren" wie Durchsatz, Lösungsmittelkonzentration, Wärmestromdichte bzw. Heizwandtemperatur, wird vor allem auch durch die Viskosität die jeweilige Lage und Ausprägung der verschiedenen Wärmeübergangsmechanismen im Siederohr bestimmt. Zusätzlich gewinnt bei hohen Viskositäten mit der Entspannungsverdampfung ein Mechanismus an Bedeutung, der in dieser Form bei niedrigviskosen Fluiden keine Rolle spielt. In den Wärmeübergangskorrelationen für niedrigviskose Fluide findet dieser Mechanismus dementsprechend keine Berücksichtigung. Auch die beobachteten extremen radialen Temperaturgradienten sind durch die Viskosität bestimmt, und stellen eine besondere Herausforderung für die Formulierung eines detaillierten Wärmeübergangsmodells dar. Des Weiteren zeigte sich bei hoher Ölviskosität und hoher Lösungsmittelkonzentration ein in dieser Form bisher noch nicht dokumentiertes Schwingungsverhalten, welches in Zukunft noch Gegenstand weiterer Untersuchungen sein wird.

8. Nomenklatur

Wärmeübergang:

Symbol	Bedeutung	Einheit
A	Fläche	m²
U	Umfang	m
Ι	Rohrlänge	m
d	Durchmesser	m
d _{hyd}	Hydraulischer Durchmesser	m
g	Erdbeschleunigung	9,81 m/s²
V	Strömungsgeschwindigkeit	m/s
'n	Massenstrom	kg/h
$\dot{m}_{_0}$	normierter Massenstrom	100 kg/m²s
ρ	Dichte	kg/m³
x _D	Strömungsdampfgehalt	%
SD	Dicke der Dampfschicht	m
p	Siededruck oder Systemdruck	bar
p^{*}	normierter Siededruck (<i>p</i> / <i>p</i> _{kritisch})	-
F(W)	Eigenschaften der Heizwandoberfläche	-
R _a	arithmetischer Mittenrauhigkeitswert (DIN 4762/01.89)	μm
R_{a0}	normierter Mittenrauhigkeitswert	0,4 µm
Q	Wärmestrom	Watt
ġ	Wärmestromdichte	W/m²
$\dot{oldsymbol{q}}_0$	normierte Wärmestromdichte	20 kW/m²
α	Wärmeübergangskoeffizient	W/m²K
α ₀	normierter Wärmeübergangskoeffizient bei p_0^* und \dot{q}_0 [26]	W/m²K
Т	Temperatur	°C
ΔT	Temperaturdifferenz Heizwandoberfläche - Fluid	К
T _R	Randschichttemperatur Gas/Polymer	К
σ	Oberflächenspannung	N/m
с	Wärmekapazität	kJ/kgK
C _{pP}	Wärmekapazität der Polymerphase	kJ/kgK
$c_{\sf pG}$	Wärmekapazität der Gasphase	kJ/kgK

η	dynamische Viskosität	Pas
μ	kinematische Viskosität	m²/s
λ	Wärmeleitfähigkeit	W/mK
Δh_{v}	Verdampfungsenthalpie	kJ/kg
β	Stoffübergangskoeffizient	m²/s
М	mittleres Molekulargewicht	kg/kmol
\mathcal{G}_{m}	mittlere logarithmische Temperaturdifferenz	К
ζ	Widerstandsbeiwert (Druckverlust)	-
φ	Korrekturfaktor für die Exzentrizität des Ringspaltes	-

Tiefgestellte Indizes

BI	Auf den Blasendurchmesser bezogene Kennzahl
KS	Konvektives Sieden
BBS	Behälterblasensieden
SBS	Strömungsblasensieden
G	Stoffwerte der Gasphase
F	Stoffwerte der Flüssigphase
L	auf rein einphasige flüssige Strömung bezogene Größe
W	Heizwandoberfläche
2Ph	auf 2-phasige Strömung bezogene Größe
GO	Gas-Only
LO	Liquid-Only
z	Längenkoordinate in axialer Richtung des Rohres / Ringspaltes
WF	Differenz Heizwand – Fluid
Pol	Eigenschaften des Polymers
SL	Schlitzdicke (Geometrie) [37]
i	bezogen auf den Innendurchmesser des Ringspaltes
а	bezogen auf den Außendurchmesser des Ringspaltes
KR	bezogen auf ein Rohr mit Kreisgeometrie

Hochgestellte Indizes

- n Exponent des asymptotischen Ansatzes
- *´* Flüssigphase
- " Gasphase

Kennzahlen

Nu	Nußelt-Zahl: Dimensionsloser Wärmeübergangskoeffizient
Re	Reynolds-Zahl: Verhältnis Trägheitskraft zu Reibungskraft
Pr	Prandtl-Zahl: Stoffwertverhältnis (z.B. Pr = $\eta c_P / \lambda$)
b	Laplace-Konstante: Verhältnis Oberflächenspannung / Auftriebskraft
C _f	Material-Konstante: Materialeigenschaften der Oberfläche
F	2-PhMultiplikator: Korrekturfaktor 1-Phasige / 2-Phasige Strömung
S	Korrekturfaktor: Funktion der 2-Phasen Reynoldszahl
X _{tt}	Martinelli-Parameter: Reibungsdruckverlust Flüssigphase/Gasphase
Во	Siedezahl: Normierte Wärmestromdichte $(\dot{q} / \dot{m} \Delta h_v e)$
Со	Konvektionzahl: Modifizierter Martinelli-Parameter (Shah [18])
Fr	Froude-Zahl: Verhältnis Trägheitskraft zu Schwerkraft
E	Verbesserungsfaktor: Funktion von Bo und Co
F _{fl}	Kandlikar-Parameter: Korrektur des Blasensiedenanteils
F(W)	Rauhigkeitsparameter: Heizwandeigenschaften mit R_{a} und R_{ao}
ST	Stantonzahl: Quotient aus Nußelt- und Peclet-Zahl

Versuchsanlage:

β	thermischer Ausdehnungskoeffizient	m²
Fp	Druckkraft	Ν
p	Flächenpressung	N/mm²
S	Sicherheitsbeiwert	-
$\Delta I_{\rm t}$	Wärmeausdehnung	mm
M _A	Anzugsmoment	Nm
<i>M</i> _{RA}	Drehmoment in der Mutterauflage	Nm
F_{VM}	Montage-Vorspannkraft	Ν
$\mu_{ ext{Ges}}$	Gesamtreibwert Gewinde	-
δ	Teilflankenwinkel	٥
φ	Steigungswinkel Gewinde	0
d ₂	Gewindeflankendurchmesser	mm
d_{W}	Auflagedurchmesser Schraubenkopf	mm
d h	Durchmesser des Schraubenlochs	mm

198

Ρ	Gewindesteigung	mm
d _k	wirksamer Reibungsdurchmesser	mm
Messtech	nik:	
$T_{\rm MS}$	Temperatur der Thermoelement-Messstelle	°C
$T_{\rm VS}$	Temperatur der Vergleichs-Messstelle	°C
E	gemessene Thermospannung	μV
R _T	temperaturabhängiger Widerstand (PT)	Ω
R_0	Grundwiderstand (PT)	Ω
$U_{\rm SP}$	Messbrücken-Speisespannung	V
$U_{ m BrSp}$	gemessene Brückenspannung	mV
U _{Norm}	normierte Druckaufnehmerspannung	-
P_{Ref}	Druck des Referenzdruckaufnehmers	bar
P_{T}	temperaturabhängige Druckberechnung	bar
P_{Ref}	Unsicherheit der Spannungsmessung	mV
R_{Fehler}	Unsicherheit der Widerstandsmessung	Ω
ILE	integrale Linearität	LSB
DLE	differentielle Linearität	LSB
ΔT_{\max}	maximale Messunsicherheit	K
$\Delta T_{\rm MS/VS}$	Messunsicherheit Thermoelementverstärker	K
ΔT_{mittel}	mittlerer absoluter Fehler (Gaus)	К
$\Delta \mathbf{x}_{j}$	j - Unsicherheiten	-
T_{TE}	Thermoelementtemperatur (= T_{MS})	К
Т _{КК}	Temperatur des Kupferquaders (= T_{VS})	К
T _{Kor}	korrigierte Thermoelementtemperatur	К
c ₀	Korrekturkoeffizient 0,25 mm Thermoelemente	K
C ₁	Korrekturkoeffizient 0,25 mm Thermoelemente	1
C ₂	Korrekturkoeffizient 0,25 mm Thermoelemente	1/K
V _B	Füllvolumen Probenbehälter	ml
m _B	Gewicht Probenbehälter	g
m _E	Einwaage in Probenbehälter	g

9. Literaturverzeichnis

- [1] H. Schnell: Wärmeaustauscher Energieeinsparung durch Optimierung von Wärmeprozessen, Vulkan-Verlag Essen, 2. Auflage, 1994
- [2] F. Mayinger: Strömung und Wärmeübertragung in Gas-Flüssigkeits-Gemischen, Springer-Verlag Berlin, 1982
- [3] H.D. Baehr, K. Stephan: Wärme- und Stoffübertragung, Springer-Verlag Berlin, 4. Auflage, 2004
- [4] H. Ritter: Trennung von Polymerlösungen im beheizten senkrechten Rohr, Dissertation, Universität Stuttgart, 1969
- [5] P. L. Maffettone: Slit devolatilization of polymers, AIChE Journal, 37 (1991) 724 - 734
- [6] L. Junhong: Flow boiling of a highly viscous pseudoplastic fluid in vertical tubes, Chemical Engineering and Processing, 34 (1995) 385 - 389
- [7] R. L. Webb, N. S. Gupte: A critical review of correlations for convective vaporization in tubes and tube banks, Heat Transfer Engineering, 13 (1992) 58 - 79
- [8] D. Steiner: Strömungssieden gesättigter Flüssigkeiten, VDI-Wärmeatlas, Abschnitt Hbb, Springer-Verlag Berlin, 9. Auflage, 2002
- [9] D. Steiner, J. Taborek: Flow boiling heat transfer in vertical tubes correlated by an asymptotic model, Heat Transfer Engineering, 13 (1992) 43 69
- [10] D. Gorenflo: State of the art in pool boiling heat transfer of new refrigerants, International Journal of Refrigeration, 24 (2001) 6 -14
- [11] D. B. R. Kenning: What do we really know about nucleate boiling?, IMechE Conference Transactions 6th UK National Heat Transfer Conference, Edinburgh, (1999) 143 - 167
- [12] W. M. Rohsenow: A method of correlating heat transfer data for surface boiling of liquids, ASME Trans., 74 (1952) 969 - 976

- [13] J. C. Chen: Correlation for boiling heat transfer to saturated liquids in convective flow, IEC Process Design and Development, 5 (1966) 322-329
- [14] R. C. Martinelli, R. W. Lockhard: Proposed correlation data for isothermal twophase, two-component flow in pipes, Chemical Engineering Progress, 45 (1949) 39 - 48
- [15] H. K. Forster, N. Zuber: Dynamics of vapour bubbles and boiling heat transfer, American Institute of Chemical Engineers, 4 (1955) 531 - 535
- [16] J. G. Collier: Heat transfer to two-phase gas liquid systems, Part II, Trans. Inst. Chem. Eng., 42 (1964) 127 -139
- [17] D. Chisholm: A theoretical basis for the Lockhart-Martinelli correlation for twophase flow, International Journal Heat Mass Transfer, 10 (1967) 1767 - 1777
- K. Ishihara, J. W. Palen, J. Taborek: Critical review of correlation for predicting two-phase flow pressure drop across tube banks, Heat Transfer Eng., 1 (1980) 23 - 32
- [19] V. V. Wadekar: Flow boiling a simple correlation for convective heat transfer component, Proc. Ninth International Heat Transfer Conference, Jerusalem, 2 (1990) 87 91
- [20] M. M. Shah: A new correlation for heat transfer during boiling flow through pipes, ASHRAE Trans., 82 (1976) 66 86
- [21] S. G. Kandlikar: A general correlation for saturated two-phase flow boiling heat transfer inside horizontal and vertical tubes, ASME Journal Heat Transfer, 112 (1990) 219 - 228
- [22] E. Hahne et. al.: Fully developed nucleate boiling in upflow and downflow, Intern. Journal Heat Mass Transfer, 34 (1989) 1799 - 1808
- [23] M. K. Jensen, J. T. Hsu: A parametric study of boiling heat transfer in a tube bundle, Proc. of the 2nd ASME-JSME Thermal Engineering Joint Conference, 3 (1987) 133 140

- [24] S. S. Kutadeladze: Boiling heat transfer, International Journal of Heat Mass Transfer, 4 (1961) 3 - 45
- [25] V. Gnielinski: Forced Convection in ducts, HEDH Heat Exchanger Design Handbook, Ed. E. U. Schlünder, K. J. Bell, Hemisphere Publishing Corporation Washington und VDI-Verlag Düsseldorf, 1983
- [26] J. G. Collier, J. R. Thome: Convective boiling and condensation, Oxford University Press, Oxford (GB), 3. Ed., 1994
- [27] J. A. R. Bennett: Heat transfer to two-phase gas liquid systems, first Part, Trans. Inst. Chem. Eng., 39 (1961) 113 - 126
- [28] D. Gorenflo: Behältersieden Sieden bei freier Konvektion, VDI-Wärmeatlas, Abschnitt Hab, Springer-Verlag Berlin, 9. Auflage, 2002
- [29] L. Pujol: Boiling heat transfer in vertical upflow and downflow tubes, PhD Thesis, Lehigh University, 1968
- [30] K. Lucas, M. Luckas: Berechnungsmethoden für Stoffeigenschaften, VDI-Wärmeatlas, Abschnitt Da, Springer-Verlag Berlin, 9. Auflage, 2002
- [31] E.-U. Schlünder: Über den Wärmeübergang bei der Blasenverdampfung von Gemischen, Verfahrenstechnik (vt), 16(1982) 692 698
- [32] J. R. Thome: Prediction of the mixture effect on boiling in vertical thermosyphon reboilers, Heat Transfer Eng., 10 (1989) 29 - 38
- [33] R. H. S. Winterton, Z. Liu: A general correlation for saturated and subcooled flow boiling in tubes and annuli, based on a nucleate boiling equation, Int. Journal Heat Mass Transfer, 34 (1991) 2759 - 2766
- [34] F. W. Dittus, L. M. K. Boelter: Heat transfer in automobile radiators of the tubular type, Publication in Engineering, University of California, Berkeley, 2 (1930) 433 - 448
- [35] M. G. Cooper: Saturation nucleate pool boiling, a simple correlation, 1st UK National Conference Heat Transfer, 2 (1984) 785 - 793

- [36] E. Schmidt: Einführung in die technische Thermodynamik, Springer-Verlag Berlin, 1963
- [37] E. N. Sieder, G. E. Tate: Heat transfer and pressure drop of liquids in tubes, Ind. Eng. Chem., 28 (1936) 1429 - 1437
- [38] C. E. Dengler: PhD Thesis, Dep. of Chemical Engineering, MIT USA, 1952
- [39] C. Schwerdtfeger: Modellierung des Siedens von hochviskosen Zweistoffgemischen in einem Ringspaltrohr, Diplomarbeit, Universität Paderborn, 2004
- [40] Produktkatalog der Fa. Bayer AG: Silikonöle der Baysilone-Reihe M, Polymere Dimethylsiloxane, Leverkusen, 1999
- [41] W. Jorden: Grundlagen der Konstruktionssystematik, Vorlesungsskript, Fakultät für Maschinenbau, Universität Paderborn, 1997
- [42] G. Pahl, W. Beitz: Konstruktionslehre Methoden und Anwendung, Springer-Verlag Berlin, 4. Auflage, 1997
- [43] M. Wienecke, D. Gorenflo, A. Luke, R. Span: Untersuchungen zum Sieden hochviskoser Gemische, Abschlussbericht zu Phase I des Hochviskos-Projektes, Universität Paderborn, 2005
- [44] W. Matek: Maschinenelemente, Vieweg-Verlag Braunschweig, 12. Auflage, 1992
- [45] H. Sandner, M. Neubronner, G. Stübner: Stoffwerte von reinen Metallen und Metalllegierungen, VDI-Wärmeatlas, Abschnitt Dea, Springer-Verlag Berlin, 9. Auflage, 2002
- [46] Produktprospekt Isolierung: Technische Informationen über das Isoliermaterial ARMAFLEX HT der Firma ARMACELL Enterprise GmbH
- [47] Produktprospekt Dichtung: Technische Informationen über das Dichtungsmaterial TEADIT 24 SH der Firma TEADIT International
- [48] EG Sicherheitsdatenblatt Pentan: MERCK KGaA D-64271 Darmstadt, Datenblatt gemäß EG-Richtlinie 91/155/EWG, Stand 03.03.2004

- [49] T. J. Seebeck: Die magnetische Polarisation von Metallen durch Temperaturunterschiede, Preußische Akademie der Wissenschaften, Berlin, 1822-1823
- [50] L. v. Körtvelyessy: Thermoelement Praxis, Vulkan Verlag Essen, 2. Auflage, 1987
- [51] B. Gampert: Wärmeübertragung an einzelnen längsumströmten Zylindern, Drähten und Fäden, VDI – Wärmeatlas, Abschnitt Ge, Springer-Verlag Berlin, 9. Auflage, 2002
- [52] H. Preston-Thomas: The International Temperature Scale of 1990, Metrologia, 27 (1990) 3 - 10
- [53] Produktprospekt Thermoelemente: Technische Informationen über 0,5 mm und 0,25 mm Thermoelemente der Firma THERMOCOAX SAS
- [54] Produktprospekt ADU-Karte: Measurement Computing Corporation, USA Middleboro (MA), User's Manual
- [55] Produktprospekt Miniaturdruckaufnehmer: ALTHEN Mess- und Sensortechnik GmbH, D-65779 Kelkheim/Ts, Datenblätter Technische Informationen
- [56] Produktprospekt Referenzdruckaufnehmer: BURSTER Präzisionsmesstechnik GmbH & Co Kg, D-76593 Gernsbach, Gesamtkatalog, 1994/ 1995
- [57] Produktprospekt Digitalmultimeter: PREMA Präzisionselektronik GmbH, Mainz-Hechtsheim, Benutzerhandbuch
- [58] Produktinformation der Firma Merz Messfühlertechnik GmbH, Platin Widerstandsthermometer, DIN IEC 752, ITS 90, 1990
- [59] W. Brauch, J. Dreyer, W. Haacke: Mathematik für Ingenieure, B. G. Teubner-Verlag Stuttgart, Abschnitt 9.4.2, 1990
- [60] G. Herres: Persönliche Mitteilung, Universität Paderborn, 2004
- [61] R. Span, W. Wagner: Equations of State for Technical Applications. Part II. Simultaneously Optimised Functional Forms for Nonpolar and Polar Fluids, International Journal of Thermophysics, 24 (1) 2003

- [62] J. J. Schröder: Strömungssieden unterkühlter Flüssigkeiten, VDI-Wärmeatlas, Abschnitt Hba, Springer-Verlag Berlin, 9. Auflage, 2002
- [63] V. Gnielinski: Wärmeübertragung bei der Strömung durch Rohre, VDI Wärmeatlas Abschnitt Ga und Gb, Springer-Verlag Berlin, 9. Auflage, 2002
- [64] W. Matek: DIN ISO 273, Maschinenelemente Tabellenbuch, Vieweg-Verlag Braunschweig, 12. Auflage, 1992

10. Anhang

10.1 Berechnung der Schauglas-Schraubverbindung

Aufgrund der stark voneinander abweichenden Wärmeausdehnungskoeffizienten¹ von Borosilikatglas 3.3 und Edelstahl 1.4571, musste bei der Auslegung der Flansch/ Schraubenverbindung insbesondere die unterschiedliche Wärmedehnung der einzelnen Bauteile berücksichtigt werden. Hierfür dienen die montierten Tellerfedern, die in jedem Betriebszustand der Versuchsstrecke für eine ausreichende Anpresskraft an der Dichtfläche sorgen sollen. Die Berechnung des Federnpakets mit der benötigten Vorspannung und des Federwegs geschah mit Hilfe der Schrauben/Tellerfeder Beziehungen von Roloff und Matek [44].

Am Anfang der Tellerfederberechnung musste zuerst die zu erwartende Ausdehnungsdifferenz nach Gleichung 10.1 berechnet werden:

$$\Delta I_{\rm t} = \beta_{\rm Stahl} \cdot I_{\rm Stahl} \cdot \Delta T - \beta_{\rm Glas} \cdot I_{\rm Glas} \cdot \Delta T \tag{10.1}$$

Bei einer maximalen Betriebstemperatur von 150°C (ΔT = 130 K bei T_U = 20°C) und einer Bezugslänge von 140 mm der Stahlbauteile und 100 mm des Schauglases, beträgt die zu kompensierende Ausdehnung ΔI_t = 0,27 mm.

Um zwischen den Schaugläsern und Flanschen eine zuverlässige Abdichtung zu gewährleisten, wurde ein Wert von $p_{min} = 10 \text{ N/mm}^2$ als mindestens notwendige Flächenpressung² angenommen. Mit einem Sicherheitsfaktor von S = 3,2 – entsprechend einer minimalen Flächenpressung von $p_{min,S=3.2} = 32 \text{ N/mm}^2$ –, der neben dem relativ ungünstigen geometrischen Verhältnis zwischen Dichtflächen und Flanschen auch Fertigungstoleranzen³ berücksichtigt, ergibt sich über die Dichtfläche des Glasrohres (346 mm²) eine mindestens benötigte Dichtungskraft von 11072 N⁴.

¹ Wärmeausdehnungskoeffizienten Borosilikatglas 3.3: 3,3x10⁻⁶/K, Edelstahl 1.4571: 17x10⁻⁶/K, Stoffwerte aus VDI-Wärmeatlas Kapitel Dea, Abschnitt Metalllegierungen [45]

² Dieser Wert stammt aus langjährigen Erfahrungen im Institut mit der Abdichtung von Schaugläsern in Siede- und Phasengleichgewichtapparaturen durch Teflondichtungen.

³ Die Flansche wurden samt Dichtfläche auf der Drehbank fertig bearbeitet, bevor die Schweißverbindung zu den 20 mm Rohrstücken hergestellt wurde. Dadurch bestand die Gefahr eines nachträglichen Verzugs der Dichtfläche.

⁴ Bei der Berechnung der Dichtungskraft ist die vom Innendruck erzeugte Gegenkraft auf die Schauglasdichtungen zu vernachlässigen, da sich bei einem Auslegungsdruck von 10 bar lediglich eine Druckkraft von F_p = 235 N ergibt.
Da für die Schauglasverschraubung sechs Gewindestangen benutzt werden, müssen die Tellerfedern jeder Verschraubung dementsprechend $F_{min/6}$ = 1845 N aufbringen.

Als Tellerfeder wurde der Typ 16x8.2x0,9 der Gruppe I aus Edelstahl 1.4307 mit einer Federkonstante von S = 3846 N/mm ausgewählt. Die Feder besitzt bei einer Auslenkung von 75% des maximalen Federweges – entsprechend 0,26 mm – eine Federkraft von 1000 N. Durch die Kombination von Parallel- und Reihenschaltung – "Ineinander" legen bzw. "Hohl" legen – der Tellerfedern lässt sich jeweils der benötigte Federweg bzw. die erforderliche Federkonstante erreichen.

Mit den oben berechneten Werten ergab sich eine Federkonstruktion mit 3 x 3 Federn in Parallel- und Reihenschaltung⁵. Der minimal benötigte Federweg für $F_{min/6}$ beträgt demnach $F_{min}/S = I_{min} = 0,48$ mm. Berücksichtigt man nun noch die Wärmeausdehnung ΔI_{t} , ergibt sich ein erforderlicher Gesamtfederweg von $I_{ges} = 0,75$ mm. Mit der Federkonstante S = 3846 N/mm ergibt sich dementsprechend einer Schraubeneinzelkraft von 2885 N, bzw. eine Gesamtkraft von 17310 N⁶.

Um diese Kraft aufzubringen, musste nun noch das hierfür nötige Anzugsmoment der 8 mm Schrauben ermittelt werden. Dies geschah mit Hilfe der Formel für das rechnerische Anzugsmoment M_A von Befestigungsschrauben mit metrischem Regelund Feingewinde von Roloff/Matek [44]:

$$M_{\rm A} = 0.5 \cdot F_{\rm VM} \cdot d_2 \cdot \left[\mu_{\rm ges} \cdot \left(\frac{1}{\cos(\delta/2)} + \frac{d_{\rm w} + d_{\rm h}}{2 \cdot d_2} \right) + \tan \varphi \right]$$
(10.2)

mit der Schrauben Montage-Vorspannkraft F_{VM} , dem Gewindeflankendurchmesser d_2 , der Gesamtreibungszahl im Gewinde und am Schraubenkopf μ_{Ges} , dem Teilflankenwinkel $\delta / 2$, dem äußeren Auflagedurchmesser des Schraubenkopfes bzw. der Mutter d_w , dem Durchmesser des Durchgangsloches d_h nach DIN ISO 273 [65], sowie dem Steigungswinkel des Gewindes φ . Für metrische ISO-Gewinde mit einem Flankenwinkel von 60°, lässt sich Gleichung 3.9 auch in folgender Form schreiben:

⁵ Durch diese Kombination der Tellerfedern bleibt die Federkonstante gegenüber einer einzelnen Feder unverändert; allerdings steht nun ein dreifacher maximaler Federweg zur Verfügung.

⁶ Bei der Festlegung der Tellerfeder Konfiguration musste vor allem auch die maximal zulässige Flächenpressung des Borosilikatglases von 100 N/mm² berücksichtigt werden; das Überschreiten dieses Wertes hätte ansonsten die Zerstörung des Schauglases zur Folge. Bei der berechneten Vorspannkraft von 17310 N/mm und einer Dichtfläche von 346 mm² ergibt sich allerdings nur ein Wert von 50 N/mm², so dass eine ausreichende Sicherheit gewährleistet werden kann.

$$M_{\rm A} = F_{\rm VM} \cdot (0,159P + \mu_{\rm ges}(0,577d_2 + d_{\rm k}/2)) \tag{10.3}$$

mit der Gewindesteigung *P* und dem wirksamen Reibungsdurchmesser d_k für das Drehmoment M_{RA} in der Schraubenkopf- bzw. Mutterauflage.

Für den wirksamen Reibungsdurchmesser d_k gilt: $d_k / 2 \approx (d_w + d_h) / 4$ (10.4)

Die Gewindekenngrößen der hier verwendeten Verschraubung sind in Tabelle 10.1 zusammengefasst.

Schrauben-Gewinde nach DIN	13T1	M8
Nenndurchmesser Schraube in mm	d	8
Gewindeflankendurchmesser in mm	d_2	7,188
Gesamtreibungszahl (experimentell)	$\mu_{ ext{ges}}$	0,093
Auflagedurchmesser in mm	d _w ≈d	11,2
Durchgangsloch Durchmesser in mm	<i>d</i> _h	8,4
Steigungswinkel Gewinde	φ	3,17°
Reibungsdurchmesser in mm	<i>d</i> _k /2	4,9
Gewindesteigung in mm	Р	1,25
Minimale Schraubenkraft in N	F_{\min}	1845
Maximale Schraubenkraft in N	F _{max}	2885

Tabelle 10.1: Kenngrößen der Schauglasverschraubungen

Da für die Berechnung des korrekten Anzugsmomentes die Gesamtreibungszahl μ_{ges} so genau wie möglich bekannt sein musste, wurden für deren Bestimmung Anzugsversuche unter vergleichbaren Randbedingungen vorgenommen. Dabei wurde für μ_{ges} ein Wert von 0,093 ermittelt⁷. Mit Gleichung 10.3 ergab sich daraus letzten Endes ein Schraubenanzugsmoment von M_A = 3 Nm.

⁷ Die Werte für verschiedene Oberflächen-, Werkstoff- und Schmiermittelpaarungen sind in der Regel in Tabellen zu finden, und wird z.B. von Roloff/Matek [44] für die hier verwendete Schraubverbindung mit gewalzten Gewinden aus Edelstahl und einem Schmiermittel auf Kupferbasis in einem Bereich von $\mu = 0,08$ bis 0,12 angegeben. Dieser relativ große Bereich für die Gleitreibungszahl war jedoch für die angestrebte Genauigkeit sehr unbefriedigend, da sich beispielsweise bei $\mu = 0,08$ eine Schraubenkraft von 3525 N einstellen würde, bei $\mu = 0,12$ allerdings nur 2336 N, d.h. fast 30% weniger als im günstigsten Fall. Dementsprechend war die genaue Kenntnis des Reibwertes von besonderer Wichtigkeit.

Auf ähnliche Weise wurde bei der Fallrohrversuchsstrecke die Vorspannung der Tellerfedern berechnet und ist so gewählt, dass die unterschiedliche Wärmedehnung Glas/Metall und das Setzen der 0,5 mm Teflondichtungen kompensiert wird. Die maximale Flächenpressung des Glases wurde dabei ebenfalls berücksichtigt.

Im Gegensatz zu der Ringspaltversuchsstrecke wurden aufgrund der kürzeren Schaugläser und Gewindestangen (50 mm zu 100 mm und 90 mm zu 140mm) – d.h. weniger Längendifferenz bei thermischer Ausdehnung – 2 x 3 Tellerfedern (3 Federn in Parallelschaltung, die dann als 2 "Pakete" in Reihe geschaltet wurden) benutzt. Das Anzugsmoment wurde auf M_A = 2,5 Nm abgesenkt, da ansonsten die Flächenpressung an der Dichtung aufgrund der kleineren Auflagefläche der Schaugläser (346 mm² zu 201 mm²) zu groß geworden wäre.

10.2 Probenaufbereitung und Behälterreinigung

Die bei der Probenaufbereitung sowie der Behälterreinigung zu berücksichtigenden Verfahrensschritte sind im Ablaufschema in Bild 10.1 zu sehen. Die dort aufgeführten Arbeiten beruhen teilweise auf den Erfahrungen mit der Probenanalyse, wie sie bei den am Institut verwendeten Phasengleichgewichtsapparaturen durchgeführt wurde. Da das Silikonöl aufgrund seiner sehr hohen Viskosität eine zuverlässige Probenanalyse im Vergleich zu niedrigviskosen Stoffen wie Wasser und Alkoholen allerdings stark erschwerte, mussten neue Verfahrensschritte entwickelt werden, die die speziellen Eigenschaften des Silikonöls berücksichtigen.

Nur das strikte Befolgen dieser Verfahrensschritte verbunden mit dem Einhalten der erforderlichen hohen Sauberkeit während der Probenaufbereitung und Behälterreinigung kann letzten Endes ein verlässliches Resultat der Pentangehaltanalyse gewährleisten. Im Folgenden soll allerdings nur kurz auf die Besonderheiten einiger Verfahrensschritte im Ablaufschema näher eingegangen werden.

Von besonderer Wichtigkeit ist beispielsweise die gründliche Reinigung der Behälter von außen nach der Probenahme, da insbesondere im Anschlussstutzen des Kugelhahns stets Ölreste verbleiben, die das Messergebnis stark verfälschen können. Als Lösungsmittel für die Außenreinigung der Behälter ist n-Pentan aufgrund seines hohen Dampfdrucks (Explosionsschutz!) nur bedingt geeignet, weshalb n-Heptan mit



Bild 10.1: Vorgehensweise bei der Probenaufbereitung und Behälterreinigung

seinem deutlich niedrigeren Dampfdruck verwendet wird, bei einer vergleichbar guten Löslichkeit in Silikonöl, siehe Abschnitt 3.2. Allerdings zeigte die Erfahrung, dass das alleinige Reinigen durch n-Heptan nicht ausreichte. Vielmehr wurde das Probengewicht durch das n-Heptan zusätzlich verfälscht, da es sich in den Verschraubungen des Kugelhahns und Rohradapters sammelte, und von dort nur sehr langsam an die Umgebung abdampfte. Dies begründet das Aufheizen der Probenbehälter im Laborofen für 24 Stunden vor dem eigentlichen Ausdampfprozess des Pentans, da hierdurch das in den Gewinden verbliebene n-Heptan durch Verdampfen entfernt werden kann. Erst danach können die fertig gereinigten Probenbehälter gewogen und in den Laborofen zum Ausdampfen des Pentans eingebaut werden.

Ein weiterer Punkt, dem in diesem Zusammenhang besondere Beachtung gehört, ist die Anfangsgehaltanalyse, insbesondere bei Pentangehalten von 27%. Bedingt durch den hohen Pentananteil neigt das Silikonöl-Pentangemisch schon bei leichtem Vakuum zu starker Schaumbildung, die wiederum zu einer deutlichen Volumenvergrößerung des Behälterinhalts führt. Aus diesem Grund können die Behälter nicht direkt an das Vakuumsystem im Laborofen angeschlossen werden, da die Volumenvergrößerung unter Umständen so groß ist, dass ein Schaum aus Silikonöl und Pentan aus dem Behälter austritt. Dies hätte nicht nur die "Zerstörung" der jeweiligen Probe zur Folge, sondern unter Umständen auch der über Rohrleitungen des Vakuumsystems parallel angeschlossenen Proben. Die Behälter werden daher für einige Zeit mit geöffnetem Ventil im Ofen belassen, wodurch der größte Teil an Pentan "frei" verdampfen kann. Erst nach ca. 24 Stunden werden die Behälter angeschlossen und evakuiert, siehe auch Bild 10.1.

شكراً جميله!

بِسْمِ اللَّهِ الرَّحْمَنِ الرَّحِيمِ الْحَمْدُ لِلَّهِ رَبِّ الْعَلَمِينَ الرَّحْمَنِ الرَّحِيمِ