

## Untersuchungen zum Einfluss der Tiegelgeometrie auf die Verbrennung verschiedener Ruße

Dr. Ekkehard Füglein und Dr. Jan Hanss

### Einleitung

Die Methode der Thermogravimetrie (TG) eignet sich in besonderer Weise für die Untersuchung von Verbrennungsprozessen. Sie ermöglicht den schnellen Zugang zu Aussagen über die thermische Stabilität des zumeist festen Brennstoffs, die Reaktionstemperatur sowie über die Verbrennungskinetik. Weiterhin lassen sich sowohl der Massenverlust während der Verbrennungsreaktion als auch der nicht brennbare mineralische Aschegehalt quantifizieren. Im Gegensatz zu anderen Reaktionen, wie Zersetzungen oder die Freisetzung von Feuchtigkeit oder Lösemitteln, ist die Verbrennung eine Fest-Gas-Reaktion. Somit sind nicht nur alle üblichen Parameter wie Probenmasse, Heizrate und Spülgasfluss konstant zu halten, sondern die Messergebnisse werden auch durch die Probenoberfläche, die Sauerstoffkonzentration und die Tiegelgeometrie beeinflusst, die zu einem limitierenden Faktor für die Zutrittmöglichkeit des Reaktionsgases an die Feststoffprobe werden kann.



**1** Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-Tiegel-Sortiment (v.l.n.r.): Plattform, kurzer DTA-Tiegel, Standardtiegel, gelochter DTA-Tiegel, Mini-DTA-Tiegel

Um dieser Frage nachzugehen, wurden mit einer NETZSCH STA Messreihen mit verschiedenen Tiegelgeometrien unter ansonsten identischen Versuchsbedingungen durchgeführt.

Die verschiedenen Proben sind in den Abbildungen 1 und 3 gezeigt, darunter auch ein gelochter DTA-Tiegel, der in Abbildung 2 vergrößert dargestellt ist [1].

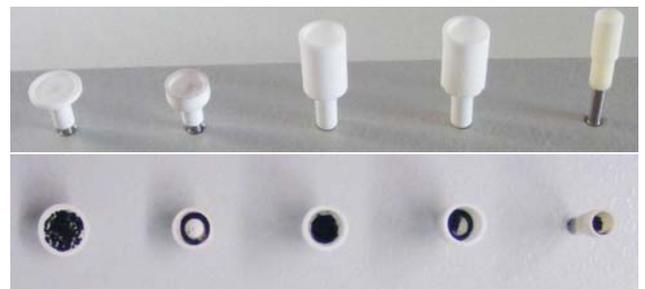
Die untersuchten Rußproben sind verschiedene Standardproben wie NIST 2975, Printex 90, Aktivkohle und Kohlenstoffkugeln. Diese haben einen Durchmesser von etwa 1 mm bis 2 mm und besitzen ein anorganisches Gerüst. Die mittleren Partikelgrößen der übrigen Proben werden zwischen 20 nm und 50 nm angegeben.



**2** Gelochter Tiegel

### Ergebnisse

Für die Untersuchungen der Rußprobe NIST 2975 kamen die in Abbildung 1 gezeigten Tiegeltypen zum Einsatz. Die Verhältnisse von Tiegeldurchmesser und Füllhöhe der Proben (bei gleicher Probenmasse) gehen aus Abbildung 3 und der Tabelle 1 hervor.



**3** Tiegelsortiment Ansicht (oben), Aufsicht (unten)

Maße (mm)	kleine Plattform	kurzer DTA-Tiegel	DTA-Tiegel	DTA-Tiegel, gelocht	Mini-DTA*
Ø außen	10	8	8	8	5
Ø innen	10	6	6	6	4
Höhe	0	3	12	12	9

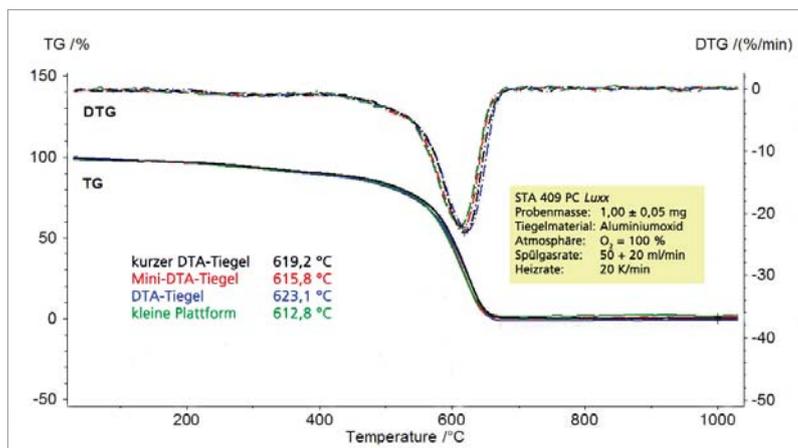
**Tab. 1** Dimensionen der in Abbildung 1 gezeigten Tiegel

\*nur für Vergleichszwecke; Tiegel ist nicht Bestandteil des NETZSCH-Tiegel-sortiments

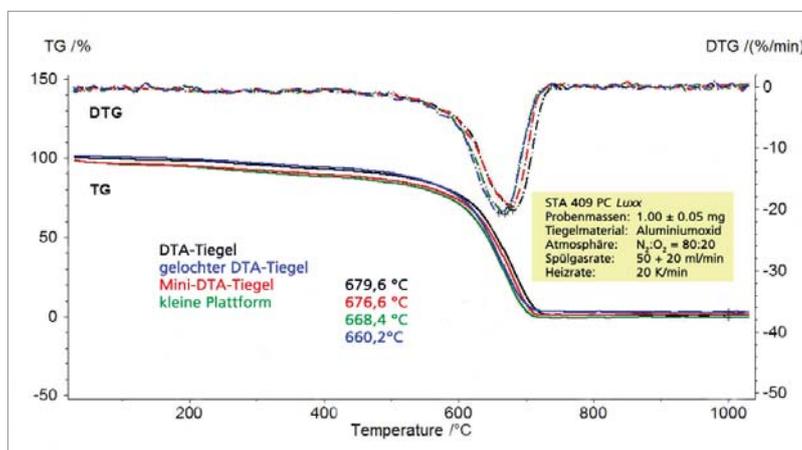
## APPLICATIONNOTE Untersuchungen zum Einfluss der Tiegelgeometrie auf die Verbrennung verschiedener Ruße

Bei der Verwendung von Sauerstoff als Spülgas sind bereits bezüglich der Verbrennungstemperatur und bezüglich der Verbrennungsgeschwindigkeit (DTG) Unterschiede zwischen den verschiedenen Tiegelgeometrien auszumachen (Abbildung 4).

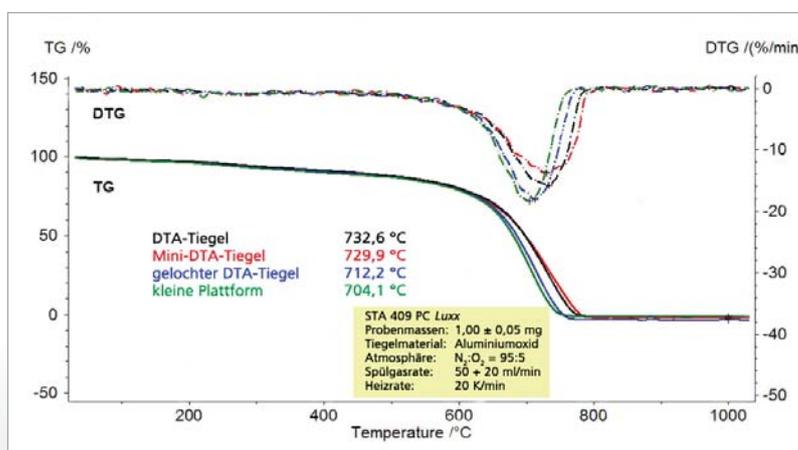
Reduziert man jedoch die Sauerstoffkonzentration des Spülgases auf 20 % (Abbildung 5) oder 5 % (Abbildung 6), so spielt die Tiegelgeometrie offensichtlich eine immer größere Rolle. Der gelochte DTA-Tiegel und die Plattform erlauben offensichtlich eine verbesserte Zuführung des Reaktionsgases Sauerstoff an die Probe. Je schlechter jedoch die Zutrittmöglichkeit des Reaktionsgases an die Feststoffprobe wird, desto mehr wird die Reaktion zu höheren Temperaturen verschoben und desto niedriger wird die Geschwindigkeit der Reaktion (DTG). Bei einem Spülgasverhältnis Stickstoff zu Sauerstoff von 95:5 ist der gelochte DTA-Tiegel fast so "schnell" wie die Plattform. Bezüglich des Reaktionsverhaltens kommen der gelochte DTA-Tiegel (Abbildung 2) und der kurze DTA-Tiegel der Plattform am nächsten, wobei die Probenhandhabung bei diesen beiden Tiegelvarianten deutlich einfacher ist als bei der Plattform.



4 TG-DTG-Ergebnisse der Probe NIST 2975 (100 % O<sub>2</sub>)



5 TG-DTG-Ergebnisse der Probe NIST 2975 (20 % O<sub>2</sub>)



6 TG-DTG-Ergebnisse der Probe NIST 2975 (5 % O<sub>2</sub>)

## APPLICATIONNOTE Untersuchungen zum Einfluss der Tiegelgeometrie auf die Verbrennung verschiedener Ruße

Die Abhängigkeit der Ergebnisse vom Sauerstoffgehalt des Spülgases ist in Abbildung 7 verdeutlicht.

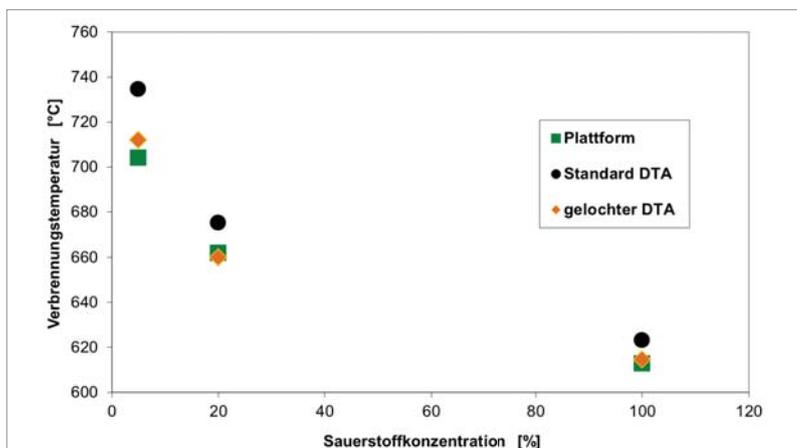
Der Vergleich verschiedener Rußtypen zeigt deutliche Unterschiede in allen bestimmbar- en Kenngrößen wie thermische Stabilität, Verbrennungstemperatur, Verbrennungsgeschwindigkeit und Restmasse (Abbildungen 8 und 9).

### Fazit

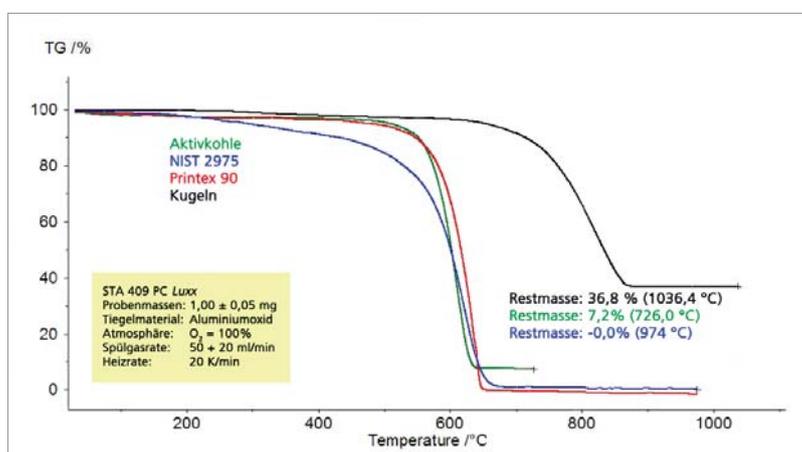
Die vorliegende Arbeit zeigt, dass die Tiegelgeometrie einen deutlichen Einfluss auf die Wechselwirkung zwischen Probe und Spülgas haben kann. Beispielhaft wurde hier die Verbrennungsreaktion von Ruß mit verschiedenen Sauerstoffkonzentrationen untersucht. Bei ansonsten identischen Messbedingungen und solange innerhalb einer Versuchsserie die gleiche Tiegelart verwendet wird, ist eine vergleichende Bewertung der Proben in jedem Fall möglich. Speziell bei kinetischen Auswertungen, bei denen der Umsatz zu jedem Zeitpunkt der Reaktion relevant ist, sollte jedoch darauf geachtet werden, dass Randbedingungen wie beispielsweise die Auswahl des Tiegels so erfolgen, dass sich diese auf die Reaktion nicht geschwindigkeitsbeeinflussend auswirken. Die Plattform und der gelochte Tiegel haben sich hierzu als besonders geeignet erwiesen.

### Literatur

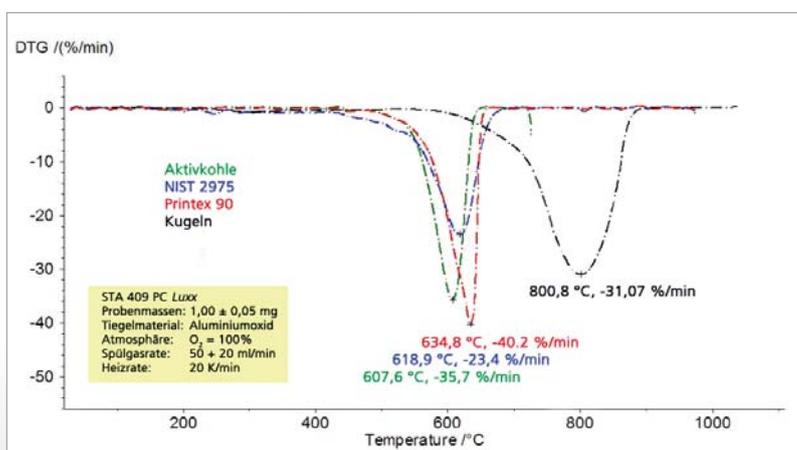
[1] Oxidationsschutzschichten für Heißgasverrohrungen und deren Charakterisierung mittels High-Speed-Ofen, Thomas Hutsch et.al., NETZSCH-OnSet<sup>10</sup>, S. 6 – 9



7 Abhängigkeit der Ergebnisse vom Sauerstoffgehalt des Spülgases



8 Vergleich der vier verschiedenen Rußproben (TG, kurzer DTA-Tiegel)



9 Vergleich der vier verschiedenen Rußproben (DTG, kurzer DTA-Tiegel)