

# Dissertation

Vanessa Heilmann

## Entwicklung eines Verfahrens zur Bestimmung von sicherheitstechnischen Kenngrößen von hybriden Dampf-Staub-Luft-Gemischen

ISSN 2941-1297  
ISBN 978-3-944659-53-4

DOI 10.7795/110.20250919





# Physikalisch-Technische Bundesanstalt

Dissertationen

**PTB-Diss-21**

Braunschweig, September 2025

Vanessa Heilmann

**Entwicklung eines Verfahrens zur Bestimmung  
von sicherheitstechnischen Kenngrößen von  
hybriden Dampf-Staub-Luft-Gemischen**

ISSN 2941-1297

ISBN 978-3-944659-53-4

DOI 10.7795/110.20250919

## **Empfohlene Zitierweise/recommended citation**

Heilmann, V., 2025. *Entwicklung eines Verfahrens zur Bestimmung von sicherheitstechnischen Kenngrößen von hybriden Dampf-Staub-Luft-Gemischen*. Dissertation, Otto-von-Guericke Universität Magdeburg. Braunschweig: Physikalisch-Technische Bundesanstalt. PTB-Bericht Diss-21. ISBN 978-3-944659-53-4. Verfügbar unter: <https://doi.org/10.7795/110.20250919>

## **Impressum:**

Physikalisch-Technische Bundesanstalt  
ISNI: 0000 0001 2186 1887

Presse und Öffentlichkeitsarbeit

Bundesallee 100  
38116 Braunschweig

Telefon: (05 31) 592-93 21  
Telefax: (05 31) 592-92 92  
[www.ptb.de](http://www.ptb.de)

**Entwicklung eines Verfahrens zur Bestimmung von sicherheitstechnischen  
Kenngrößen von hybriden Dampf–Staub–Luft–Gemischen**

**Dissertation**

zur Erlangung des akademischen Grades

**Doktoringenieurin  
(Dr.–Ing.)**

von Dipl.–Ing. Vanessa Heilmann, M.Sc.

geb. am 17.02.1988 in Bremen–Veegesack

genehmigt durch die Fakultät für Verfahrens– und Systemtechnik der Otto–von–  
Guericke–Universität Magdeburg

Gutachter/innen:

Prof. Dr.–Ing. habil. Ulrich Krause

Dr.–Ing. Michael Beyer

Prof. Dr.–Ing. habil. Frank Engelmann

Promotionskolloquium am 24.06.2025

# Inhaltsverzeichnis

<b>1. Einführung und Motivation</b>	<b>1</b>
<b>2. Theoretische Grundlagen</b>	<b>6</b>
2.1. Die Begriffe Detonation und Deflagration . . . . .	6
2.2. Stoffe und deren Explosionsverhalten . . . . .	7
2.2.1. Stäube . . . . .	7
2.2.2. Dämpfe . . . . .	8
2.2.3. hybride Gemische . . . . .	9
2.3. Sicherheitstechnische Kenngrößen . . . . .	10
2.3.1. Explosionsdruck . . . . .	11
2.3.2. zeitlicher Druckanstieg . . . . .	11
2.3.2.1. untere Explosionsgrenze (UEG) . . . . .	12
2.4. Zünderverzugszeit . . . . .	13
2.5. Vergleich zum 1- $m^3$ -Behälter . . . . .	13
2.6. Grundlagen der Strömungsvisualisierung . . . . .	15
2.6.1. Particle Image Velocimetry (PIV) . . . . .	15
2.6.2. Mathematische Modelle zur Kreuzkorrelation . . . . .	16
2.7. Überblick und Einordnung der Arbeit . . . . .	17
2.7.1. Staubexplosionen . . . . .	17
2.7.1.1. Einfluss der Feuchte . . . . .	18
2.7.1.2. Einfluss der Partikelgröße . . . . .	18
2.7.1.3. Einfluss der Turbulenz . . . . .	19
2.7.2. Vergleich 1- $m^3$ -Behälter mit 20-l-Kugel . . . . .	20

2.7.3.	hybride Gemische . . . . .	21
2.7.3.1.	Einfluss der Zündenergie . . . . .	23
2.7.3.2.	untere Explosionsgrenze . . . . .	24
2.7.4.	CFD und Strömungsuntersuchungen an der 20-l-Kugel . . . . .	25
<b>3.</b>	<b>Experimenteller Aufbau und Durchführung</b>	<b>27</b>
3.1.	Bestimmung sicherheitstechnischer Kenngrößen . . . . .	27
3.1.1.	Feuchtegehalt der Stäube . . . . .	29
3.1.2.	Partikelgrößenverteilung der Stäube . . . . .	29
3.1.3.	Zünderverzugszeiten . . . . .	29
3.2.	Verifizierung . . . . .	30
3.2.1.	Stäube . . . . .	30
3.2.2.	Dämpfe . . . . .	31
3.2.2.1.	Gemischzusammensetzung . . . . .	34
3.2.2.2.	Massenspektrometrie . . . . .	35
3.2.2.3.	Partialdruckmethode . . . . .	37
3.3.	Versuchsaufbau zur Messung von hybriden Gemischen . . . . .	38
3.3.1.	Versuchsaufbau zur Messung der unteren Explosionsgrenze von Staub- /Dampf-Luft-Gemischen . . . . .	40
3.3.1.1.	1. Ringversuch: hybride Gemische mit Gasen . . . . .	40
3.3.1.2.	2. Ringversuch: hybride Gemische mit Dämpfen . . . . .	40
3.4.	Messaufbau zur Visualisierung von Strömungszuständen mit Particle Image Velocimetry (PIV) . . . . .	41
3.5.	Auswertung mit <i>Origin®</i> -Makro . . . . .	44
3.6.	Auswertung mittels Python™ . . . . .	46
3.7.	Messtechnik . . . . .	51
3.7.1.	Druckaufnehmer . . . . .	51
3.7.2.	Massenspektrometrie . . . . .	52
3.7.3.	Messung von Partikelgrößen mittels Laserbeugung . . . . .	52

<b>4. Ergebnisse und Diskussion</b>	<b>53</b>
4.1. Untersuchungen von Reinstoffen . . . . .	53
4.1.1. Verifizierung von Stäuben mit Niacin . . . . .	53
4.1.2. Validierung von Dämpfen mit 2-Propanol . . . . .	54
4.1.2.1. Bestimmung der Dampfkonzentration beim Einbringen der Flüssigkeit . . . . .	56
4.1.2.2. Massenspektrometrie . . . . .	56
4.1.2.3. Partialdruckmethode . . . . .	60
4.2. Untersuchungen hybrider Gemische . . . . .	60
4.2.1. Explosionsdruck und zeitliche Druckanstiegsrate . . . . .	60
4.2.2. Verifizierung hybrider Gemische über Ringversuche . . . . .	64
4.2.2.1. Maisstärke mit Methan . . . . .	64
4.2.2.2. Maisstärke mit Aceton . . . . .	67
4.2.3. Untere Explosionsgrenze bei hybriden Gemischen . . . . .	70
4.2.3.1. Untere Explosionsgrenze bei 2x1 kJ Zündenergie . . . . .	70
4.2.3.2. Untere Explosionsgrenze bei 2x100 J Zündenergie . . . . .	77
4.2.4. Zündverzögerungszeit . . . . .	78
4.3. Messunsicherheiten . . . . .	85
4.4. Visuelle Untersuchungen . . . . .	87
4.4.0.1. Staubanwesenheit . . . . .	87
4.4.1. Strömungsdarstellungen . . . . .	95
4.4.2. Strömungsgeschwindigkeiten . . . . .	121
<b>5. Zusammenfassung</b>	<b>123</b>
<b>6. Literaturverzeichnis</b>	<b>125</b>
<b>A. Anhang</b>	<b>135</b>
A.1. Konzentrationstabellen . . . . .	135
A.2. Konzentrationsberechnungen . . . . .	137
A.3. Messunsicherheitsbudgets . . . . .	138

A.4. Daten Ringvergleich aller Versuchsteilnehmer . . . . .	148
A.5. Daten UEG 100J . . . . .	152
A.6. Mathematische Modellgleichungen zur Bildverarbeitung . . . . .	154

# Abbildungsverzeichnis

1.1. Aufbau der Arbeit . . . . .	4
2.1. Explosionen eines Niacin-Methan-Luft-Gemisches nach <i>García-Agreda</i> [21] .	10
2.2. Explosionsdruck und Druckanstiegsrate im Druck-Zeit-Diagramm eines Niacin- Luft-Gemisches . . . . .	12
2.3. Darstellung der Zünderverzugszeit . . . . .	13
2.4. Brennendes Hybridgemisch in der 20-l-Kugel . . . . .	14
3.1. Schematischer Aufbau der 20-l-Kugel nach [2] . . . . .	28
3.2. Druck-Zeit-Verlauf einer Explosion in der 20-l-Kugel . . . . .	31
3.3. Pyrotechnische Zünder . . . . .	32
3.4. Pyrotechnische Zünder nach Explosion . . . . .	32
3.5. Aufbau 20-l-Kugel mit Spritze . . . . .	33
3.6. Elektroden zur Erzeugung des Hochspannungsfunkens . . . . .	34
3.7. Sauerstoffsignal von Kalibriergasen und Aceton-Dampf über die Zeit . . . .	36
3.8. Kalibriergerade . . . . .	36
3.9. Fließdiagramm zum Prüfablauf . . . . .	39
3.10. Versuchsaufbau zur Visualisierung der Strömungszustände . . . . .	42
3.11. schematischer Aufbau zur Visualisierung der Strömungszustände . . . . .	43
3.12. optischer Aufbau zur Visualisierung der Strömungszustände . . . . .	43
3.13. Auswertung mit <i>Origin®</i> -Makro . . . . .	45
3.14. Zerlegen des Messvideos und Pixelzählung . . . . .	47
3.15. Bestimmung der Schwellenwerte von hellen und sehr hellen Pixeln . . . . .	48
3.16. Ablauf Algorithmus zur PIV . . . . .	49



3.17. Ablauf Algorithmus zur FFT-Korrelationsberechnung . . . . .	50
4.1. Ergebnisse der Niacin-Ringversuche von UvGU und PTB bei 2x 5kJ . . . .	54
4.2. Explosionsdruck und zeitliche Druckanstiegsrate von 2-Propanol gemessen mit 2 J Hochspannungsfunken . . . . .	55
4.3. Kalibrier- und exemplarische Probensignale der Sauerstoffpeaks von Aceton und Methan über die Zeit . . . . .	59
4.4. Vergleich der Explosionsdrücke und zeitlichen Druckanstiegsraten bei 2x 1kJ und 2x 5kJ pyrotechnischen Zündern eines Maisstärke-Luft-Gemisches	61
4.5. Explosionsdruck und zeitliche Druckanstiegsrate des Maisstärke-Methan- Gemisches bei 2x 1kJ . . . . .	63
4.6. Explosionsdruck und zeitliche Druckanstiegsrate des Maisstärke-Methan- Gemisches bei 2x 1kJ . . . . .	66
4.7. Ergebnisse des Messreihen der PTB des Ringvergleichs für hybride Gemi- sche mit Dämpfen bei 2x 1kJ . . . . .	68
4.8. Gesamtergebnisse des Ringvergleichs für hybride Gemische mit Dämpfen bei 2x 1kJ . . . . .	69
4.9. Explosionsüberdruck und zeitliche Druckanstiegsrate bei Bestimmung der UEG bei 2x 1 kJ Zündenergie . . . . .	72
4.10. Untere Explosionsgrenze bei 2x 1 kJ Zündenergie von 2-Propanol-Dampf mit Maisstärke . . . . .	73
4.11. Einzelmessungen der UEG von Maisstärke-2-Propanol-Luft-Gemischen bei 2x 1 kJ . . . . .	74
4.12. Einzelmessungen der UEG von reiner Maisstärke und reinem 2-Propanol bei 2x 1 kJ Zündenergie . . . . .	75
4.13. Aufnahme einer Zündung und Explosion eines hybriden Maisstärke-2-Propanol- Luft-Gemisches in der 20-l-Kugel . . . . .	77
4.14. Untere Explosionsgrenze bei 2x 100 J Zündenergie von 2-Propanol-Dampf mit Maisstärke unterschiedlicher Zünderchargen . . . . .	78

4.15. Zeitliche Druckanstiegsrate bei unterschiedlichen Zündverzögerungszeit verschiedener Aceton-Luft-Gemische und Maisstärke-Luft-Gemische . . . . .	79
4.16. zeitliche Druckanstiegsrate in Abhängigkeit zur Zündverzögerungszeit eines Maisstärke-Aceton-Luft-Gemisches von unterschiedlichen Konzentrationen nahe der unteren Explosionsgrenze . . . . .	80
4.17. zeitliche Druckanstiegsrate bei unterschiedlichen Zünderverzugszeiten eines Maisstärke-Aceton-Luft-Gemisches bei 1 Vol.-% im Vergleich zum Reinstoff	81
4.18. zeitliche Druckanstiegsrate bei unterschiedlichen Zünderverzugszeiten verschiedener Maisstärke-Aceton-Luft-Gemische bei höherem Staubanteil . . .	82
4.19. zeitliche Druckanstiegsrate bei unterschiedlichen Zünderverzugszeiten verschiedener Maisstärke-Aceton-Luft-Gemische bei geringerem Staubanteil . .	82
4.20. Boxdiagramm zur Darstellung der hellen Pixelverteilung ohne zusätzlichen Dampf . . . . .	89
4.21. Boxdiagramm zur Darstellung der hellen Pixelverteilung bei 1 Vol.-% Dampfanteil . . . . .	90
4.22. Boxdiagramm zur Darstellung der hellen Pixelverteilung bei 3 Vol.-% Dampfanteil . . . . .	91
4.23. Boxdiagramm zur Darstellung der sehr hellen Pixelverteilung bei einer Konzentration von $60 \text{ g/m}^3$ Maisstärke . . . . .	93
4.24. Boxdiagramm zur Darstellung der sehr hellen Pixelverteilung bei einer Konzentration von $60 \text{ g/m}^3$ Maisstärke mit 1 Vol.-% Aceton . . . . .	94
4.25. Boxdiagramm zur Darstellung der sehr hellen Pixelverteilung bei einer Konzentration von $60 \text{ g/m}^3$ Maisstärke mit 3 Vol.-% Aceton . . . . .	94
4.26. Originalbilder aus dem Inneren der 20-l-Kugel nach dem Einblasen von $60 \text{ g/m}^3$ Staub ohne Dampf . . . . .	97
4.27. FFT-, PIV-Auswertung sowie Fluktuationsgeschwindigkeit von $60 \text{ g/m}^3$ bei 20 ms nach Einblasen des Staubes . . . . .	98
4.28. FFT-, PIV-Auswertung sowie Fluktuationsgeschwindigkeit von $60 \text{ g/m}^3$ bei 40 ms nach Einblasen des Staubes . . . . .	99

4.29. FFT-, PIV-Auswertung sowie Fluktuationsgeschwindigkeit von $60 \text{ g/m}^3$ bei 60 ms nach Einblasen des Staubes . . . . .	102
4.30. FFT-, PIV-Auswertung sowie Fluktuationsgeschwindigkeit von $60 \text{ g/m}^3$ bei 80 ms nach Einblasen des Staubes . . . . .	103
4.31. FFT-, PIV-Auswertung sowie Fluktuationsgeschwindigkeit von $60 \text{ g/m}^3$ bei 100 ms nach Einblasen des Staubes . . . . .	104
4.32. FFT-, PIV-Auswertung sowie Fluktuationsgeschwindigkeit von $60 \text{ g/m}^3$ bei 200 ms nach Einblasen des Staubes . . . . .	105
4.33. FFT-, PIV-Auswertung sowie Fluktuationsgeschwindigkeit von $60 \text{ g/m}^3$ und 1 Vol.-% Aceton bei 20 ms nach Einblasen des Staubes . . . . .	107
4.34. FFT-, PIV-Auswertung sowie Fluktuationsgeschwindigkeit von $60 \text{ g/m}^3$ und 1 Vol.-% Aceton bei 40 ms nach Einblasen des Staubes . . . . .	108
4.35. FFT-, PIV-Auswertung sowie Fluktuationsgeschwindigkeit von $60 \text{ g/m}^3$ und 1 Vol.-% Aceton bei 60 ms nach Einblasen des Staubes . . . . .	109
4.36. FFT-, PIV-Auswertung sowie Fluktuationsgeschwindigkeit von $60 \text{ g/m}^3$ und 1 Vol.-% Aceton bei 80 ms nach Einblasen des Staubes . . . . .	110
4.37. FFT-, PIV-Auswertung sowie Fluktuationsgeschwindigkeit von $60 \text{ g/m}^3$ und 1 Vol.-% Aceton bei 100 ms nach Einblasen des Staubes . . . . .	111
4.38. FFT-, PIV-Auswertung sowie Fluktuationsgeschwindigkeit von $60 \text{ g/m}^3$ und 1 Vol.-% Aceton bei 200 ms nach Einblasen des Staubes . . . . .	112
4.39. FFT-, PIV-Auswertung sowie Fluktuationsgeschwindigkeit von $60 \text{ g/m}^3$ und 3 Vol.-% Aceton bei 20 ms nach Einblasen des Staubes . . . . .	114
4.40. FFT-, PIV-Auswertung sowie Fluktuationsgeschwindigkeit von $60 \text{ g/m}^3$ und 3 Vol.-% Aceton bei 40 ms nach Einblasen des Staubes . . . . .	115
4.41. FFT-, PIV-Auswertung sowie Fluktuationsgeschwindigkeit von $60 \text{ g/m}^3$ und 3 Vol.-% Aceton bei 60 ms nach Einblasen des Staubes . . . . .	116
4.42. FFT-, PIV-Auswertung sowie Fluktuationsgeschwindigkeit von $60 \text{ g/m}^3$ und 3 Vol.-% Aceton bei 80 ms nach Einblasen des Staubes . . . . .	117

4.43. Originalbilder aus dem Inneren der 20-l-Kugel nach dem Einblasen von 60 g/m <sup>3</sup> Staub mit 3 Vol.-% Aceton . . . . .	118
4.44. FFT-, PIV-Auswertung sowie Fluktuationsgeschwindigkeit von 60 g/m <sup>3</sup> und 3 Vol.-% Aceton bei 100 ms nach Einblasen des Staubes . . . . .	119
4.45. FFT-, PIV-Auswertung sowie Fluktuationsgeschwindigkeit von 60 g/m <sup>3</sup> und 3 Vol.-% Aceton bei 200 ms nach Einblasen des Staubes . . . . .	120
4.46. mittlere maximale Strömungsgeschwindigkeit in Abhängigkeit der Zeit für Maisstärke-Aceton-Luft-Gemische unterschiedlicher Konzentrationen . . . .	122
A.1. Ergebnisse der Einzelteilnehmer des Ringversuchs für hybride Staub-Dampf- Luft-Gemische bei 0 Vol.-% Dampfanteil . . . . .	149
A.2. Ergebnisse der Einzelteilnehmer des Ringversuchs für hybride Staub-Dampf- Luft-Gemische bei 2 Vol.-% Dampfanteil . . . . .	150
A.3. Ergebnisse der Einzelteilnehmer des Ringversuchs für hybride Staub-Dampf- Luft-Gemische bei 4 Vol.-% Dampfanteil . . . . .	151
A.4. Einzelergebnisse der Bestimmung der unteren Explosionsgrenze bei einer Zündenergie von 2x 100 J . . . . .	153

# Tabellenverzeichnis

2.1. Staubexplosionsklassen . . . . .	12
3.1. Konzentrationszusammenstellung beim Ringversuch mit hybriden Gemischen	41
4.1. Ergebnisse der Niacin-Ringversuche von OvGU und PTB mit dem CaRo- Ringversuch . . . . .	54
4.2. Durchschnittliche gemessene Sauerstoffanteile und ihre Abweichungen von den geforderten Sauerstoffanteilen für verschiedene Brennstoffe . . . . .	57
4.3. Vergleich unterschiedlicher Einspritzmethoden für Flüssigkeiten . . . . .	60
4.4. Ergebnisse des Ringversuchs zur Messung von $P_{max}$ und $dpdt_{max}$ von hy- briden Gemischen mit Dämpfen . . . . .	70
A.1. Umrechnungstabelle Maisstärke 20l - 1 $m^3$ . . . . .	135
A.2. Konzentrationstabelle Aceton . . . . .	136
A.3. Konzentrationstabelle 2-Propanol . . . . .	136
A.4. Berechnung der Menge an Maisstärke in Anwesenheit verschiedener Dampf- konzentrationen im Fall von vollständiger Verbrennung . . . . .	148

# Abkürzungs- und Symbolverzeichnis

$a$	Verhältnis [-]
$A'(x, y)$	Helligkeitswerte des Bildes
$B'(x + a, y + b)$	Helligkeitswerte des Bildes verschoben um a,b
Bildrate	frames per second [fps]
$c$	Konzentration [Vol.-%]
$c_{Staub}$	Staubkonzentration [ $\frac{g}{m^3}$ ]
$c_{St}$	Staubkonzentration [ $\frac{g}{m^3}$ ]
$c_{Dampf}$	Dampfkonzentration [Vol.-%]
$c_D$	Dampfkonzentration [Vol.-%]
$(dp/dt)_{ex}$	zeitlicher Druckanstieg [ $\frac{bar}{s}$ ]
$(dp/dt)_{max}$	maximaler zeitlicher Druckanstieg [ $\frac{bar}{s}$ ]
$\Delta p$	Druckdifferenz [bar]
$\Delta \vec{x}$	Partikelverschiebung [m]
$\Delta t$	Zeitdifferenz [s]
$E_i$	Zündenergie [J]
$f_t$	Abtastfrequenz [Hz]
$f$	Normierungsfaktor
GUM	Guide to the Expression of Uncertainty in Measurement
HPLC	High Pressure Liquid Chromatography
$h(i, j)$	Filteroperator
i	Pixelverschiebungen im Bild
Isopropanol	2-Propanol
$I$	Kreuzkorrelationswert der Verschiebung

$j$	Pixelverschiebungen im Bild
$\kappa$	Krümmung
$K_{St}$	K-Wert von Staub [ $\frac{\text{bar}\cdot\text{m}}{\text{s}}$ ]
$K_D$	K-Wert von Dampf [ $\frac{\text{bar}\cdot\text{m}}{\text{s}}$ ]
LabView	Laboratory Virtual Instrumentation Engineering Workbench
$m$	Verschiebungen innerhalb von Bildern
$m_0$	leeres Wäagegefäß zur Feuchtigkeitsbestimmung mit Deckel [g]
$m_e$	Einwaage [g]
$m_1$	Wäagegefäß zur Feuchtebestimmung mit Deckel vor der Trocknung [g]
$m_2$	Wäagegefäß zur Feuchtebestimmung mit Deckel nach der Trocknung [g]
$m_\phi$	Masse relative Feuchte [g]
$m_{Staub}$	Masse Staub [g]
$m_{Brennstoff}$	Masse des Brennstoffs [g]
$M$	molare Masse [ $\frac{\text{g}}{\text{mol}}$ ]
$M_i$	molare Masse des Brennstoffs [ $\frac{\text{g}}{\text{mol}}$ ]
MEC	minimale explosionsfähige Konzentration
$N$	Optische Vergrößerung
$n$	Verschiebungen innerhalb von Bildern
$n_L$	Stoffmenge Luft [mol]
$n_{Samples}$	Anzahl der Messwerte [-]
OvGU	Otto-von-Guericke-Universität Magdeburg
$p$	Druck [bar]
$p_{ex}$	Explosionsdruck [bar]
$p_{max}$	maximaler Explosionsdruck [bar]
$p_{ci}$	Druck durch Zündenergie [bar]
$p_{g,ex}$	korrigierter Explosionsüberdruck [bar]
$p_{Tüte}$	Druck im Staubvorratsbehälter [bar]
$p_{Flasche}$	Druck in der Druckluftflasche [bar]
$p_K$	Druck in der Hauptkammer der 20-l-Kugel [bar]
$p_i$	Druck während der Messung [bar]

$\rho$	Dichte [ $\frac{\text{kg}}{\text{m}^3}$ ]
$R$	ideale Gaskonstante [ $\frac{\text{kg}\cdot\text{m}^2}{\text{s}^2\cdot\text{mol}\cdot\text{K}}$ ]
$S(x, y)$	Ortsraum
$t$	Zeit [s]
$t_R$	Beruhigungszeit [s]
$t_v$	Zünderverzugszeit [s]
$t_1$	Verbrennungszeit [s]
$t_{et}$	Belichtungszeit [ $\mu\text{s}$ ]
$T$	Temperatur [K]
$u_{cStaub}$	Unsicherheit der Staubkonzentration [%]
$u_{cDampf}$	Unsicherheit der Dampfkonzentration [%]
$u_{MUF}$	Unsicherheit des Messumformers [%]
$u_{Sensor}$	Unsicherheit des Sensors [%]
$u_{MM}$	Unsicherheit des Messmoduls [%]
UEG	untere Explosionsgrenze [Vol.-%]
$V$	Volumen [ $\text{m}^3$ ]
$V_{Luft}$	Luftvolumen [ $\text{m}^3$ ]
$V_{Tüte}$	Volumen des Staubvorratsbehälters [ $\text{m}^3$ ]
$V_K$	Volumen der Hauptkammer der 20-l-Kugel [ $\text{m}^3$ ]
$V_{Brennstoff}$	Volumen des Brennstoffs [ $\text{m}^3$ ]
$V_M$	molares Gasvolumen bei 20°C [ $\text{m}^3$ ]
$v_{fluc}$	Fluktuationsgeschwindigkeit [m/s]
$\vec{v}$	Geschwindigkeitsvektoren [m/s]
$x$	Anteil [-]



# Kurzfassung

Die vorliegende Forschungsarbeit konzentriert sich auf die Entwicklung eines Verfahrens zur Bestimmung sicherheitstechnischer Kenngrößen von hybriden Gemischen. Um das neu entwickelte System umfassend zu charakterisieren, wurden mehrere aufeinanderfolgende Schritte unternommen.

Zu Beginn wurde das entwickelte Verfahren, das auf der Bestimmung von sicherheitstechnischen Kenngrößen von Stäuben mittels der 20-l-Kugel basiert, für Reinstoff-Luft-Gemische verifiziert und anschließend durch entsprechende Ringversuche für hybride Gemische validiert.

Anschließend wurden Messungen zur Bestimmung der unteren Explosionsgrenze (UEG) durchgeführt, wobei kritische Fragen zur Verlässlichkeit von UEG-Messungen mittels der 20-l-Kugel aufgeworfen wurden, was weitere Untersuchungen anregte.

In einem nächsten Schritt erfolgte die Ermittlung der Zünderverzugszeiten für hybride Gemische mit variierenden Dampf- und Staubanteilen. Die Daten zeigten signifikante Unterschiede in den Zünderverzugszeiten, abhängig von den spezifischen Eigenschaften der untersuchten Gemischzusammensetzungen, betonten jedoch die Notwendigkeit der Berücksichtigung von fluiddynamischen Gesichtspunkten, die die Sicherheitskenngrößen beeinflussen.

Die strömungsmechanischen Eigenschaften von hybriden Gemischen im entwickelten Messsystem wurden daraufhin mit einer Hochgeschwindigkeitskamera untersucht. Die Ergebnisse deuten darauf hin, dass die Auswahl geeigneter Zünderverzugszeiten für hybride Gemische mit Dämpfen stark von den Stoffeigenschaften des zu messenden Systems abhängig ist.

Diese Arbeit liefert Erkenntnisse und methodische Ansätze zur Charakterisierung von hybriden Gemischen mit Dämpfen unter Verwendung der 20-l-Kugel. Es werden einige Parameter wie die Zünderverzugszeit im Hinblick auf strömungsmechanische Eigenschaften kritisch hinterfragt. Dies wirft die abschließende Frage auf, ob die 20-l-Kugel ein geeignetes Messverfahren darstellt, um die realen Vorgänge bei einer Staubexplosion zuverlässig abzubilden und somit sicherheitstechnische Kenngrößen standardisiert zu bestimmen.

# Abstract

This research focuses on the development of a method for determining safety-related parameters of hybrid mixtures. To comprehensively characterize the newly developed system, several sequential steps were undertaken.

Initially, the developed method, which is based on the determination of safety characteristics of explosion protection of dusts using the 20L sphere, was verified for pure substance-air mixtures and subsequently validated through corresponding ring tests for hybrid mixtures. Subsequently, measurements were conducted to determine the lower explosion limit (LEL), raising critical questions regarding the reliability of LEL measurements using the 20L-ball, which prompted further investigations. In the following step, ignition delay times for hybrid mixtures with varying vapor and dust contents were determined. The data revealed significant variations in ignition delay times depending on the specific properties of the investigated mixture compositions, highlighting the necessity of considering fluid dynamic aspects that influence safety characteristics. The fluid mechanical properties of hybrid mixtures in the developed measurement system were then examined using a high-speed camera. The results suggest that the selection of suitable ignition delay times for hybrid mixtures containing vapors depends on the material properties of the system being measured.

This work provides insights and methodological approaches for characterizing hybrid mixtures containing vapors using the 20-l-sphere. Several parameters, such as ignition delay time in relation to fluid dynamic properties, are critically examined. This raises the final question of whether the 20L sphere is a suitable measurement method to reliably represent real-world processes in dust explosions and for standardizing the determination of safety characteristics in explosion protection.

# 1. Einführung und Motivation

Sicherheitstechnische Kenngrößen sind maßgebend für die Beurteilung von Sicherheitsrisiken. Anhand von Kenngrößen können wichtige stoffspezifische Eigenschaften beurteilt und Anlagen sicher ausgelegt werden [1]. Die Verfahren zur Bestimmung von sicherheitstechnischen Kenngrößen sind in der Regel in den jeweiligen Normen beschrieben und stellen durch ein standardisiertes Verfahren eine Vergleichbarkeit der Messwerte sicher. Für brennbare Stäube sowie Dämpfe und Gase gibt es daher Normen, welche sich mit der Ermittlung von bestimmten Kenngrößen des Explosionsschutzes beschäftigen (z.B. maximaler Explosionsdruck oder Sauerstoffgrenzkonzentration) [2], [3], [4].

Die jeweiligen Normen für Stäube und Dämpfe unterscheiden sich in ihrer Prüfprozedur, den verwendeten Zündquellen, Apparaturen und ihrer Auswertung deutlich voneinander. Die Bestimmung der sicherheitstechnischen Kenngrößen eines Staub-/Dampfgemisches ist daher mittels der bestehenden Normen nicht möglich. In Prozessanlagen wie beispielsweise Lackieranlagen und Sprühtrocknern oder bei der Herstellung von Nanomaterialien können Stäube in Kombination mit Dämpfen oder Brenngasen auftreten. Solche Kombinationen werden hybride Gemische genannt [5]. Gerade fein verteilte Stäube haben aufgrund ihrer großen Oberfläche die Möglichkeit der Wechselwirkung mit Dämpfen [6], was zu einem veränderten Explosionsverhalten führt. Aus bisherigen Arbeiten ist bekannt, dass bei Explosionen von hybriden Gemischen der maximale Explosionsdruck genauso hoch oder höher liegt als die entsprechenden Reinstoffgemische und bereits bei deutlich geringeren Brennstoffkonzentrationen erreicht wird. Zudem bleiben hybride Gemische unterhalb der unteren Explosionsgrenze des jeweiligen Reinstoffes explosionsfähig. [6], [7], [8]

Bisherige Arbeiten konnten zeigen, dass die Vorhersage der unteren Explosionsgrenze basierend auf Berechnungsmodellen aus Reinstoffgemischen unzuverlässig ist. Hier ist mehr Wissen über den Reaktionsmechanismus bei der Verbrennung von hybriden Gemischen notwendig, um das Explosionsverhalten besser zu verstehen und zuverlässig vorherzusagen. [5],[9] Derzeit müssen die jeweiligen Kenngrößen von hybriden Gemischen einzeln bestimmt werden, um diese Gefahren sicherheitstechnisch einschätzen zu können. Ausgehend vom Verfahren zur Messung von maximalem Explosionsdruck ( $p_{ex}$ ), maximaler zeitlicher Druckanstiegsrate  $(\frac{dp}{dt})_{ex}$  und unterer Explosionsgrenze von reinen Stäuben wird in dieser Arbeit ein Verfahren entwickelt, das zur Bestimmung dieser Kenngrößen für hybride Gemische geeignet ist. Diese Arbeit ist Teil eines größeren Projektes zur Entwicklung von standardisierten Messverfahren zur Bestimmung von sicherheitstechnischen Kenngrößen für hybride Gemische (NEX-HYS). Das NEX-HYS-Projekt, gefördert vom Bundesministerium für Wirtschaft und Klimaschutz, war ein WIPANO-Projekt (Wissens- und Technologietransfer durch Patente und Normen) und hatte eine Laufzeit von 2019-2022. Neben der Otto-von-Guericke-Universität und der Physikalisch-Technischen Bundesanstalt (PTB) waren die Bundesanstalt für Materialforschung und -prüfung (BAM), die Inburex Consulting GmbH und das Deutsche Institut für Normung e.V. (DIN e.V.) Projektbeteiligte. Der Projektanteil der PTB beschäftigte sich hauptsächlich mit der Entwicklung eines Verfahrens zur Bestimmung von maximalem Explosionsdruck ( $p_{ex}$ ), maximaler zeitlicher Druckanstiegsrate  $((\frac{dp}{dt})_{ex})$  und unterer Explosionsgrenze von hybriden Gemischen (UEG) mit brennbaren Flüssigkeiten. Die Ergebnisse sind in dieser Arbeit beschrieben. Ziel des NEX-HYS-Projektes war die Erstellung einer technischen Spezifikation zur Bestimmung von maximalem Explosionsdruck und zeitlicher Druckanstiegsrate. Diese technische Spezifikation wurde im Arbeitskreis AK- 095-02-09-01 AK des DIN auf Grundlage der Projektergebnisse erarbeitet.

Ziel dieser Arbeit ist neben der Entwicklung einer Prüfapparatur und der anschließenden Verifizierung über Reinstoffgemische und Ringversuche die weitere Charakterisierung des gewählten Prüfverfahrens u.a. unter fluiddynamischen Aspekten. Dabei wird beispielsweise

se die Bestimmung der unteren Explosionsgrenze von hybriden Gemischen kritisch hinterfragt. Die in dieser Arbeit durchgeführten Untersuchungen gehen über die im NEX-HYS-Projekt geforderten Untersuchungen hinaus.

Die Strömungszustände während der Bestimmung der Kenngrößen in der 20-l-Kugel haben einen entscheidenden Einfluss auf die ermittelten Kenngrößen, insbesondere bei der Bestimmung der maximalen Druckanstiegsrate. Daher soll in der kritischen Betrachtung der entwickelten Versuchsanordnung darauf ein besonderer Fokus liegen. Speziell die Wahl einer sinnvollen Zünderverzugszeit stellt bei hybriden Gemischen eine Herausforderung dar, denn während  $p_{ex}$  und  $(\frac{dp}{dt})_{ex}$  reiner Stäube unter hoch turbulenten Bedingungen bestimmt werden, benötigt ihre Bestimmung bei reinen Dämpfen eine beruhigte Dampfatmosfera im Inneren der 20-l-Kugel um repräsentative Ergebnisse zu erzielen. In der Norm zur Bestimmung von  $p_{ex}$  und  $(\frac{dp}{dt})_{ex}$  reiner Stäube wird eine Zünderverzugszeit von 60 ms definiert. [2] [3] Ausgehend von dieser Zeit werden weitere Untersuchungen durchgeführt, um eine optimale Zünderverzugszeit für die Messung von  $p_{ex}$  und  $(\frac{dp}{dt})_{ex}$  von hybriden Gemischen zu bestimmen.

Die Struktur der vorliegenden Arbeit ist in Abbildung 1.1 dargestellt. Nach der Einleitung und der Formulierung der Forschungsfrage in **Kapitel 1** werden zunächst allgemeine Begrifflichkeiten, die zum Verständnis dieser Arbeit beitragen, erläutert. Auf die theoretischen Hintergründe einiger Messtechniken und Auswertungen wird nochmals im Besonderen in **Kapitel 2** eingegangen. Anschließend folgt der experimentelle Aufbau und die Durchführung der Versuche in **Kapitel 3**. Dabei wird zunächst der generelle Versuchsaufbau erläutert und im Folgenden die Versuchsmodifizierungen. Grundsätzlich beginnen die Versuche zunächst mit den Verifizierungen mittels Reinstoffgemischen sowie Ringversuchen, anschließend folgen Versuche zu hybriden Gemischen. Schließlich werden die Versuchsaufbauten der Strömungsversuche erläutert. Zusätzlich wird näher auf die Auswertung der Versuche eingegangen mit den jeweiligen Verweisen auf das Kapitel der theoretischen Hintergründe. Die verwendete Messtechnik wird ebenfalls erläutert. Im **Kapitel 4** werden die Ergebnisse und die daraus gewonnenen Erkenntnisse erläutert und



Abbildung 1.1.: Aufbau der Arbeit

dargestellt. Dieses Kapitel folgt im Aufbau dem Aufbau des vorherigen Kapitels „Experimenteller Aufbau und Durchführung“. Es beginnt zunächst mit den Verifizierungen und den Ringversuchen und anschließend mit den Untersuchungen zur unteren Explosionsgrenze und den Zünderverzugszeiten. Abschließend folgen die Ergebnisse zur Strömungsvisualisierung mittels Particle Image Velocimetry (PIV). Im **Kapitel 5** wird die im Rahmen der Arbeit gewonnenen Erkenntnisse zusammengefasst und weiterer Forschungsbedarf in den Blick genommen.



## 2. Theoretische Grundlagen

In diesem Kapitel sollen die theoretischen Grundlagen, welche zum Verständnis dieser Arbeit notwendig sind, erläutert werden.

### 2.1. Die Begriffe Detonation und Deflagration

Die Geschwindigkeit, mit der sich Verbrennungsprozesse in einer Gas- oder einer Dampfphase ausbreiten, kann in Form einer laminaren oder turbulenten Flamme erfolgen. Eine laminare Flamme ist durch geordnete Strömungsverhältnisse gekennzeichnet, während eine turbulente Flamme durch chaotische Wirbelbewegungen geprägt ist. Wenn sich die Flamme mit einer Geschwindigkeit unterhalb der Schallgeschwindigkeit des unverbrannten Mediums ausbreitet (beispielsweise  $343 \frac{m}{s}$  in trockener Luft), spricht man von einer Deflagration. Laminare Verbrennungsgeschwindigkeiten liegen üblicherweise bei wenigen  $\frac{cm}{s}$  bzw.  $\frac{m}{s}$ . [1] Durch die schnelle Volumenzunahme aufgrund der entstehenden Reaktionsprodukte entsteht insbesondere bei Staubexplosionen eine Turbulenz, die die Feststoffteilchen aufwirbelt und somit eine fortlaufende Verbrennung der Teilchen begünstigt [10]. Eine weitere Verwendung des Begriffes der Deflagration ist das Abbrennen von Staub in freier Atmosphäre [6].

Bei turbulenten Flammen mit Verbrennungsgeschwindigkeiten, oberhalb der Schallgeschwindigkeit, spricht man von einer Detonation. [1] Die Ausbreitungsgeschwindigkeit ist abhängig von der Geometrie des Reaktionsraumes. [11] In abgeschlossenen Behältern kann es zu einem Druckaufbau kommen, welcher zu einer Zerstörung des Behälters führen kann. [6] Beispiele für detonationsfördernde Geometrien sind Rohre oder Stollen im Bergbau. [11] Detonationen werden im Rahmen dieser Arbeit nicht behandelt.

## 2.2. Stoffe und deren Explosionsverhalten

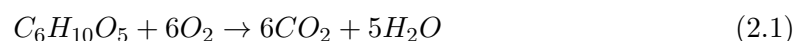
Es werden Stube, Dampfe und hybride Gemische und deren unterschiedliches Verhalten wahrend einer Explosion erlautert.

### 2.2.1. Stube

Stube sind Feststoffteilchen, welche feinst verteilt in der Luft vorliegen und im aufgewirbelten Zustand lange Zeit schweben konnen. Sie weisen eine Partikelgroe kleiner als  $500\text{ }\mu\text{m}$  auf. [12] Um eine Staubexplosion zu ermoglichen, muss der Staub mit dem Sauerstoff der Luft verbrennen. [1] Grundsatzlich gilt Staub unterhalb einer Partikelgroe von  $500\text{ }\mu\text{m}$  als potentiell explosionsfahig. [11]

Wenn die Partikelgroe auf  $100\text{ }\mu\text{m}$  oder kleiner reduziert wird und die Partikel in einem grozugig bemessenen Luftvolumen gleichmaig verteilt sind, um zur ungehinderten Verbrennung zu fuhren, steigt die Verbrennungsgeschwindigkeit signifikant an. Gleichzeitig nimmt die benotigte Zundenergie stark ab. Der Transportvorgang des Sauerstoffs an die Partikeloberflache des Staubes ist der geschwindigkeitsbestimmende Schritt bei der Partikelverbrennung.[13] Die Intensitat der Verbrennungsreaktion nimmt mit abnehmender Partikelgroe zu, bis ein stoffspezifischer Mindestdurchmesser erreicht ist. [10] [14]

Wasseranteile im Staub, also Feuchtigkeit, reduziert die Zundfahigkeit und das Ausma der Explosion (insbesondere hinsichtlich Explosionsdruck und Druckanstiegsrate) eines Staubes. Die genaue Rolle des Wassers wahrend der Explosion, speziell bei organischen Stuben, ist komplex. Zum einen fungiert das Wasser durch das Verdampfen und Erhitzen als eine Art Warmesenke. Zusatzlich fordert es die Kohasion des Staubes und behindert dadurch die homogene Verteilung der Staubpartikel im aufgewirbelten Zustand. [10] Ex In dieser Arbeit wird als Staub Maisstarke und zu Verifizierungszwecken Niacin verwendet. Maisstarke verbrennt idealerweise vollstandig nach Gleichung 2.1. Bei unvollstandiger Verbrennung entstehen zusatzlich Kohlenstoffmonoxid (CO) und Stickoxide ( $NO_x$ ).



### 2.2.2. Dämpfe

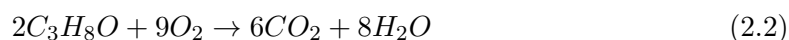
Dämpfe sind der gasförmige Zustand eines Stoffes, der bei Raumtemperatur und Normaldruck flüssig oder fest ist [15]. Flüssige Stoffe können unter veränderten Zustandsbedingungen verdampfen.

Dämpfe brennbarer Flüssigkeiten zeigen ein ähnliches Verbrennungsverhalten wie reine Gase [16]. Nur bei ausreichend hoher Temperatur unterhalb des Dampfdruckes der zu untersuchenden Flüssigkeit kann eine vollständige Verdampfung erreicht werden.

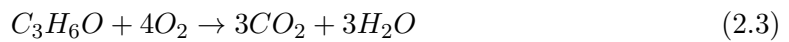
Eine Gas- oder Dampfexplosion ist eine schnelle Verbrennungsreaktion, die einen schnellen Druckanstieg verursacht. Der brennende Dampf sorgt wiederum für eine starke Temperaturerhöhung, welche dann wieder einen noch schnelleren Druckanstieg verursacht. Der höchste Druckanstieg wird dabei ohne Berücksichtigung von Zündenergie, Temperatur und Turbulenz im stöchiometrischen Verhältnis beider Reaktionsteilnehmer (Brenngas mit Luft) erreicht. [1] Die Geschwindigkeit der Verbrennung eines homogenen Brenngas/Luft-Gemisches wird durch die stoffspezifische Reaktionskinetik bestimmt.[13]

Höhere Turbulenzen von Gas-Luft-Gemischen führen zu schnelleren und effizienteren Verbrennungsreaktionen. Durch die Steuerung der Turbulenz kann der Massen- und Wärmetransport während der Verbrennungsreaktion und die Verbrennungsgeschwindigkeit somit beeinflusst werden. [17] Die Verbrennungsgeschwindigkeit von Dämpfen nimmt allerdings bei zunehmendem Vorhandensein von Tröpfchen in der Gasphase ab. [1]

In dieser Arbeit werden 2-Propanol und Propanon verdampft und anschließend als Dampf verwendet. Beide verbrennen bei vollständiger Reaktion nach Gleichungen 2.2 und 2.3 [18].



2-Propanol, auch bekannt als Isopropanol, ist ein gängiges Lösungsmittel mit unterschiedlichsten Anwendungen, etwa als Reinigungs- oder Desinfektionsmittel. Propanon, besser bekannt als Aceton, findet ebenfalls als Lösungsmittel zum Lösen von beispielsweise Lacken und Farben Anwendung. [18]



### 2.2.3. hybride Gemische

Hybride Gemische bestehen aus mindestens zwei Stoffen unterschiedlicher Aggregatzustände und Luft, beispielsweise als Staub-Dampf-Luft-Gemisch. Ihr Explosionsverhalten unterscheidet sich vom Verhalten der entsprechenden Reinstoff-Luft-Gemisch. Bisherige Untersuchungen haben gezeigt, dass Explosionen von hybriden Gemischen nicht nur stärker sind, sondern auch schon bei wesentlich geringeren Brennstoffkonzentrationen im Vergleich zu reinen Gas-, Dampf- bzw. Staubexplosionen auftreten. Auch der Versuch, das Explosionsverhalten von hybriden Gemischen aus den jeweiligen sicherheitstechnischen Kenngrößen der Reinstoffe zu berechnen, führte nicht zum Erfolg. [5] Zudem führt die Zugabe von wenigen Volumenprozent Brenngas bei einem Staub-Luft-Gemisch zu einer höheren Zündempfindlichkeit. [19]

Hybride Gemische bleiben explosionsfähig obwohl die Konzentrationen der jeweiligen Reinstoffe unterhalb ihrer jeweiligen unteren Explosionsgrenze liegen. [20] Zur Charakterisierung hybrider Stoffsysteme müssen daher eigene Kenngrößen bestimmt werden, um ein mögliches Sicherheitsrisiko im hinreichenden Maße zu identifizieren.[5]

Der Reaktionsmechanismus von hybriden Gemischen ist noch nicht eindeutig erforscht. Einige Forscher wie beispielsweise *Garcia-Agreda* [21] und *Cloney* [22] versuchten erste Reaktionsmechanismen zu beschreiben. *Garcia-Agreda* definierte fünf unterschiedliche Explosionsverhalten für ein Niacin-Methan-Luft-Gemisch. Das Explosionsverhalten ist in Abbildung 2.1 dargestellt. Bei höheren Staubkonzentrationen im Vergleich zu den verwendeten Gaskonzentrationen entspricht das Explosionsverhalten demjenigen einer Staubexplosion. Im umgekehrten Fall, nämlich bei geringen Staubkonzentrationen und hohen Gasexplosionen, entspricht das Explosionsverhalten dem einer Gasexplosion. [21] Das bedeutet, der Mechanismus der Verbrennungsreaktion wird durch die Wechselwirkung und Reaktion der beiden Brennstoffe, des Oxidationsmittels (typischerweise Sauerstoff aus der Luft) und der Zündquelle bestimmt. Er ist stark von den Eigenschaften der Brennstoff-

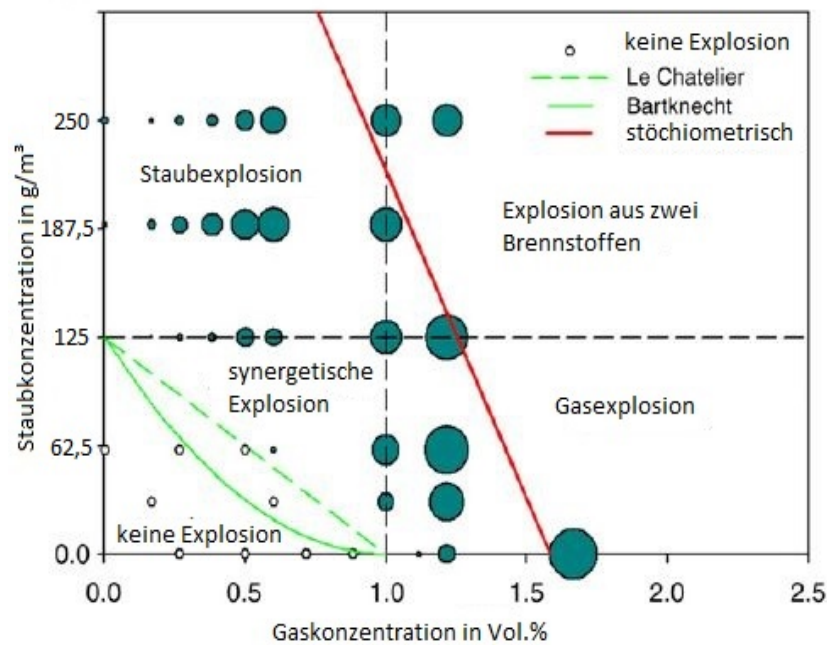


Abbildung 2.1.: Explosionen eines Niacin-Methan-Luft-Gemisches nach *Garcia-Agreda* nach [21]

fe, der Umgebungsbedingungen, der Brennstoffkonzentrationen und dem Verhältnis von Oxidationsmittel zum Brennstoff abhängig.

Die Forscher um *Cloney* haben die Explosionsverhalten der staubgetriebenen Explosionen um Eigenschaften der Partikelverbrennung erweitert. Bei Staubexplosionen mit hohen Konzentrationen sollen die Partikel in Gruppen verbrennen, während die Partikelverbrennung bei geringer Staubkonzentration isoliert abläuft. [22]

## 2.3. Sicherheitstechnische Kenngrößen

Sicherheitstechnische Kenngrößen dienen der Charakterisierung von Explosionen einzelner Stoffe und Gemische und damit der Risikobewertung von Explosionsgefahren. Es existiert eine Vielzahl an sicherheitstechnischen Kenngrößen, beispielsweise die Sauerstoffgrenzkonzentration, die Flammentemperatur oder die Mindestzündenergie. Sie helfen Maßnahmen für den Brand- und Explosionsschutz zu definieren und erlauben eine Klassifizierung von explosionsfähigen Stoffen [1]. In diesem Abschnitt werden insbesondere der Explosionsdruck

$p_{ex}$ , der zeitliche Druckanstieg  $(dp/dt)_{ex}$  und die untere Explosionsgrenze (UEG) behandelt, da sie in dieser Arbeit betrachtet werden.

### 2.3.1. Explosionsdruck

Der **Explosionsdruck** ist der maximale Druck, welcher innerhalb einer geschlossenen Apparatur unter festgelegten Testbedingungen auftritt. Er ist charakteristisch für den jeweiligen Brennstoff. [4] Unterschieden wird in dieser Arbeit zusätzlich noch der maximale Explosionsdruck ( $p_{max}$ ), der sich aus den Prüfungen über den gesamten explosionsfähigen Konzentrationsbereich der zu testenden Substanz ergibt. [2]

### 2.3.2. zeitlicher Druckanstieg

Der **zeitliche Druckanstieg** ist der unter definierten Prüfbedingungen höchster Wert der Steigung der Druck-Zeit-Kurve, welcher bei der Explosion eines bestimmten Gemisches in einem geschlossenen Behälter auftritt. Diese Kenngröße wird als  $(dp/dt)_{ex}$ -Wert bezeichnet. [4] Der maximale zeitliche Druckanstieg  $((dp/dt)_{max})$  ist der maximale Wert des zeitlichen Druckanstiegs, der in einem geschlossenen Behälter bei der Explosion eines Brennstoff-Luft-Gemisches unter festgelegten Prüfbedingungen auftritt. [3] Die Werte des zeitlichen Druckanstiegs und des maximalen zeitlichen Druckanstiegs sind abhängig vom Anfangsdruck, vom Sauerstoffanteil im explosionsfähigen Gemisch, der Turbulenz, der Zündquelle und von der Form des Explosionsbehälters. Beispielsweise sinkt der zeitliche Druckanstieg mit zunehmenden Behältervolumen [1]. In Abbildung 2.2 sind Explosionsdruck und Druckanstiegsrate bei der Prüfung eines Niacin-Luft-Gemisches dargestellt.

Die maximale zeitliche Druckanstiegsrate wird oftmals auch als eine volumenunabhängige Kenngröße beschrieben. Dies ist der  $K_{St}$ -Wert. Dieser wurde ursprünglich als dimensionslose Druckanstiegsgeschwindigkeit  $K_G$  anhand von Brenngas-Luft-Gemischen entwickelt und auf Stäube übertragen. [13] Der  $K_{St}$ -Wert beschreibt den Zusammenhang zwischen dem zeitlichen Druckanstieg und dem Behältervolumen für reine Stäube [3], gemäß des kubischen Gesetzes (vgl. Gleichung 2.4). [6] [3]

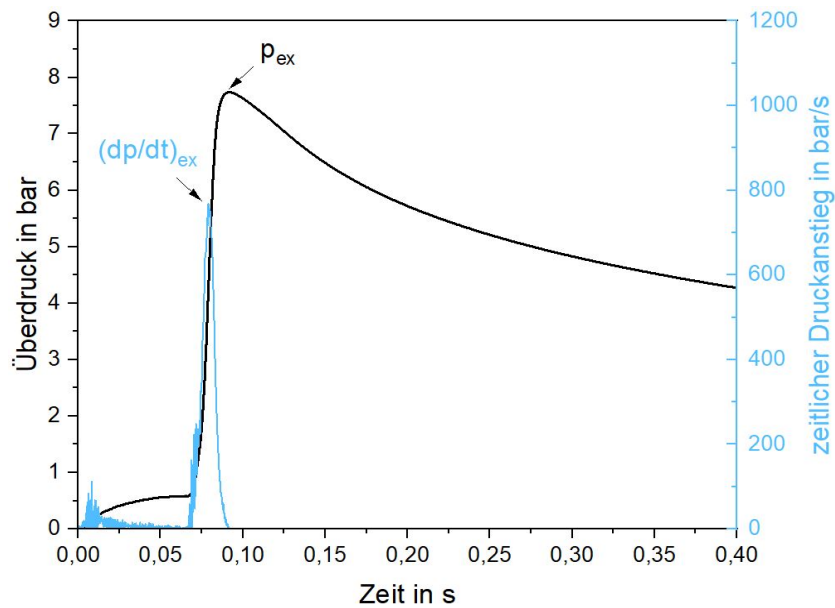


Abbildung 2.2.: Explosionsdruck und Druckanstiegsrate im Druck-Zeit-Diagramm eines Niacin-Luft-Gemisches

Tabelle 2.1.: Staubexplosionsklassen

Explosionsklasse	$K_{St}$ -Werte [ $bar \cdot \frac{m}{s}$ ]	Explosionsgefahr
St 0	0	keine
St 1	$0 < K_{St} \leq 200$	gering
St 2	$200 < K_{St} \leq 300$	mittel
St 3	$K_{St} > 300$	hoch

$$K_{St} = \frac{dp}{dt} \cdot \sqrt[3]{V} \quad (2.4)$$

Mithilfe des  $K_{St}$ -Wertes werden Stäube in unterschiedliche Explosionsklassen (nach Tabelle 2.1) eingeteilt. Diese dienen dazu, die Risiken der Staubexplosion für bestimmte Stäube zu bewerten. [1] [23]

### 2.3.2.1. untere Explosionsgrenze (UEG)

Die **untere Explosionsgrenze** beschreibt die niedrigste Konzentration eines brennbaren Brennstoff-Luft-Gemisches, bei der eine Explosion erfolgt. [24] Sie ist wie alle sicherheitstechnischen Kenngrößen stoffspezifisch. [1]

## 2.4. Zünderverzugszeit

Für den optimalen Zündzeitpunkt während der Messung in der 20-l-Kugel wurde die Zünderverzugszeit auf 60 ms definiert [2], [3]. Sie ist definiert als die Zeit zwischen dem Einblasen des Staubes, also dem Öffnen des Schnellöffnungsventils, und dem Zeitpunkt der Zündung (Abbildung 2.3). [25] Der optimale Zündzeitpunkt soll durch die Zünderverzugszeit so gewählt werden, dass der eingeblasene Staub sich gerade im Mittelpunkt der Kugel, also im Bereich um die Zünder, in Schwebe befindet. [26] Ein Unterschied zwischen 20-l-Kugel und 1- $m^3$ -Behälter ist die Wahl der Zünderverzugszeit. Diese ist für den 1- $m^3$ -Behälter mit 600 ms in der Normen-Reihe DIN EN 14034 angegeben. [2], [3], [24]

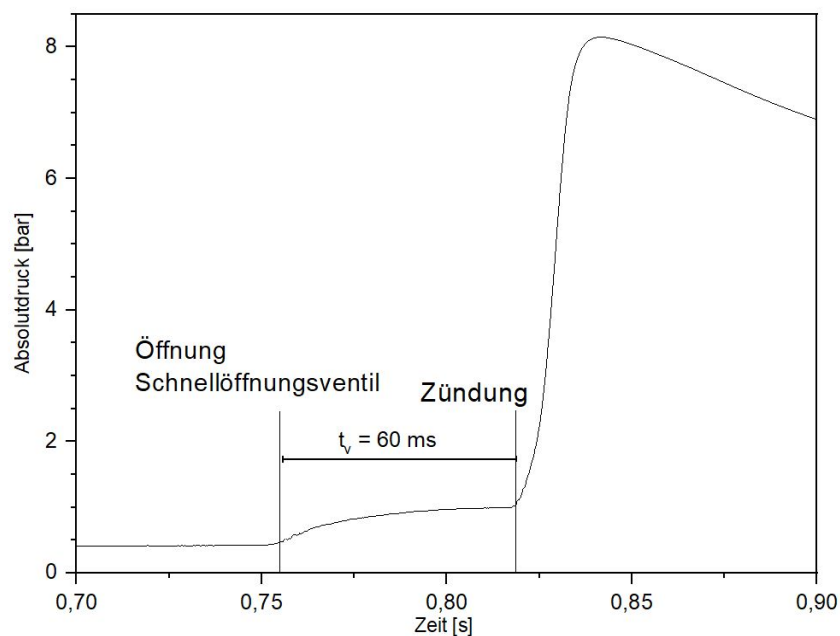


Abbildung 2.3.: Darstellung der Zünderverzugszeit  $t_v$

## 2.5. Vergleich zum 1- $m^3$ -Behälter

Das Standard-Verfahren zur Messung des Explosionsdrucks, der zeitlichen Druckanstiegsrate und der unteren Explosionsgrenze ist der 1- $m^3$ -Behälter. Aufgrund des Platzbedarfs und der benötigten Menge an Prüfchemikalien hat sich die 20-l-Kugel (Bild 2.4) als Labor-



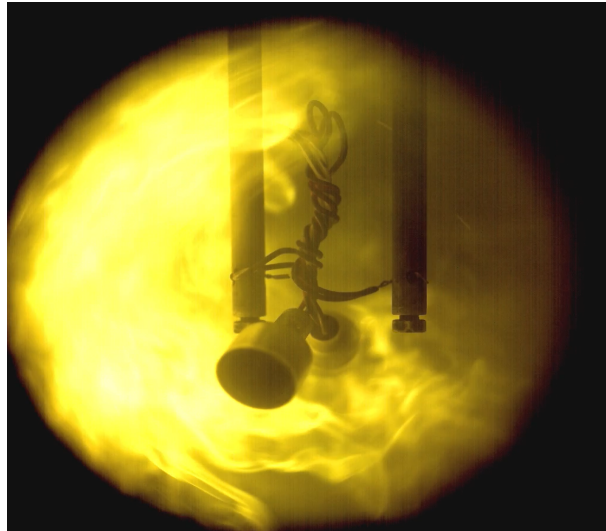


Abbildung 2.4.: Brennendes Hybridgemisch in der 20-l-Kugel

alternative etabliert. [1] Bei abweichenden Prüfergebnissen zwischen 20-l-Kugel und  $1\text{-m}^3$ -Behälter sind die Ergebnisse des  $1\text{-m}^3$ -Behälters allerdings maßgeblich [1].

Um die Vergleichbarkeit mit dem für Stäube standardisierten  $1\text{-m}^3$ -Behälter zu erreichen, wird die Konstante  $K_{St}$  entsprechend Gleichung 2.4 verwendet. [6] Analog zum  $K_G$ -Wert könnte er als Maß für die Reaktionsfreudigkeit eines Staub-Luft-Gemisches bezeichnet werden, wenn ein ideal homogenes, ruhendes Brennstoff-Luft-Gemisch vorliegen würde. Davon kann durch den Einblasvorgang des Staubes in das Reaktionsgefäß allerdings nicht ausgegangen werden, da dieser Turbulenzen erzeugt und daher eine Vergleichbarkeit zwischen  $K_{St}$  und  $K_G$  nicht gegeben [13]. Der  $K_{St}$ -Wert ist stark abhängig von dem Reaktionsmechanismus und des Strömungszustandes des Staub-Luft-Gemisches innerhalb des Reaktors und damit auch vom gewählten Untersuchungsverfahren. Im Hinblick auf die Strömungsbedingungen sind 20-l-Kugel und  $1\text{-m}^3$ -Behälter allein schon aufgrund der unterschiedlichen Behältergeometrie schwer miteinander zu vergleichen. [27] Für die Vergleichbarkeit des Explosionsdruckes zwischen 20-l-Kugel und  $1\text{-m}^3$ -Behälter, werden zusätzliche Berechnungen gemäß Gleichungen 2.5, 2.6 und 2.7 vorgenommen. Aufgrund der Kühlwirkung durch das reduzierte Behältervolumen der 20-l-Kugel bei Drücken oberhalb von 5,5 bar wird Gleichung 3.1 zur Korrektur des Explosionsdruckes bei reinen Staub-Luft-Gemischen verwendet. [2]

$$p_{max} = 0,3775 \cdot p_{max,20l}^{1,15} \quad (2.5)$$

$$p_{max} = \frac{5,5 \cdot (p_{max,20l} - p_{ci})}{(5,5 \cdot p_{ci})} \quad (2.6)$$

$$p_{ci} = \frac{1,6 \cdot E_i}{10000} \quad (2.7)$$

Eine zusätzliche Anpassung des maximalen Explosionsdrucks (Gleichungen 2.6 und 2.7) ist laut Norm DIN EN 14034-1 erforderlich, wenn der Druck unter 5,5 bar liegt, da das veränderte Druckvolumen durch die Zünder ( $p_{ci}$  in Abhängigkeit von der Zündenergie ( $E_i$ )) aufgrund des geringeren Behältervolumens berücksichtigt werden muss. [2]

## 2.6. Grundlagen der Strömungsvisualisierung

Der letzte Teil dieser Arbeit beschäftigt sich mit Strömungsvisualisierungen. Zum besseren Verständnis werden in diesem Abschnitt kurz die Grundlagen und deren mathematische Modelle vorgestellt.

### 2.6.1. Particle Image Velocimetry (PIV)

Bei der Particle Image Velocimetry (PIV) handelt es sich um eine optische Messtechnik zur Strömungsvisualisierung von Fluiden. Es können Strömungsfelder zur Analyse von Strömungsmustern, Geschwindigkeitsprofilen und Turbulenzen erfasst und analysiert werden. Dazu werden kleine Partikel (Tracer) in einem Fluid detektiert, während sie sich in der Strömung bewegen. In einem bestimmten zeitlichen Abstand werden Bilder aufgenommen und die Bewegung der Partikel in den Bildern verfolgt. Damit die Partikel vor der verwendeten Kamera detektiert werden, müssen diese mit einer geeigneten Lichtquelle (meistens Laser) sichtbar gemacht werden. Das Licht wird an den Partikeln reflektiert oder gestreut, so dass die Partikel sichtbar werden.

Werden Bilder in einem bestimmten Zeitintervall (etwa 2 ms) aufgenommen, können mit-

tels Korrelationsanalyse der Partikelbewegungen Geschwindigkeitsvektoren errechnet werden. Hierbei wird ein kleines Fenster (das sogenannte Iterogationsfenster) gesucht und im nächsten Bild wieder erkannt. Die in dieser Arbeit verwendete Python-Funktion OpenPIV verwendet dafür die normierte Kreuzkorrelation (vgl. Abschnitt 2.6.2). Die Verschiebung der Pixel wird anschließend interpoliert, um genaue Verschiebungsinformationen zu erhalten. Für das Umrechnen der erhaltenen Daten in physikalische Einheiten ist vorab eine Kalibrierung notwendig, die Informationen über die Größe der Pixel und des beleuchteten Bereichs liefert. Das Ergebnis der PIV ist ein Vektorfeld, aus welchem sich die Informationen ablesen lassen. [28]

### 2.6.2. Mathematische Modelle zur Kreuzkorrelation

In der Bildverarbeitung gibt es mehrere Möglichkeiten der Korrelationsberechnung. Eine Kreuzkorrelation dient dazu, die Ähnlichkeit von Datensätzen oder Zusammenhängen zu quantifizieren. Bei der grundlegenden Form (Gleichung 2.8) werden die Ähnlichkeiten zweier Bilder (A, B) miteinander verglichen.

$$C(i, j) = \sum_m \sum_n A(m, n) \dot{B}(m + i, n + j) \quad (2.8)$$

Dabei sind m, n die Verschiebungen zwischen den Bildern und i, j sind die Pixelwerte an den jeweiligen Positionen in den Bildern. Ein wesentlicher Nachteil bei dieser Berechnung ist der Aufwand. Gerade bei großen Bildern ist die Rechnung sehr komplex. Zudem müssen die Kontraste und Helligkeiten beider korrelierter Bilder gleich sein, da es sonst zu fehlerhaften Korrelationsfunktionen kommen kann.

Um dieses Problem zu umgehen, kann die normierte Kreuzkorrelationsfunktion (2.9) auf die Werte -1 und 1 skaliert werden. Dadurch wird die Korrelationsfunktion (C) unabhängig von Bildkontrast und -helligkeit. Diese robuste Methode ist aufgrund der hohen Rechenaufwands eher für kleinere Bilder geeignet.

$$C_{norm}(i, j) = \frac{\sum_m \sum_n [A(m, n) - \mu_A] \cdot [B(m + i, n + j) - \mu_B]}{\sqrt{\sum_m \sum_n [A(m, n) - \mu_A]^2 \cdot \sum_m \sum_n [B(m + i, n + j) - \mu_B]^2}} \quad (2.9)$$

Eine Möglichkeit, die Kreuzkorrelationsberechnung deutlich zu beschleunigen und sie damit auch auf große Bilder anzuwenden, ist die Fast-Fourier-Transformation (FFT-) Korrelationsrechnung (vgl. Gleichung 2.10). Die inverse Korrelationsfunktion  $C_{xy}$  gibt das Ergebnis der im Zeitbereich fouriertransformierten Bilder A und B um die Verschiebung k wieder.

$$C_{xy}[k] = IFFT\{A * [f] \cdot B[f]\} \quad (2.10)$$

Ein Nachteil der FFT-Kreuzkorrelation ist die Notwendigkeit von periodischen Signalen. Bei Farbänderungen von Pixeln im Randbereich können so durch die nicht-periodischen Signale Artefakte (unerwünschte Signalanomalien) entstehen. Um dies zu verhindern, ist es notwendig, vorab eine Hanning-Glättung durchzuführen und so die Kanten zu glätten. Die Hanning-Glättung (Gleichung 2.11) ist eine Fensterfunktion, die den Übergang an den Signalrändern gegen null glättet. Das Frequenzspektrum des Signals wird dadurch so geformt, dass die Frequenzkomponente im Signal der diskreten Frequenz der FFT entspricht [29]. Dabei sind x und y die Indizes der Zeilen und Spalten im Hanning-Fenster w, während M und N die Anzahl der Zeilen und Spalten im Bild sind.

$$w(x, y) = 0,5 \cdot (1 - \cos(\frac{2\pi x}{M-1})) \cdot (1 - \cos(\frac{2\pi y}{N-1})) \quad (2.11)$$

## 2.7. Überblick und Einordnung der Arbeit

Im folgenden Kapitel einige ausgewählte Arbeiten dargestellt, um Methoden und Forschungsergebnisse zusammenzufassen und darzustellen, die zum Verständnis der vorliegenden Arbeit beitragen.

### 2.7.1. Staubexplosionen

Das Verhalten von Staubexplosionen ist sehr komplex: Neben Stoffeigenschaften und Feuchte spielen auch Partikelgröße und Strömungsbedingungen eine große Rolle. Aus diesem Grund gab es eine Vielzahl von Untersuchungen zum Thema Staubexplosionen. Einen

Überblick über die die sicherheitsrelevanten Fragen in der Prozessindustrie gibt beispielsweise *Klippel* [30]. Er untersuchte die Dispergierung und das Verhalten von Stäuben in der Schwebel. Das Aufwirbeln von Staub kann unter Anwesenheit von Sauerstoff und einer Zündquelle zu einer Staubexplosion führen und ist daher vor allem in der Prozessindustrie ein wichtiges Thema. *Krietsch* [31] beschäftigte sich 2013 mit der Messung von sicherheitstechnischen Kenngrößen von Nanostäuben in der 20-l-Kugel.

#### **2.7.1.1. Einfluss der Feuchte**

Um den Einfluss der Feuchte auf Kenngrößen von Stäuben zu untersuchen, zündete eine Forschergruppe um *Dufaud* [32] Aluminiumstäube in einer 20-l-Kugel unter Einfluss von Wasserdampf. Dabei wurde der Aluminiumstaub entweder unter konstanter Luftfeuchtigkeit gelagert oder Wasserdampf direkt in die 20-l-Kugel eingeleitet. Es zeigte sich, dass die Feuchtigkeit einerseits die Adsorption von Wasser fördert, was zur Bildung von Wasserstoff führt und die Explosionsintensität erhöht. Andererseits hat eine feuchte Atmosphäre eine abschwächende Wirkung auf die Explosion.

#### **2.7.1.2. Einfluss der Partikelgröße**

Der Einfluss der Partikelgröße auf das Reaktionsverhalten von Aluminiumstaub wurde von *Castellanos* [33] und Kollegen untersucht. Sie fanden heraus, dass sowohl der Explosionsdruck als auch die Druckanstiegsrate der Explosion mit abnehmender Partikelgröße stark ansteigt. Die Beurteilung des Gefahrenpotentials speziell von Aluminiumstäuben sollte ihrer Meinung nach nach Maßgabe des oberflächengewichteten mittleren Partikeldurchmessers erfolgen. Die Partikelgrößenverteilung vor und nach der Explosion ist unterschiedlich. Staubpartikel werden vor und während der Explosion aufgewirbelt und verbrennen. Dabei werden einzelne unverbrannte Partikel und Partikelfragmente in der 20-l-Kugel beschleunigt und treffen auf andere Partikel oder die Behälterwand. Dort zerbrechen die Staubpartikel, was eine Verkleinerung der Partikelgrößen zur Folge hat [34]. *Bagaria* beschäftigte sich daher 2016 mit der Zerkleinerung der Partikel nur aufgrund der Turbulenz

der Staubwolke und der Dispergierung mittels Düse. Dazu verwendete er Anthraquinone, Acetaminophen (Paracetamol) und Ascorbinsäure (Vitamin C). Es zeigte sich, dass sowohl die Düsengeometrie als auch die Turbulenz der Staubwolke wesentliche Ursachen für Partikelbrüche sind. Zudem beeinflusst die Konzentration des Staubs die Partikelzerstörung. Während höhere Konzentrationen zu weniger Bruch führen, zeigen Experimente mit Nanomaterialien, dass diese in der Wolke zunächst zerfallen und anschließend wieder agglomerieren.

### 2.7.1.3. Einfluss der Turbulenz

Ebenfalls Gegenstand der Forschung ist die Betrachtung der Turbulenz auf die Zündung und das Explosionsverhalten. 2006 untersuchten *Scheid* und Kollegen [35] Turbulenzen von Propan-Stickstoff-Sauerstoff-Gemischen und Maisstärke-Luft-Gemischen über Ventilatoren, welche in einem zylindrischen Reaktionsgefäß installiert waren. Höhere Turbulenzen vor der Zündung führten zu einem Anstieg des reduzierten Explosionsdrucks. Der Effekt war besonders stark bei kleinen Öffnungen mit niedrigen Aktivierungsdrücken, wie beispielsweise bei Berstscheiben.

Zur Zündung eines Staubes ist sein Aufwirbeln von entscheidender Bedeutung. Dieses Aufwirbeln geschieht in der 20-l-Kugel normgerecht durch Überdruck aus dem Staubvorratsbehälter. [2] Die Turbulenz steigert die zeitliche Druckanstiegsrate [36] und senkt die Zündfähigkeit von Stäuben, so dass entsprechend hohe Zündenergien für die Bestimmung der Kenngrößen verwendet werden müssen [37]. *Zhen und Leuckel* untersuchten 1997 den Einfluss der Turbulenz, verursacht durch die Verwendung von pyrotechnischen Zündern bei der Messung von sicherheitstechnischen Kenngrößen speziell in kleineren Reaktoren als dem 1-m<sup>3</sup>-Behälter [38], [39]. Die Forscher betonten, dass die Testresultate desselben Stoffsystems gemessen in kleinen und großen Testapparaturen aufgrund der zünderinduzierten Turbulenz zu Unterschieden führen kann. Um eine Kalibriermethode auch für andere Behältergrößen und -geometrien als die 20-l-Kugel und den 1-m<sup>3</sup>-Behälter für die Messung von Explosionsdruck und zeitlicher Druckanstiegsrate zu finden, entwickelte *Cas-*

*tellanos* [40] 2018 eine CFD-Simulation. Als Modell verwendete sie einen 36-l-Behälter zur Bestimmung von Niacin und Maisstärke und verglich ihre Simulationsergebnisse mit den Ergebnissen der Bestimmung von Explosionsdruck und zeitlicher Druckanstiegsrate von Stäuben in der 20-l-Kugel.

### 2.7.2. Vergleich 1- $m^3$ -Behälter mit 20-l-Kugel

Die Turbulenzintensität, die in der 20-l-Kugel entsteht, unterscheidet sich wesentlich von der Turbulenz, welche im 1- $m^3$ -Behälter entsteht. Forscher um *Dahoe* [27] untersuchten 2001 die Strömungszustände innerhalb der 20-l-Kugel und 1- $m^3$ -Behälters über Messungen mittels Laser-Doppler-Anemometrie und Simulation. Ihre Untersuchungen ergaben, dass die Strömungsbedingungen in beiden Behältern schwer miteinander vergleichbar sind. Die Ergebnisse der Laborversuche, die durch das kubische Gesetz (Gleichung 2.4) für eine 20-l-Kugel gelten, lassen sich nicht auf einen 1- $m^3$ -Behälter mit einer anderen Form übertragen. Die Strömungsanalyse in einer 20-l-Kugel und einem 1- $m^3$ -Behälter zeigten, dass eine Zündverzögerungszeit von 60 ms in der 20-l-Kugel vergleichbar war mit einer Zündverzögerungszeit von 200 ms im 1- $m^3$ -Behälter. Dies deutet darauf hin, dass das kubische Gesetz keine angemessene Methode ist, um die zeitlichen Druckanstiege in den beiden Behältern zu vergleichen.

*Proust* und Kollegen verglichen 2011 ebenfalls 1- $m^3$ -Behälter und 20-l-Kugel und kamen zu dem Ergebnis, dass die Zündenergie einen entscheidenden Faktor beim Vergleich beider Behälter darstellt. Gemische, welche in der 20-l-Kugel zündfähig sind, sind es im 1- $m^3$ -Behälter nicht mehr. Die Zünder verursachen in der 20-l-Kugel eine Erwärmung des Staub-Luft-Gemisches vor der Zündung, während diese Vorwärmung im 1- $m^3$ -Behälter nicht geschieht. Sie konnten auch zeigen, dass das Turbulenzniveau innerhalb der 20-l-Kugel während der Flammenentwicklung sehr schnell abnahm, so dass schwer entflammbare Gemische langsamer verbrannten.

*Chatrathi* [41] und Kollegen beschäftigten sich 1994 mit maximalem Explosionsdruck und zeitlicher Druckanstiegsrate für verschiedene Staube als Reinstoffe und unter Zugabe von

Propan im 1-m<sup>3</sup>-Behälter. Sie variierten die Turbulenz über die Zünderverzugszeit und zeigten, dass der maximale Explosionsdruck sich unter Turbulenz nicht wesentlich verändert, im Gegensatz zur zeitlichen Druckanstiegsrate. *Ren* und Kollegen [42] untersuchten 2022 den Effekt der Zünderverzugszeit im 1-m<sup>3</sup>-Behälter und verglichen ihre experimentellen Ergebnisse mit Simulationen. Anhand der Explosionsdrücke wurde eine optimale Zünderverzugszeit von 600 ms bestimmt, welche mit Simulationen bestätigt werden konnten. Nach einer Zünderverzugszeit von 630 ms zeigte sich ein Phänomen, bei dem sich Partikel, Substanzen oder Objekte in einem begrenzten Bereich oder lokal ansammeln oder aggregieren.

Auch der Einfluss der Partikelgröße wurde im 1-m<sup>3</sup>-Behälter im Vergleich zur 20-l-Kugel untersucht. *Kalejaiye* 2010 [43] und Kollegen untersuchten die Veränderung des Dispergierprozesses bei der Verwendung unterschiedlicher Düsen in der 20-l-Kugel und im 1-m<sup>3</sup>-Behälter. Sie fanden heraus, dass die Partikelgröße des untersuchten Kohlestaubes sich in Gegensatz zum 1-m<sup>3</sup>-Behälter in der 20-l-Kugel verringert, sobald der Staub in den Explosionsbehälter geblasen wird. Aus ihren Ergebnissen konnten sie die Verkleinerung der Partikel auf die Scherung der Partikel beim Passieren des Staubeinblasventils der 20-l-Kugel zurückführen. Dies bedeutet, dass die ursprüngliche Partikelgröße des eingesetzten Staubes unterschiedlich zu der Partikelgröße des getesteten Staubes ist.

### 2.7.3. hybride Gemische

Hybride Gemische sind ebenfalls seit mehreren Jahren Gegenstand von mehreren Forschungsarbeiten. Die *Dekra* [7] veröffentlichte 2016 dazu einen Forschungsbericht basierend auf 40 verschiedenen Literaturquellen. Die Ergebnisse zeigen, dass beispielsweise der Explosionsdruck und die Druckanstiegsrate von hybriden Gemischen über den jeweiligen Kenngrößen der Einzelkomponenten liegen können. Weiter wurden im Rahmen der Literaturstudie mathematische Modelle mit realen Experimenten verglichen, um das Explosionsverhalten von hybriden Gemischen vorherzusagen. Aus den Kenngrößen der Reinstoffe ließen sich keine zuverlässigen Aussagen über die Kenngrößen von entsprechenden hybriden Gemischen treffen.



Zu einer ähnlichen Aussage wie die Literaturstudie der *Dekra* kam *Addai*. Er untersuchte 2015 die unteren Explosionsgrenzen von brennbaren Stäuben, Gasen und zwei- bzw. dreiphasigen hybriden Gemischen. Die Ergebnisse zeigten eine deutliche Erhöhung der Explosionswahrscheinlichkeit durch die Mischung von Staub mit Lösungsmitteln, Gasen oder Sprays und umgekehrt. Zudem wurde festgestellt, dass eine Explosion von hybriden Gemischen möglich ist, selbst wenn die Konzentration beider Komponenten unterhalb ihrer unteren Explosionsgrenze liegen. [9] Er verglich in seiner Arbeit die mathematischen Modelle zur Vorhersagbarkeit der unteren Explosionsgrenze von Stäuben, Gasen und hybriden Gemischen. 2019 untersuchte er Braunkohlestäube und *Lycopodium* in Verbindung mit Ethanol, 2-Propanol als Spray und Methan bzw. Wasserstoff als Brenngas. Dabei stellte er auch dreiphasige Gemische aus Staub, Sprays und Brenngas her und verglich diese mit mathematischen Modellen von *Bartknecht*, *LeChatelier* und *Jiang*. Im Vergleich zu allen drei Modellen bot die *Bartknecht*- Gleichung die beste Vorhersagbarkeit an. Das Verhalten von hybriden Gemischen an der unteren Explosionsgrenze ist dennoch mit den von ihm benutzten mathematischen Modellen nicht allgemein vorhersagbar. [20]

Eine Untersuchung von *Amyotte* und Kollegen zeigte ebenfalls, dass brennbare, aber schwer zündfähige Stäube mit Zugabe von geringen Mengen Brenngas zündfähig werden. Sie versetzten beispielsweise Partikel aus Polyethylenharz mit 2 Vol.-% Propan und versuchten, anhand der Versuchsergebnisse ein mathematisches Modell zur Vorhersagbarkeit der Zündwahrscheinlichkeit bei geringem Zusatz von Brenngas aufzustellen. Da ihr empirisches Modell jedoch stark stoffabhängig ist, konnten sie nur eine Näherung eines errechneten  $K_{St}$ -Wert erzielen. Allerdings zeigten sie, dass diese frühe Zündfähigkeit stark von der Zündenergie der Zündquelle abhängig ist. Eine Überinitiiierung der Zündenergie auf ein hybrides Gemisch verändert den maximalen Explosionsdruck und den zeitlichen Druckanstieg. [14] Die Zündfähigkeit von Weizenstärke und Magnesiumstearat in einem Hartmann-Rohr wurde von *Khalili* und *Dufaud* [44] untersucht. Sie zeigten, dass die Zugabe von weniger als 1 % Brenngas bzw. Brenndampf ein starkes Herabsetzen der Mindestzündenergie zur Folge hat.

*Britton* [45] und Kollegen beschäftigten sich mit der Bestimmung der minimalen Ex-

plosionskonzentration oder auch unteren Explosionsgrenze von Staub- und Nebelwolken. Sie legten das Hauptaugenmerk auf die sichere Bewertung von Explosionsgefahren durch Tröpfchen, Dämpfe und Stäube. Die Kenngröße hing von der Molekülstruktur ab und blieb bei festen Stoffen stabil. Kondensierter heißer Dampf bildete schnell winzige Tröpfchen, die innerhalb von Millisekunden Wärme freisetzen. Kleine Tröpfchen verdampften jedoch vollständig und verhielten sich wie vorgemischte Gase. Größere Tröpfchen, welche bei hohen Konzentrationen entstehen, brennen einzeln, was die Bestimmung der minimalen Explosionskonzentration (MEC) erschwert.

Auch andere Forscher haben sich in der Vergangenheit mit hybriden Gemischen beschäftigt. Es wurden beispielsweise pharmazeutische Stoffe untersucht [34], Aluminiumstäube mit Wasserstoff [46], Kohlenstäube mit Methan [47], [48] oder auch Mischungen aus Lycopodium und Polyethylen mit Methan und Ethylen [49].

Eine ausführliche Literaturstudie über den Stand der Forschung bis 2023 über Sicherheitsparameter, Explosionen und Flammengeschwindigkeiten von hybriden Gemischen veröffentlichte Wu 2023 [8].

#### **2.7.3.1. Einfluss der Zündenergie**

*Spitzer* beschäftigte sich ebenfalls mit hybriden Gemischen. Er untersuchte zunächst verschiedene mögliche Zündquellen zur Bestimmung von hybriden Gemischen in der 20-l-Kugel. Dazu verwendete er einen explodierenden Draht-Zünder, welcher bereits für die Bestimmung von sicherheitstechnischen Kenngrößen von Stäuben getestet wurde [50] und verglich die Ergebnisse mit anderen Zündquellen wie beispielsweise die etablierten pyrotechnischen Zünder. Er untersuchte zusätzlich den Einfluss des Druckstoßes auf die Unsicherheit der bestimmten Kenngrößen von hybriden Gemischen und definierte eine zusätzliche Größe den PIPR-Wert (pre-ignition-pressure-rise). Seine Arbeiten sind in seiner 2023 veröffentlichten Dissertation zusammengefasst [51].

### 2.7.3.2. untere Explosionsgrenze

*Dufaud* und seine Kollegen beschäftigten sich 2007 mit hybriden Gemischen bestehend aus Stäuben und Dämpfen. Dafür verwendeten sie eine 20-l-Kugel mit Flüssigkeitseinspritzung ähnlich wie die in dieser Arbeit vorgestellte Methode. Ihre Versuche führten sie mit verschiedenen pharmazeutischen Pulvern, Ethanol, Toluol und Diisopropylether durch. Sie fanden heraus, dass das Explosionsverhalten solcher Hybridgemische signifikante Unterschiede zu reinen Dampf- oder Staubexplosionen aufweist. Dabei sind auch die Auswirkungen von Dampf- und Staubbeimengungen auf die untere Explosionsgrenze von Bedeutung [52] [53]. Die Forscher um *Abbas* zeigten 2022, wie wichtig eine homogene Staubverteilung bei der Bestimmung der unteren Explosionsgrenze von hybriden Gemischen ist. Gerade hier führen ungeeignete Bestimmungsverfahren zu schlecht reproduzierbaren und unrealistischen Ergebnissen. Die Forscher nutzen eine vertikale, offene Rohrrapparaturn um eine möglichst gleichmäßige Staubverteilung zu erzeugen. Die Staubkonzentration wurde dabei mit Infrarot- Sensoren gemessen. Außerdem wurde mittels Hochgeschwindigkeitskamera untersucht, wie sich die Flammengeschwindigkeit für Lycopodium-Methan-Gemische bei unterschiedlichen Konzentrationen verhält. Die Ergebnisse zeigen, dass für eine Zündung des untersuchten Gemisches eine Mindestmenge an glimmenden Partikeln erforderlich sind. [54]

*Sanchirico* und Kollegen führten 2011 Versuche mit Aceton und Niacin (Vitamin B3) durch. Sie variierten die Aceton- und Niacinmengen und modifizierten die Zünderverzugszeiten, um den Turbulenzgrad während der Zündung zu beeinflussen. Die Ergebnisse zeigen, dass maximaler Explosionsdruck und zeitliche Druckanstiegsrate der Explosion auf die Rolle des anfänglichen Turbulenzniveaus vor der Zündung zurückzuführen sind. Zur Bewertung der Kenngrößen ist daher eine Quantifizierung unter stöchiometrischen Bedingungen nötig, wenn dasselbe Turbulenzniveau gewährleistet ist. [55] Neben der initiierten Turbulenz wurde die Zündenergie variiert. Es fand sich keinerlei Abhängigkeit von Zündenergie und Deflagrationsindex von Gasen/Dämpfen ( $K_G$ ). [56]

#### 2.7.4. CFD und Strömungsuntersuchungen an der 20-l-Kugel

*Vizcaya* [25] und seine Kollegen untersuchten 2018 die turbulente Staubwolke eines Weizenstärke-Luft-Gemisches mittels Partikel-Bild-Velocimetrie (PIV) in einer modifizierten 20-l-Kugel und überprüften ihre Ergebnisse mittels CFD-Simulation. Die Forscher fanden heraus, dass die Standardpralldüse im Inneren der 20-l-Kugel den Staub nicht ausreichend zerstäubt und die Partikel daher agglomerieren. Der durchschnittliche Partikeldurchmesser der Partikelgrößenverteilung vor dem Versuch war geringer als danach. In dieser Arbeit wurden bei einer Zünderverzugszeit zwischen 60-70 ms deutliche Schwankungen in der Partikelgeschwindigkeit ermittelt, was zu einer hohen Unsicherheit bei der Bestimmung von sicherheitstechnischen Kenngrößen führte. Erst nach einer Zünderverzugszeit von 80 ms stabilisierte sich die Turbulenz und verbesserte damit deutlich die Reproduzierbarkeit der Staubversuche. Die Partikelsedimentation bei einer Zünderverzugszeit von 80 ms wiederum sorgt für eine inhomogene Zusammensetzung des Brennstoffgemisches um den Zünder. Die verwendete Prüfprozedur ist daher stark von den verwendeten Eigenschaften der Stäube abhängig.

Die Staubverteilung in der 20-l-Kugel wurde oft mittels CFD simuliert. 2023 simulierte *Portarapillo* die Staubverteilung und die Sedimentationseffekte in der 20-l-Kugel und schlug eine Korrelationsberechnung zwischen dem Anteil des Staubes, der tatsächlich an der Explosion beteiligt ist, und der Relaxationszeit des Staubes vor. [57] 2015 untersuchten Forscher um *Du* den Dispergierprozess von Staub in einer transparenten 20-l-Kugel. Dabei verwendeten sie eine Hochgeschwindigkeitskamera in Kombination mit Schlierentechnik. Die Strömungsverteilung innerhalb der 20-l-Kugel wurde zeitlich dargestellt. Die durch die Hochgeschwindigkeitskamera erhaltenen Grauwertbilder wurden als statistische Mittelwerte über die Bildmatrizen in Transmissionswerte umgerechnet. Nach *Du* folgt einer Injektionsphase des Staubes in die transparente 20-l-Kugel eine Stabilisierungsphase und abschließend eine Sedimentationsphase. Bei Erhöhung der Staubkonzentration veränderten sich die zeitlichen Anteile der jeweiligen Phasen stark. Die Forscher kamen zu dem Schluss, dass eine passende Zünderverzugszeit womöglich abhängig ist von der verwendeten Staubkonzentration. [58]

CFD-Simulationen von reinen Stäuben und hybriden Gemischen in der 20-l-Kugel wurden ebenfalls von vielen Forschergruppen publiziert. Mit reinen Stäuben untersuchten die Forscher beispielsweise Agglomerationsverhalten von Kohlestäuben [59], Strömungsverhalten und Turbulenzen [56], [60], [61] und in Abhängigkeiten von unterschiedlichen Partikelgrößen [62], [63] das Explosionsverhalten generell [64], den Einfluss der Zünderverzugszeit auf das Explosionsverhalten [65], den Effekt unterschiedlicher Staubkonzentrationen [66]. *Klippel* simulierte die Staubkonzentrationen bei der Befüllung eines Silos mit Maisstärke. [67]

Auch im Bereich der hybriden Gemische wurden neben den oben bereits erwähnten experimentellen Ergebnissen Simulationen durchgeführt und mathematische Modelle verwendet, um sicherheitstechnische Kenngrößen und Explosionsverhalten vorherzusagen. *Kosinski* [68] simulierte, Explosionsdruck und Druckanstiegsraten von Ruß mit unterschiedlichen Propankonzentrationen in der 20-l-Kugel. Er verglich seine Ergebnisse mit elektronenmikroskopischen Aufnahmen von unverbrannten Staubproben. *Hossain* [69] führte Simulationen in verschiedenen Umgebungen durch, darunter in der 20-l-Kugel, im BAM-Ofen und im MIKE 3-Apparat. Dabei wurden mikrokristalline Cellulose und Laktose als Stäube verwendet, denen Methanol, 2-Propanol und Ethanol zugesetzt wurden. Das Ziel war die Bestimmung verschiedener Parameter wie dem maximalen Explosionsdruck, der zeitlichen Druckanstiegsrate, der minimalen Explosionskonzentration, der Zündenergie und der Zündtemperatur.

Neben reinen Staubversuchen wurden auch Untersuchungen mit Nebeln und Sprays durchgeführt, wie zum Beispiel von *Addai* [19], die in der 20-l-Kugel stattfanden. Im Rahmen ihrer Dissertation untersuchte *El-Zahlanieh* [70] das Explosionsverhalten von Kraftstoffnebeln in derselben 20-l-Kugel. Dabei analysierte sie die Verteilung der Tröpfchen, das Niveau der Turbulenz, die Entzündbarkeit und die Stärke der Explosionen unter Verwendung der PIV-Methode. Ihre Forschungsergebnisse zeigten unter anderem, dass Nebel, die weit unterhalb ihres Flammpunktes gut dispergiert sind, zündfähig sind [71], [72].

## 3. Experimenteller Aufbau und Durchführung

In diesem Kapitel werden der Aufbau und die Durchführung der Versuche mit der 20-l-Kugel erläutert. Zunächst wird die Bestimmung der sicherheitstechnischen Kenngrößen von Stäuben, dann von Dämpfen und hybriden Gemischen erläutert. Abschließend wird auf den Versuchsaufbau und die Durchführung der Strömungsvisualisierungs-Versuche eingegangen.

### 3.1. Bestimmung sicherheitstechnischer Kenngrößen

Im Rahmen dieser Arbeit wird zur Versuchsdurchführung ein standardisiertes Verfahren (nach DIN EN 14034 [2], [3]) für die Bestimmung von sicherheitstechnischen Kenngrößen von Stäuben verwendet. Für die Versuche mit hybriden Gemischen und die strömungstechnischen Untersuchungen wird der Aufbau jeweils modifiziert. Die Modifikationen werden im jeweiligen Abschnitt einzeln erläutert.

Die verwendete Apparatur ist schematisch in Abbildung 3.1 dargestellt. Sie besteht aus einer Hauptkammer mit Auslass, einem Staubvorratsbehälter (einer Staubeinblasvorrichtung), einer Düse, einem pneumatisch gesteuerten Schnellöffnungsventil, piezoresistiven und piezoelektrischen Druckaufnehmern und dem Deckel samt Zündvorrichtung. Die 20-l-Kugel wird über einen Doppelmantel temperiert. Zur Einstellung der Versuchsbedingungen vor Beginn des eigentlichen Versuchs dienen zwei piezoresistive Druckaufnehmer, welche an der Staubeinblasvorrichtung zur Einstellung des Vordrucks und an der Hauptkammer der 20-l-Kugel selbst angebracht sind. Zur Detektion des Druckanstiegs während des Versuchs

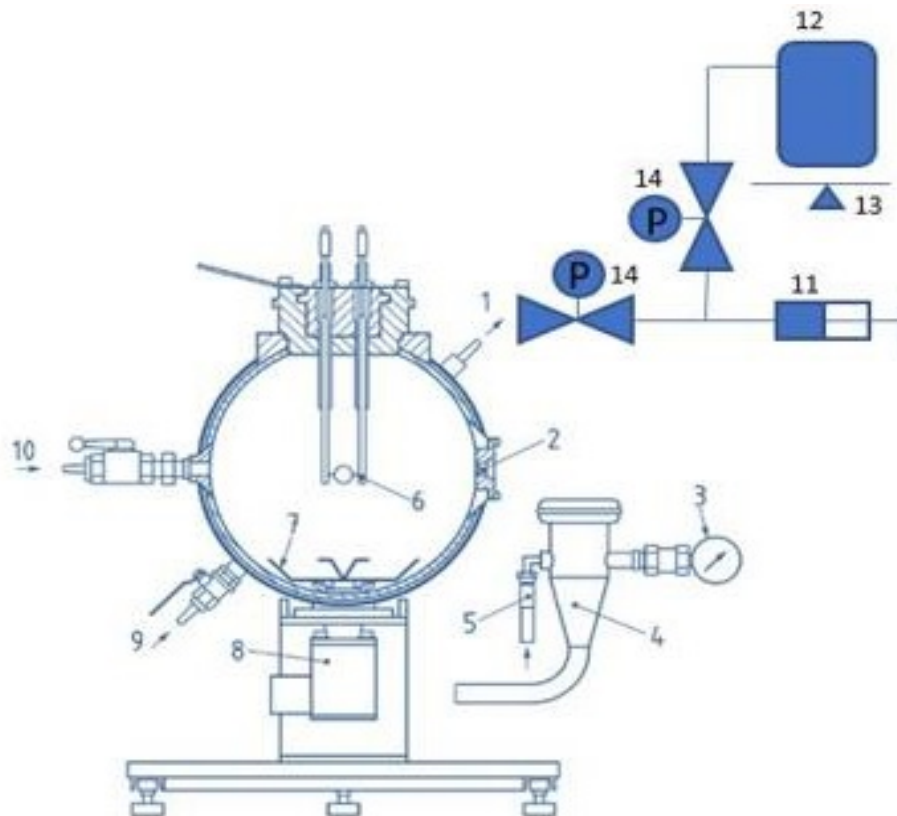


Abbildung 3.1.: Schematischer Aufbau der 20-l-Kugel nach [2] (Anschluss für Temperierung (1), Positionen für Druckaufnehmer (2,3), Staubvorratsbehälter (4), 20-bar-Druckluftzugang (5), Zündvorrichtung (6), Pralldüse (7), Schnellöffnungsventil (8), Auslass für Temperierung (9), Auslass für Verbrennungsprodukte aus Hauptkammer (10), Spritze zur Flüssigkeitsdosierung (11), Vorlagebehälter (12), Waage (13), pneumatische Ventile (14))

werden piezoelektrische Druckaufnehmer verwendet. Die Zündvorrichtung setzt sich aus zwei am Deckel festgeschraubten Stahlelektroden und zwei pyrotechnischen Zündern (*Sobbe®*) mit unterschiedlichen Zündenergien (Abbildung 3.6) zusammen. Nach einer Zündung des Gemisches durch den Lichtbogen kommt es durch die Explosion zu einem Temperaturanstieg innerhalb der 20-l-Kugel. Um mehrere reproduzierbare Versuche hintereinander zu ermöglichen, wird die Kugel daher mit Wasser konstant auf 20°C temperiert. Zur Steuerung des Versuchsablaufs wird ein eigens entwickeltes *LabView®*-Programm verwendet.

### 3.1.1. Feuchtegehalt der Stäube

Zur Bestimmung des Feuchtegehaltes wird die Wägemethode für Stärke gemäß DIN EN ISO 1666 [73] verwendet. Hierzu werden  $5 \text{ g} \pm 0,25 \text{ g}$  Maisstärke in einem geeigneten Wägengefäß aus Aluminium in einem Wärmeschrank bei  $130^\circ\text{C}$  für 1,5 Stunden getrocknet. Dadurch wird jede Feuchte im Staub entfernt. Nach dem Abkühlen der Probe in einem Exsikkator wird die Maisstärke ausgewogen und der Feuchtegehalt  $\varphi$  gemäß Gleichung 3.1 aus der Massendifferenz berechnet. Dabei ist  $m_0$  die Masse des Leergefäßes,  $m_e$  ist die Masse der Einwaage,  $m_1$  ist die Masse des Gefäßes mit Probe vor dem Trocknen und  $m_2$  die Masse des Gefäßes mit Probe nach dem Trocknen.

$$\varphi = (m_1 - m_2) \cdot \frac{100\%}{(m_e - m_0)} \quad (3.1)$$

### 3.1.2. Partikelgrößenverteilung der Stäube

Ein weiterer wichtiger Faktor bei der Bestimmung von Explosionskenngrößen der Stäube ist die Verteilung der Partikelgrößen. Diese wurde in dieser Arbeit mittels Laserdefraktometrie bestimmt. Dazu werden Partikel in einer Lösung dispergiert und mit einem Laser beleuchtet. Die Partikel beugen das Licht des Lasers je nach Partikelgröße und erzeugen somit ein Beugungsspektrum, aus welchem sich anschließend die Partikelgrößenverteilung ablesen lässt.

### 3.1.3. Zünderverzugszeiten

Die Zeit, die zwischen der Herstellung eines zündfähigen Gemisches und der eigentlichen Zündung vergeht, wird Zünderverzugszeit genannt [1]. Bei der Messung von  $p_{ex}$  und  $(dp/dt)_{ex}$  von Stäuben ist diese Zeit mit 60 ms in den Normen DIN EN 14034-1 und DIN EN 14034-2, zzgl. einer Reaktionszeit für den Zünder von 10 ms, definiert. [2] [3] Für die Bestimmung bedeutet das, dass die Zündung nach einer Zünderverzugszeit zwischen 60 ms und 70 ms erfolgen muss. Bei unterschiedlichen Zünderverzugszeiten verändert sich auch entsprechend der Turbulenzgrad während der Staubverwirbelung in der 20-l-Kugel und damit die Messergebnisse. Die in der Norm DIN EN 15967 vorgegebenen Zünderverzugszeiten



für Dämpfe liegen bei 120 s [4]. Das bedeutet, dass Stäube im aufgewirbelten, turbulenten Zustand gezündet werden und Dämpfe im ruhenden Gemisch. Welche Zünderverzugszeit für den jeweiligen Versuch gewählt wurde, wird bei den jeweiligen Versuchsbeschreibungen erläutert.

## 3.2. Verifizierung

Zur Überprüfung der Messergebnisse, welche durch die in dieser Arbeit verwendete Apparatur generiert wurden, werden Verifizierungsmessungen durchgeführt. Zunächst erfolgt die Verifizierung über Reinstoffe, anschließend mittels Ringversuche, auch für hybride Gemische mit Gasen und Dämpfen.

### 3.2.1. Stäube

Zur Bestimmung von  $(dp/dt)_{max}$  und  $p_{max}$  von Stäuben wird das standardisierte Verfahren aus DIN EN 14034 verwendet [2], [3]). Der Versuchsaufbau ist in Abbildung 3.5 dargestellt. Zu Beginn eines Versuchs wird eine abgewogene Menge Staub in die Staubvorratsbehälter gefüllt und die Kugel auf einen Druck von 400 mbar evakuiert (vgl. Abbildung 3.2). Nun wird der Staub aus dem Staubvorratsbehälter mit 21 bar Druckluft durch Öffnen des Schnellöffnungsventils durch den Druckunterschied in die Kugel geblasen. Die Düse im Inneren der Kugel sorgt für eine möglichst homogene Verteilung des Staubes. Nach einer Zünderverzugszeit von  $60 \text{ ms} \pm 10 \text{ ms}$  wird die Zündung mit  $2 \times 5 \text{ kJ}$  pyrotechnischen Zündern (vgl. Abbildungen 3.6 und 3.4) ausgelöst. Durch die in der Kugel vorgelegten 400 mbar ergibt sich dann nach Einblasen des Staubes ein Gesamtdruck von 1 bar. Die dynamischen Druckaufnehmer detektieren den zeitlichen Druckanstieg  $(dp/dt)_{ex}$  während der Explosion und den Explosionsdruck  $p_{ex}$ . Nach 2 s ist der Versuch beendet. Der maximale Explosionsdruck wird nach einer Zeit  $t_1$  erreicht. Die Hauptkammer wird anschließend mit Druckluft gespült, um die gasförmigen Verbrennungsprodukte auszublasen.

Zur Bestimmung der Explosionsdrücke im geschlossenen Gefäß von Stäuben wird ein  $1\text{-m}^3$ -Behälter zu Grunde gelegt. Da für diese Behältergröße eine enorme Menge an Probenmaterialien notwendig ist, wurde für reine Stäube im Labormaßstab die Bestimmung in

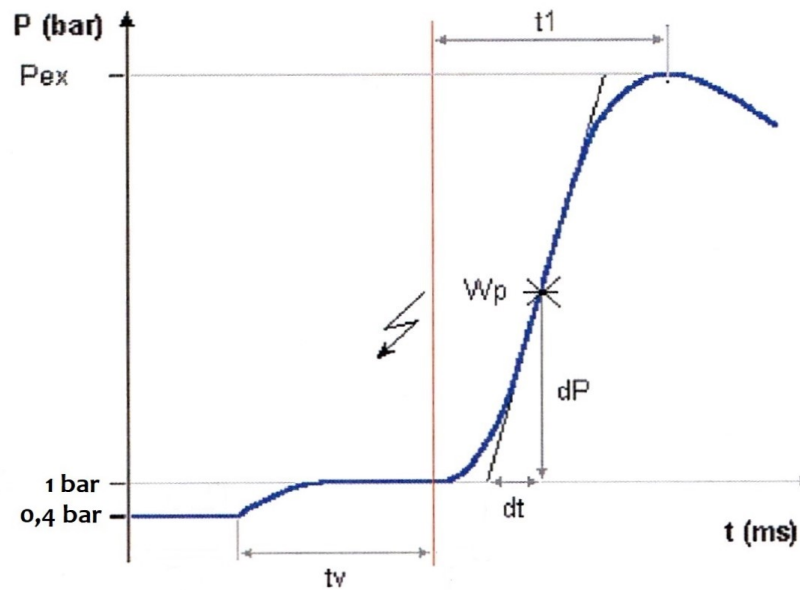


Abbildung 3.2.: Druck-Zeit-Verlauf einer Explosion in der 20-l-Kugel nach Addai [9]:  $t_v$ -Zünderverzugszeit,  $W_p$ -Wendepunkt,  $t_1$ -Verbrennungszeit

der 20-l-Kugel zugelassen [2]. Die aufgrund des Behältervolumens veränderten Messwerte werden nach den Gleichungen 2.6 - 2.7 korrigiert.

### 3.2.2. Dämpfe

Zur Bestimmung von  $(dp/dt)_{ex}$  und  $p_{ex}$  von Dämpfen wird die Hauptkammer zunächst auf 15 mbar vorevakuiert. Zeitgleich werden auf den leeren Staubvorratsbehälter 21 bar Druckluft gegeben. Reine Dämpfe wurden in dieser Arbeit nur mit 2-Propanol gemessen. Der Dampfdruck von 2-Propanol liegt bei 42,6 hPa bei 20 °C. Um eine nahezu vollständige Verdampfung des Lösungsmittels zu erreichen, ist eine Vorevakuiierung unterhalb des Dampfdruckes des jeweiligen Lösungsmittels notwendig. Anschließend wird die Flüssigkeit durch den in der Kugel vorgelegten Unterdruck in die Kugel gezogen und verdampft dort innerhalb einer Minute. Die Dosierung geschieht durch eine mit Flüssigkeit gefüllte Spritze (siehe Abbildung 3.5), welche zu Beginn des Versuchs aufgesteckt wird. Die Flüssigkeit wird durch eine Kanüle über eine Kapillare in die Hauptkammer eingebracht.

Die Flüssigkeit wird dabei stets massenbezogen eindosiert, um temperaturunabhängig eine bestimmte Flüssigkeitskonzentration zu erreichen. Die Dampfmengen in dieser Arbeit

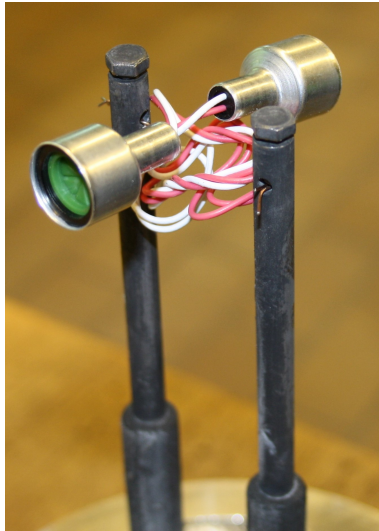


Abbildung 3.3.: Pyrotechnische Zünder



Abbildung 3.4.: Pyrotechnische Zünder nach Explosion

beziehen sich daher stets auf die eingespritzte Menge. Die Konzentrationen und Mengen der verwendeten Lösungsmittel und der Maisstärke befinden sich in Anhang unter A.2 und A.3.

Anschließend wird die 20-l-Kugel bis auf 400 mbar mit Druckluft aufgefüllt, damit der darauffolgende über das Schnellöffnungsventil ausgelöste Druckstoß in Höhe von 21 bar den Messdruck von ca. 1 bar einstellt. Nun folgt laut Norm DIN EN 15967 [4] eine Ruhephase von 120 s zur Beruhigung des Dampf-Luft-Gemisches. Die anschließende Zündung erfolgt durch eine Folge von Induktionsfunken zwischen zwei Elektroden aus nichtrostendem Stahl. Der Abstand der 2 mm breiten Elektroden beträgt nach Norm  $5\text{ mm} \pm 0,1\text{ mm}$ . Um die Induktionsfunken zu erzeugen, wird ein Transformator mit einer Bemessensspannung von 230 V am Eingang und mit 15 kV am Ausgang verwendet. Zum Ansteuern des Transformators wird ein Relais mit einer Steuerspannung von 12 V verwendet. Es wird eine Funkendauer von 0,2 s geschaltet. Eine Ausgangsspannung von 15 kV wird an zwei Elektroden angelegt und erzeugt einen Lichtbogen (Abbildung 3.6). Die in der Funkenfolge freigesetzte Energie hängt vom Gasgemisch und dessen Druck ab, sie beträgt nach kalorimetrischen Messungen für Luft unter atmosphärischen Bedingungen 2 J. Das

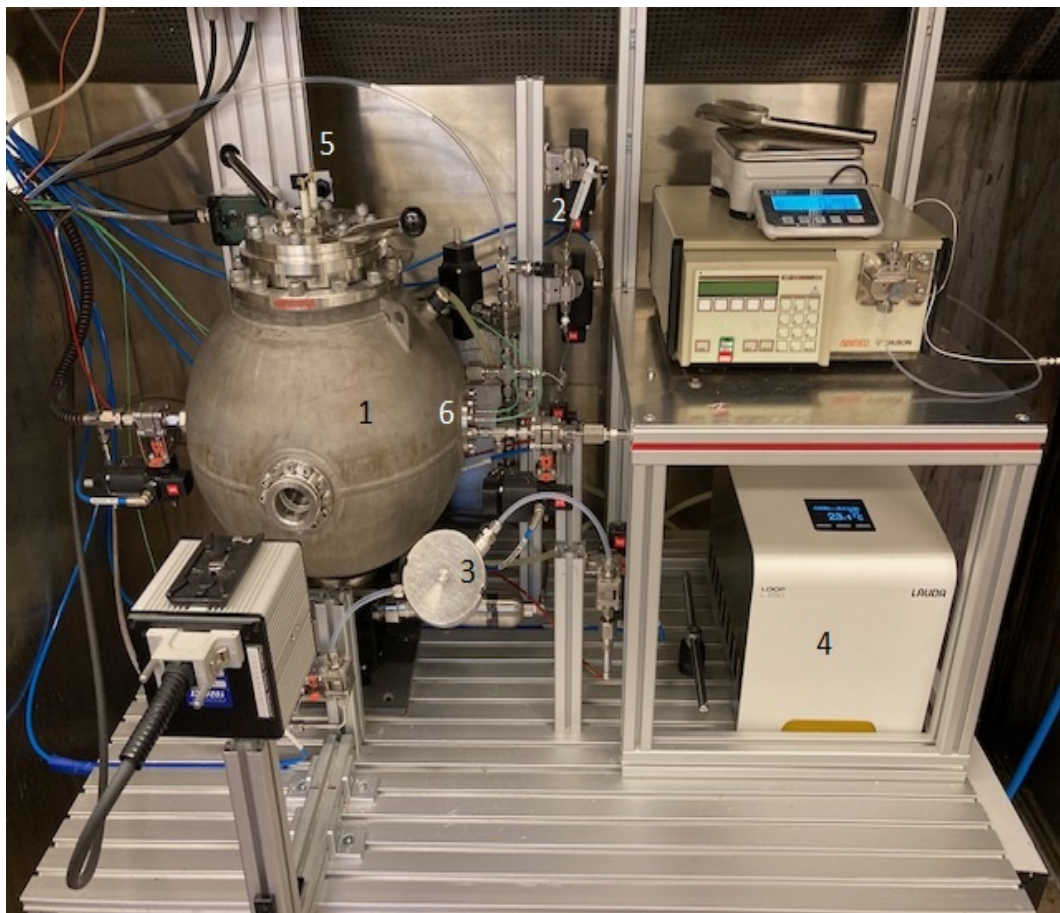


Abbildung 3.5.: Aufbau 20-l-Kugel (1) mit Spritze (2), Staubvorratsbehälter (3), Kryostat (4), Zünder (5), Drucksensoren (6)



Abbildung 3.6.: Elektroden zur Erzeugung des Hochspannungsfunkens

entspricht einer Leistung von etwa 10 W. Zur Bestimmung des Explosionsdruckes bei Dämpfen wird der normgerecht ermittelte maximale Explosionsdruck aus fünf Einzelexperimenten bestimmt. Die Verifizierung der Versuchsanordnung erfolgt dabei aufgrund von zuvor bestimmten Werten.

#### 3.2.2.1. Gemischzusammensetzung

Zur Bestimmung der Unsicherheiten der Apparatur ist eine genaue Betrachtung der Zusammensetzung des vorgelegten Dampfes notwendig. Dazu wurden Untersuchungen mittels Massenspektrometrie und der Partialdruckmethode angewendet. Die Methode der Massenspektrometrie eignet sich vor allem für Gase bzw. Flüssigkeiten, bei denen eine vollständige Verdampfung in der 20-l-Kugel erfolgt (z.B. Aceton). Sie erfordert einen besonderen Aufbau in Form einer Vorabkalibrierung mit Kalibriergasen. Die Partialdruckmethode [74] ist mit dem vorhandenen Aufbau, welcher zur Bestimmung von hybriden Gemischen verwendet wird, bei der Verwendung einer Spritze zur Injektion anwendbar. Bei beiden Methoden muss eine konstante Temperierung und eine Leckagerate unterhalb von maximal 1 *mbar/min* sichergestellt sein.

### 3.2.2.2. Massenspektrometrie

Mittels eines Massenspektrometers soll die Gemischzusammensetzung des vorgelegten Dampf-Luft-Gemisches bzw. des Brenngas-Luft-Gemisches in der 20-l-Kugel quantitativ bestimmt werden. Dazu soll ausgehend vom Sauerstoffpeak (bei  $m/z$  32 [75] und 16) eine Konzentrationsbestimmung des Brennstoffs (hier Aceton bzw. Methan) erfolgen. Das Verhältnis zwischen Masse und Ladung des jeweiligen Reinstoffes wird als  $m/z$  gekennzeichnet. Es beschreibt das Verhältnis der Masse eines Ions zur Anzahl seiner elektrischen Ladungen. [74]

Vor den Messungen ist die Identifizierung des Gasgemisches bei der vorherigen Einstellung der Kanäle notwendig. Die Identifizierung von Sauerstoff im Gasgemisch im Inneren der 20-l-Kugel erfolgt über den  $m/z=32$  Peak. Aceton zeigt hingegen kein Spektrum mit einem eindeutig identifizierbaren Peak. Der Anteil der Luft und damit auch der Sauerstoffgehalt im Gemisch kann durch die Dosierung des Brenngases in die 20-l-Kugel ermittelt werden. Anstelle einer direkten Bestimmung des Brenngasanteils wird zunächst der Sauerstoffanteil gemessen, um anschließend den Brenngasanteil durch Rückrechnung zu bestimmen.

Es werden zwei Kalibriergase mit einem Sauerstoffgehalt von  $10\% \pm 1\%$  bzw.  $25\% \pm 1\%$  und Luft als dritter Kalibrierpunkt verwendet. Nach der Kalibrierung erfolgt die Messung des Sauerstoffs unter Anwesenheit des Brennstoff-Luft-Gemisches. Um Rückstände von Wasser im Massenspektrometer und somit Messungenauigkeiten zu vermeiden, muss es einige Stunden vor der Messung ausheizen. Dabei wird die 20-l-Kugel auf ca. 15 mbar evakuiert. Bei Raumtemperatur (ca.  $20^\circ\text{C}$ ) werden 3 Mol.-% bzw. 9 Mol.-% Methan bzw. 2 Vol.-% bzw. 4 Vol.-% Aceton in die 20-l-Kugel dosiert. Es wird zunächst der Brennstoff dosiert und anschließend mit Luft bis zu einem Druck von 1,001 bar aufgefüllt. Die Probe wird über einen Quadrupol-Detektor aufgrund ihres Masse-/Ladungsverhältnisses aufgetrennt. Dabei wird das gesamte Einzelspektrum aufgezeichnet. Der maximale Wert des jeweiligen Sauerstoffsignals wird dabei je Scan gemittelt. Die dimensionslosen Signalwerte der Sauerstoffpeaks werden über der Zeit aufgetragen (vgl. Abbildung 3.7). Die stabilen Signale ergeben einen Messpunkt, der über die jeweilige Sauerstoffkonzentration aufgetragen wird und damit eine Kalibriergerade ergeben (Abbildung 3.8).

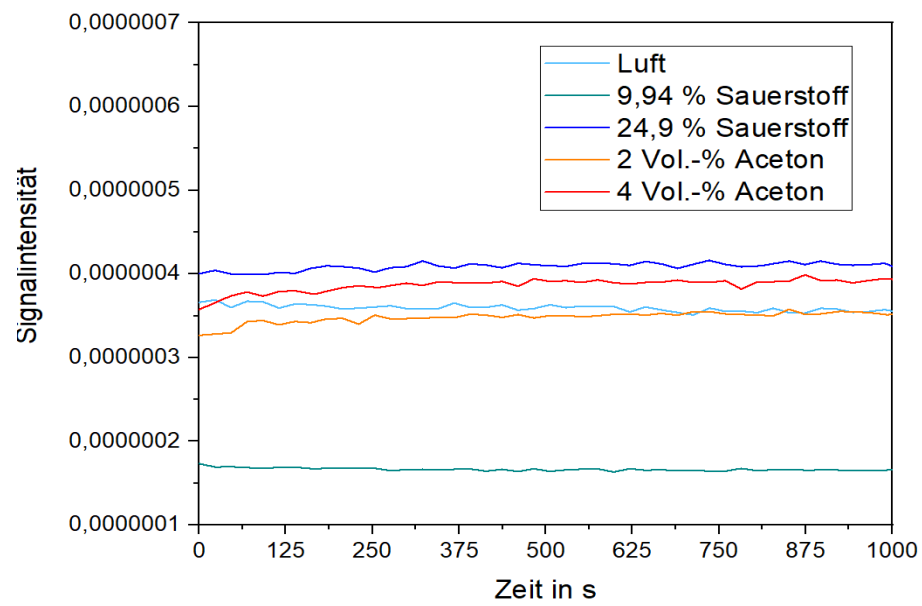


Abbildung 3.7.: Sauerstoffsinal von Kalibriergasen und Aceton-Dampf über die Zeit

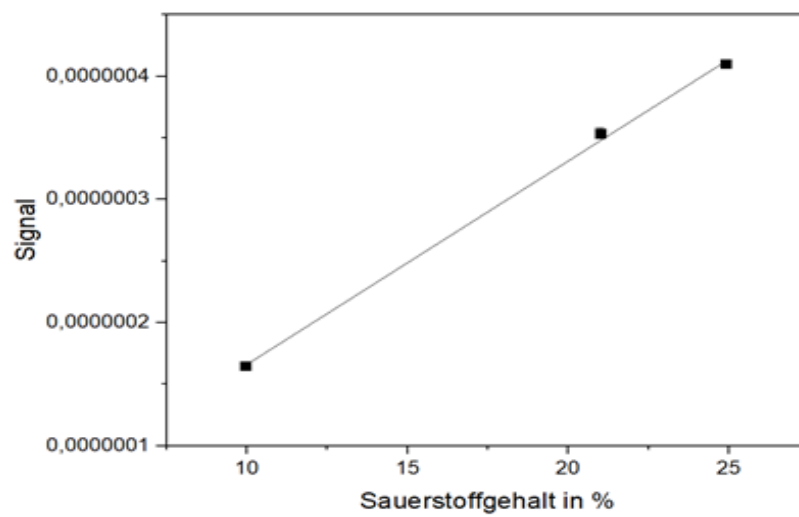


Abbildung 3.8.: Kalibriergerade

### 3.2.2.3. Partialdruckmethode

Zur Überprüfung der in der 20-l-Kugel vorliegenden Dampfkonzentration wird die Partialdruckmethode angewendet. Entscheidend für die Herstellung eines Dampfes aus einer Flüssigkeit im Reaktionsbehälter ist der Dampfdruck. Der Dampfdruck gibt an, bei welchem Druck sich ein bestimmter Stoff in seinem thermodynamischen Gleichgewicht befindet. Dieses Gleichgewicht ist nicht nur stark stoff-, sondern auch temperaturabhängig [76]. Über den Druckanstieg durch die Verdampfung des Lösungsmittels lässt sich auf die tatsächlich enthaltene Dampfkonzentration im Inneren des Reaktionsbehälters schließen. Bei der Partialdruckmethode wird die 20-l-Kugel zunächst nahezu vollständig evakuiert. Anschließend wird ein vorab definierter Druck eingestellt. Der gewählte Vordruck richtet sich nach dem Dampfdruck der zu untersuchenden Flüssigkeit. Beispielsweise ist für die Untersuchung von Aceton (Dampfdruck von 248 mbar bei 20°C) ein Vordruck von 100 mbar ausreichend. Nach Einbringen der Flüssigkeit in die Hauptkammer werden sowohl der Vordruck als auch der Druckanstieg als Druckdifferenz mit Gleichung 3.2 für die Injektion mit Spritze verwendet, um die Masse des Dampfes im Kugelininneren zu berechnen. Zur Bestimmung der relativen Abweichung wird nun die eingebrachte Masse mit der errechneten Masse ins Verhältnis gesetzt.

$$m_{Brennstoff} = \frac{V_K \cdot M \cdot \Delta p}{R \cdot T} \quad (3.2)$$

Bei der Verwendung von Vorkammern muss der Anteil der Luft, welcher zusammen mit der Flüssigkeit in die Kugel injiziert wird, berücksichtigt werden. Aus diesem Grund wird eine andere Berechnung zugrunde gelegt (Gleichung 3.3). Die relativen Abweichungen zwischen Soll-Injektion und Ist-Injektion werden über die Volumenanteile des injizierten Brennstoffs bestimmt.

$$m_{Brennstoff}(mitVorkammer) = \left(\Delta p - \frac{n_L \cdot R \cdot T}{V_K}\right) \cdot \left(\frac{V_K \cdot M}{R \cdot T}\right) \quad (3.3)$$



### 3.3. Versuchsaufbau zur Messung von hybriden Gemischen

Zur Untersuchung von  $(dp/dt)_{ex}$  und  $p_{ex}$  von hybriden Gemischen wird zunächst die Kugel auf einen Druck unterhalb des Dampfdruckes des zu untersuchenden Lösungsmittels evakuiert. Anschließend wird eine entsprechende Menge Staub in den Staubvorratsbehälter gegeben und dieser bis auf 21 bar mit Druckluft befüllt. Durch eine Spritze wird das Lösungsmittel in die 20-l-Kugel injiziert, wo es innerhalb einer Minute verdampft. Die vollständige Verdampfung kann mittels Partialdruckmethode in der Kugel überprüft werden. Nun wird der Druck in der Kugel mit Druckluft auf 400 mbar erhöht. Durch Öffnen des Schnellöffnungsventils wird der Staub aus dem Staubvorratsbehälter durch den Überdruck in die Kugel eingeblasen. Hier wird der Staub im Inneren der Kugel verwirbelt. Nach einer zuvor eingestellten Zündverzögerungszeit (meistens 60 ms) wird das hybride Gemisch entzündet. Zur Zündung des hybriden Gemisches wurden zwei pyrotechnische Zünder verwendet. Der Explosionsdruck und der zeitliche Druckanstieg werden über die dynamische Druckänderung mit zwei redundanten piezoelektrischen Druckaufnehmern gemessen. Ob eine Zündung stattgefunden hat, wird durch ein Zündkriterium bestimmt. Dafür wird der Überdruck, den der Zünder ohne die Zündung in der Versuchsanordnung verursacht hätte, mit einem Sicherheitsaufschlag aufgrund der Streuung der Zündenergie des Zünders zugrunde gelegt. Dies spielt eine besondere Rolle bei der Bestimmung der unteren Explosionsgrenze, da das Zündkriterium festlegt, ab welchem Überdruck eine Zündung erfolgt ist.

Der hier beschriebene Versuchsablauf wird mit nur sehr kurzen zeitlichen Abständen durchgeführt. Dies ist nötig um zu verhindern, dass der Dampf nach der Druckerhöhung an der Wandung der 20-l-Kugel wieder auskondensiert. Die erhaltenen Explosionsdrücke werden bei der Messung von hybriden Gemischen nicht rechnerisch korrigiert, die Drucksignale lediglich geglättet (vgl. Kapitel 3.5). Der Ablauf der Bestimmung ist in Abbildung 3.9 dargestellt.

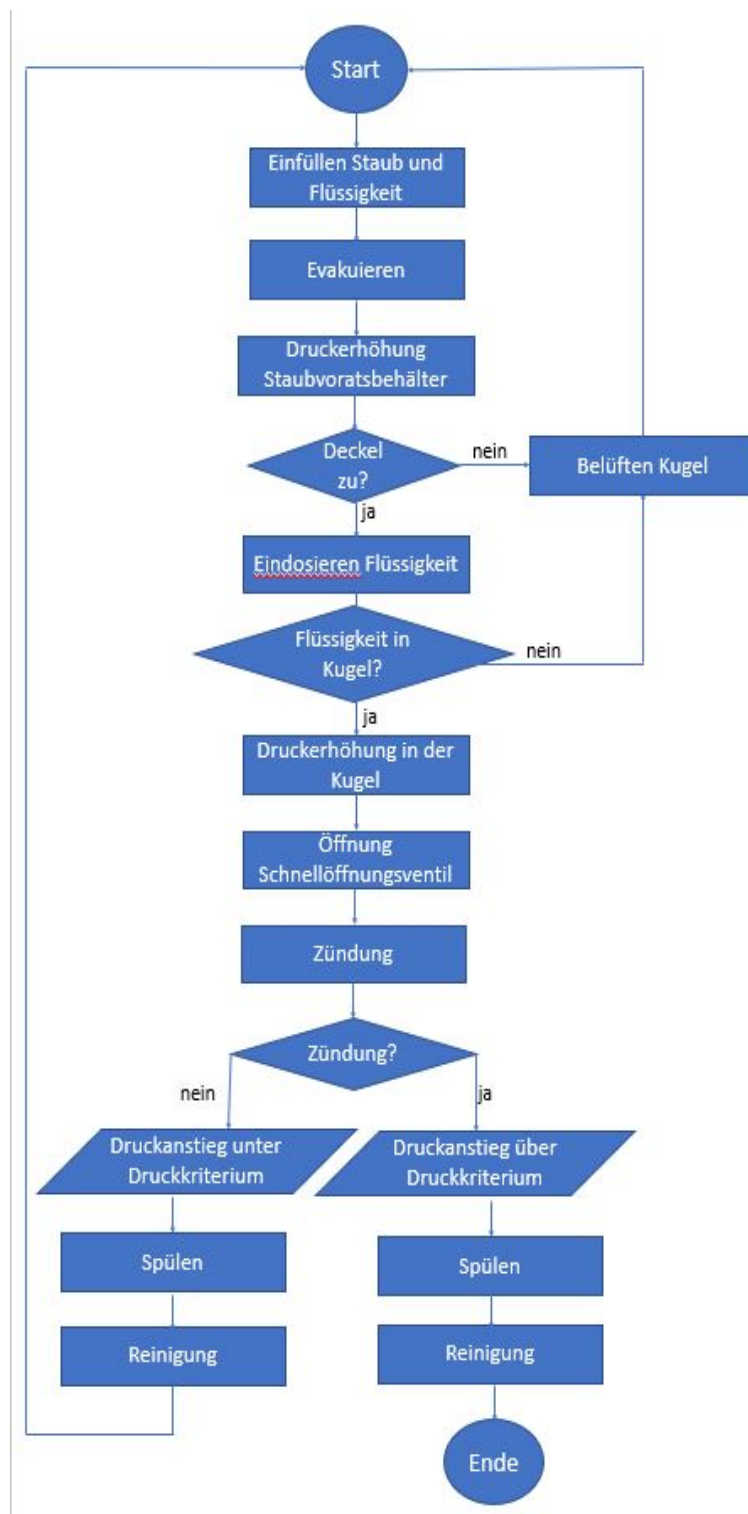


Abbildung 3.9.: Fließdiagramm zum Prüfablauf

### **3.3.1. Versuchsaufbau zur Messung der unteren Explosionsgrenze von Staub-/Dampf-Luft-Gemischen**

Für die Messung der unteren Explosionsgrenze werden geringe Staub- bzw. Dampfkonzentrationen verwendet. Der Versuchsaufbau und das Versuchsprozedere entspricht dem Standard-Aufbau (siehe Versuchsaufbau zur Messung von hybriden Gemischen). Für die Messungen wurde neben Maisstärke als Staub 2-Propanol als Dampf verwendet. Bei Nicht-Zündung nach einem Zündkriterium von  $p_{ue} < 0,4 \text{ bar}$  bei 2x 1 kJ Zündern und bei  $p_{ue} < 0,2 \text{ bar}$  bei 2x 100 J Zündern wurde der Versuch dreimal wiederholt.

#### **3.3.1.1. 1. Ringversuch: hybride Gemische mit Gasen**

Die Validierung der 20-l-Kugel für Gase erfolgte im Rahmen des ersten internationalen Ringvergleichs für hybride Gemische [77]. Dazu wurden anstatt der Flüssigkeitsdosierung zwei Massendurchflussregler von Bronkhorst an der Kugel angebracht. Zunächst wurde Methan in den Konzentrationen 3 mol.-% und 9 mol.-% in die Kugel dosiert und dieser dann 400 mbar Druckluft aufgedrückt. Die Maisstärke wurde als Prüfstaub in den Staubvorratsbehälter gefüllt und dieser dann mit 21 bar Druckluft aufgefüllt. Nach Öffnung des Schnellöffnungsventils wurde die Zündung nach 60 ms mit zwei pyrotechnischen Zündern mit einer Zündenergie von jeweils 1 kJ ausgelöst. Nach der Zündung wurden die Signale von zwei piezoelektrischen Druckaufnehmern aufgenommen und ausgewertet. Der Versuch wurde bei jeder Konzentration dreimal wiederholt.

#### **3.3.1.2. 2. Ringversuch: hybride Gemische mit Dämpfen**

Die Durchführung des Ringversuchs für hybride Gemische mit Dämpfen wurde von der PTB organisiert und erfolgte analog zur Durchführung der Messung von sicherheitstechnischen Kenngrößen von hybriden Gemischen (siehe Versuchsaufbau zur Messung von hybriden Gemischen). Alle Ringversuchsteilnehmer erhielten im Vorfeld neben der Maisstärke als Teststaub eine Arbeitsanweisung zur Durchführung des Ringversuchs. Danach sollte zunächst eine Bestimmung des Druckes zur Überprüfung der Leckagerate und eine Testung der korrekten Verdampfung des Acetons in der 20-l-Kugel über die Partialdruckmethode

Tabelle 3.1.: Konzentrationszusammenstellung beim Ringversuch mit hybriden Gemischen

Staubkonzentration in $g/m^3$	Dampfkonzentration in Vol.-%
0	0, 2, 4
60	0, 2, 4
125	0, 2, 4
250	0, 2, 4
500	0, 2, 4
750	0, 2, 4
1000	0, 2, 4

stattfinden. Anschließend erfolgten die eigentlichen Versuche. Es wurden von 0, 60, 125, 250, 500, 750, 1000  $g/m^3$  Maisstärke mit 0, 2, 4 Vol.-% Aceton der Explosionsdruck und die zeitliche Druckanstiegsgeschwindigkeit bestimmt. Die Versuche, bei denen die maximalen Werte bestimmt wurden, wurden dreimal wiederholt.

### 3.4. Messaufbau zur Visualisierung von Strömungszuständen mit Particle Image Velocimetry (PIV)

Der Versuchsaufbau zur Aufnahme von Strömungsbildern ist dem Aufbau aus Abschnitt 3.3 sehr ähnlich. Ein wesentlicher Unterschied besteht darin, dass die Zünder durch eine Hochleistungslichtquelle ersetzt und im vorderen Teil der 20-l-Kugel ein Schauglas zur Beobachtung mit einer Hochgeschwindigkeitskamera installiert wurde (vgl. Abbildungen 3.10 und 3.11). Die Hochleistungslichtquelle bestand aus zwei High-Power-LEDs mit einer Leistung von jeweils 8 W bei 12 V Spannung und einer Stromstärke von 700 mA. Das Licht der LED wurde jeweils durch einen Lichtleiter aus Plexiglas durch die Elektrodenöffnungen der Zünder in das Innere der Kugel geleitet.

Zur Durchführung der Messung wurde die 20-l-Kugel auf 100 mbar evakuiert, Aceton als Flüssigkeit zudosiert (siehe 3.3) und bis zu einem Druck von 400 mbar mit Luft aufgefüllt. Parallel wurde Maisstärke mit 1 % phosphorizierenden Tracerpartikeln versetzt und unter Schwarzlicht aufgeladen. Die Tracerpartikel haben eine durchschnittliche Partikelgröße von 25  $\mu m$  und leuchten mit grün-gelber Farbe. Die Maisstärke wurde über den Staubvorratsbehälter mit 21 bar Druckluft nach Öffnen des Schnellöffnungsventils in die



Abbildung 3.10.: Versuchsaufbau zur Visualisierung der Strömungszustände (1 Lichtquelle, 2 20-l-Kugel, 3 Kamera, 4 Kryostat, 5 Staubbehälter, 6 Spritze)

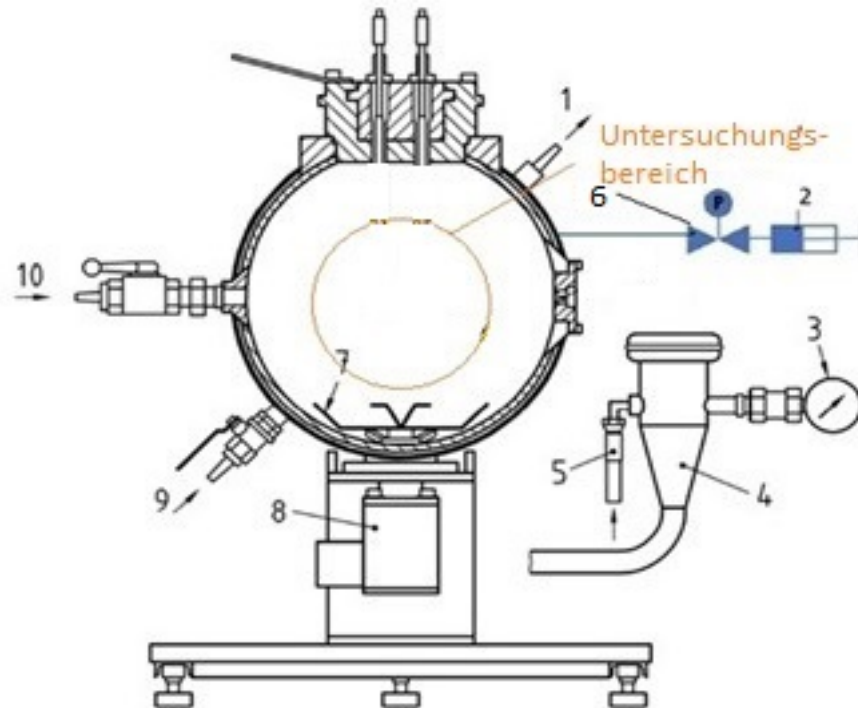


Abbildung 3.11.: schematischer Aufbau zur Visualisierung der Strömungszustände (1,9 Ein-und Auslass Temperierung, 2 Spritze, 3 Drucksensor, 4 Staubvorratsbehälter, 5 Druckluftanschluss, 6 Ventil, 7 Standard-Staubverteildüse, 8 Schnellöffnungsventil, 10 Auslass)

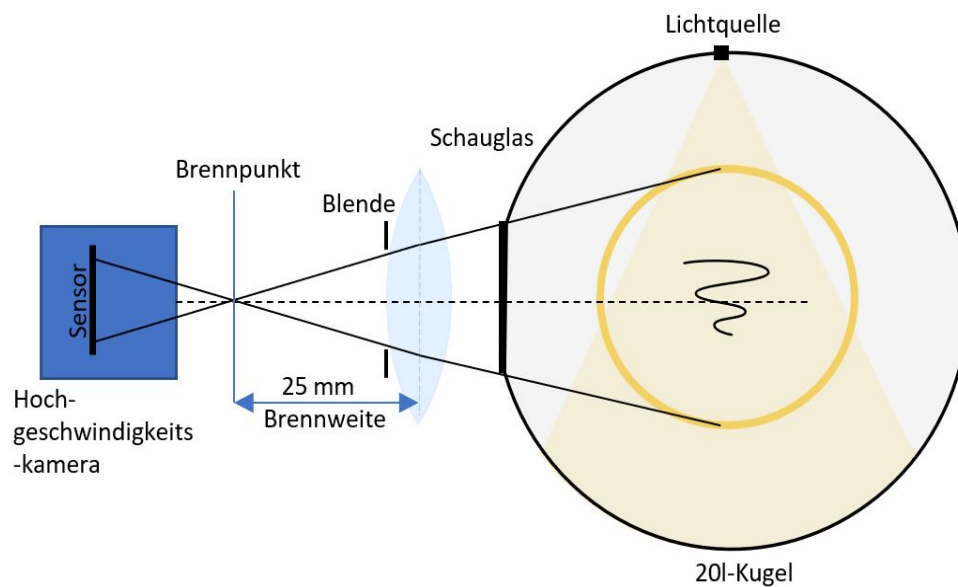


Abbildung 3.12.: optischer Aufbau zur Visualisierung der Strömungszustände

Hauptkammer der 20-l-Kugel geschossen. Kurz vor Öffnen des Schnellöffnungsventils wurde die Lichtquelle für ca. 10 s aktiviert und eine kurze Videosequenz bei einer Bildrate von 500 fps (frames per second) aufgezeichnet. Dies entspricht jeweils einem Bild pro 2 ms. Die Tracerpartikel waren aufgrund ihres Eigenleuchtens in Kombination mit der Lichtquelle sichtbar. Abbildung 3.12 verdeutlicht den optischen Aufbau des Kamerasystems.

### 3.5. Auswertung mit *Origin®*-Makro

Die aus dem *LabView®* -Programm ausgegebenen Rohdaten der Zündversuche werden zunächst als Textdatei (.txt) mit dem Analyseprogramm *Origin®* gelesen. Ein *Origin®*-Makro berechnet anhand der im Versuch eingestellten Abtastrate die Zeitachse zum jeweiligen Druckwert. Daraus ergibt sich dann eine zeitliche Druckkurve, welche mittels einer Savitzky-Golay-Glättung dritten Grades geglättet wird [78]. Für die Savitzky-Golay-Glättung wird bei der Auswertung der Daten ein Fenster von 2 ms verwendet. Die Fenstergröße bestimmt, wie viele Datenpunkte auf einmal betrachtet werden und beeinflusst dadurch den Grad der Glättung.

Der Explosionsdruck wird anhand des maximalen Wertes der ermittelten Druckkurve über die Zeit nach der Glättung ermittelt. Er wird bei reinen Stäuben nach Gleichungen 2.5, 2.6 und 2.7 durch das Makro korrigiert, während er bei Dämpfen und hybriden Gemischen nicht korrigiert wird, sondern die Ergebnisse direkt ausgegeben werden. Bei Stäuben und hybriden Gemischen wird der Explosionsdruck als Überdruck, bei Dämpfen als Absolutdruck angegeben.

Gemäß DIN 15967 wird die zeitliche Druckanstiegsrate als „höchster unter festgelegten Prüfbedingungen bestimmter Wert der Steigung (erste Ableitung) der Druck-Zeit-Kurve (falls erforderlich geglättet), der in einem geschlossenen Behälter bei der Explosion eines bestimmten Gemisches von brennbaren Stoffen mit Luft oder Luft und Inertgasen auftritt“ definiert [4]. Zur Bestimmung der zeitlichen Druckanstiegsrate wird daher die erste Ableitung der nach Savitzky-Golay geglätteten Druckkurve gebildet (siehe Abbildung 3.13). Das Maximum dieser Ableitung zeigt den Punkt der maximalen Steigung während der

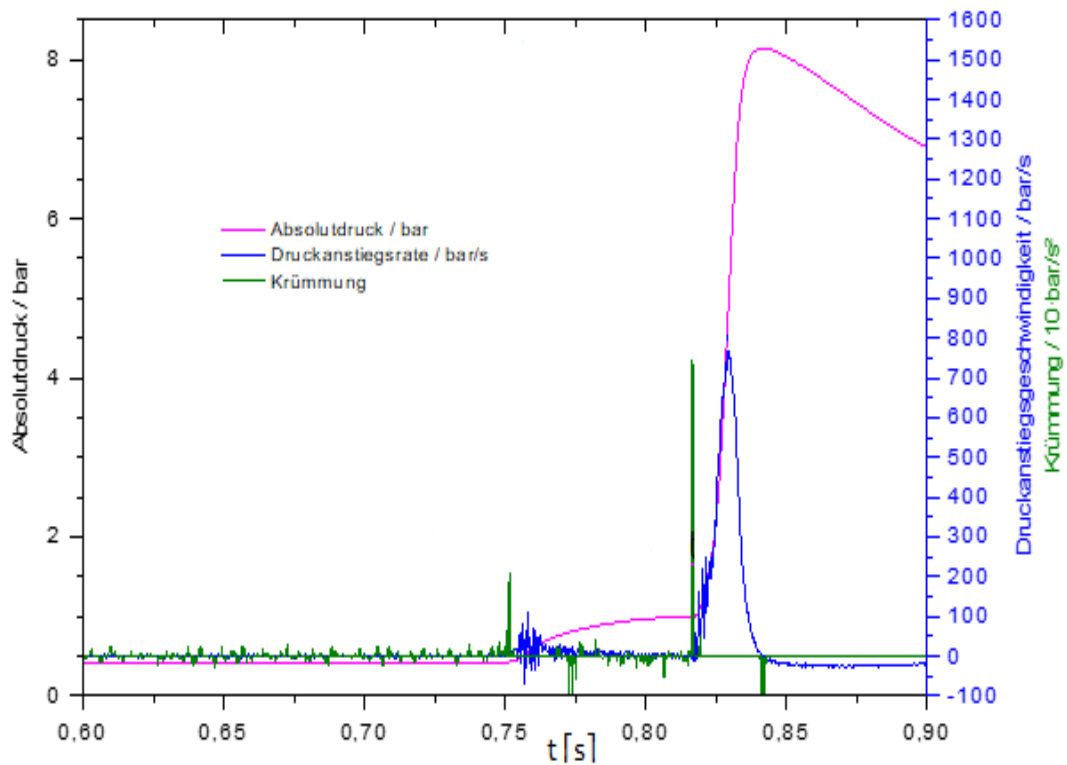


Abbildung 3.13.: Auswertung mit *Origin®*-Makro

Explosion und damit die maximale zeitliche Druckanstiegsrate für den Versuch an.

Aus drei Wiederholungsversuchen werden Mittelwerte und statistische Abweichungen von Explosionsdruck und zeitlicher Druckanstiegsrate gebildet. Die maximalen Werte der Explosionsdrücke und der zeitlichen Druckanstiegsraten über alle Konzentrationen und damit auch die auf das Volumen normierte Konstante  $K_{St}$  bzw.  $K_G$  bilden die sicherheitstechnischen Kenngrößen  $p_{ex}$  und  $(dp/dt)_{ex}$ .

Die Zünderverzugszeit (siehe Abbildung 3.13) wird nach dem Versuch über die Druckanstiege überprüft. Dazu werden die Krümmungen  $\kappa$  des Druckverlaufs nach Gleichung 3.4 bestimmt. Die Gleichung beschreibt die Krümmung  $\kappa$  einer expliziten Funktion  $y = f(x)$  an einem Punkt  $x$  [79]. Die errechnete Zünderverzugszeit ist somit die Differenz der Krümmungsmaxima (grüne Druckkurve in Abbildung 3.13).

$$\kappa = \frac{\frac{d^2p}{dt^2}}{(1 + (\frac{dp}{dt})^2)^{2/3}} \quad (3.4)$$



### 3.6. Auswertung mittels Python™

Für die Auswertung der Videos aus den Strömungsversuchen mit der Hochgeschwindigkeitskamera werden Algorithmen verwendet, die mit der Programmiersprache Python entwickelt wurden. Der Algorithmus zur Zählung der hellen und sehr hellen Pixelwerte ist in seinem Ablauf in Abbildung 3.14 dargestellt. Ein Algorithmus zerlegt das Video zunächst in einzelne Bilder. Diese werden anschließend in Grauwertbilder umgewandelt. Ein vor dem Einblasen des Staubes gemachtes Bild dient als Offset (Verschiebung des Ursprungsbildes) und wird von den folgenden Bildern subtrahiert. Für die Unterteilung in helle bzw. sehr helle Bilder werden Schwellenwerte anhand von Histogrammen definiert (Abbildung 3.15). Durch die Anzahl der hellen Pixel kann die Anwesenheit von Staub grundsätzlich detektiert werden. Die Anzahl der sehr hellen Pixel zeigt eine hohe Konzentration von Staub zu einem bestimmten Zeitpunkt im Bildbereich.

Die Bestimmung der Strömungsvektoren erfolgt über OpenPIV. Dies ist ein Tool, welches in der Python Bibliothek verfügbar ist. Zunächst werden zwei aufeinanderfolgende Bilder des zu analysierenden Zeitintervalls ausgewählt. Die aufgenommenen Bilder werden einer Vorverarbeitung unterzogen, um Bildrauschen zu reduzieren und den Kontrast zu verbessern. Anschließend erfolgt eine Korrelationsanalyse zwischen den beiden Bildern, um die Partikelbewegungen zu bestimmen. Dazu werden kleine Fenster, sogenannte Interrogationsfenster, über das erste Bild geschoben und in einem Suchbereich im zweiten Bild nach ähnlichen Mustern gesucht. Die Korrelation zwischen den beiden Fenstern liefert Informationen über die Verschiebung der Partikel zwischen den Bildern. Bei einer hohen Staubkonzentration werden keine Einzelpartikel mehr erkannt, sondern Flächen. In diesem Fall wird die Korrelationsanalyse mittel der Interrogationsfenster über die erkannte Fläche durchgeführt. Um die Genauigkeit der Partikelverfolgung zu verbessern, wird eine subpixelgenaue Interpolation angewendet. Dies erfolgt durch die Verwendung von Interpolationsalgorithmen, um die maximale Korrelationsstelle zwischen den Fenstern mit höherer Genauigkeit zu bestimmen. Durch die Verfolgung der Partikelbewegungen in den Bildern werden Vektoren erzeugt und in Vektorfeldern dargestellt. Die Vektoren repräsentieren die Geschwindigkeit und die Richtung der Partikel in der Strömung. Zur besseren

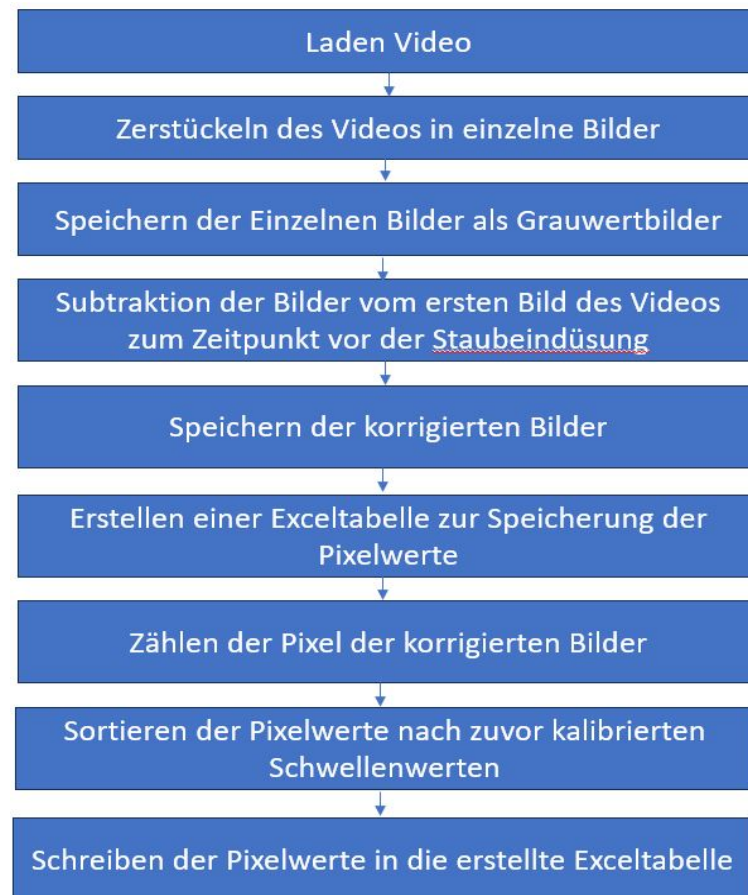


Abbildung 3.14.: Zerlegen des Messvideos und Pixelzählung

Darstellung wird das erste aufgenommene Bild in den Hintergrund des Vektorfeldes gelegt. Aufgrund der Größenunterschiede zwischen Vektorfeld und Originalbild werden die Geschwindigkeitsvektoren des Vektorfeldes interpoliert und das Originalbild verkleinert.

Zur Überprüfung der PIV-Analyse wird eine Kreuzkorrelationsberechnung mittels FFT-Analyse durchgeführt. Der Ablauf dieses Algorithmus ist in Abbildung 3.17 dargestellt. Nach dem Laden und Zuschneiden der durch den Offset korrigierten Bilder wird eine Hanning-Filterung durchgeführt. Dadurch wird das frequenzbedingte Rauschen an den Bildrändern reduziert und die Bilder für die anschließende FFT-Transformation vorbereitet. Nach der Korrelationsberechnung wird eine FFT-Rücktransformation durchgeführt und Geschwindigkeitsvektoren berechnet. Die errechneten Vektoren werden anschließend visualisiert.

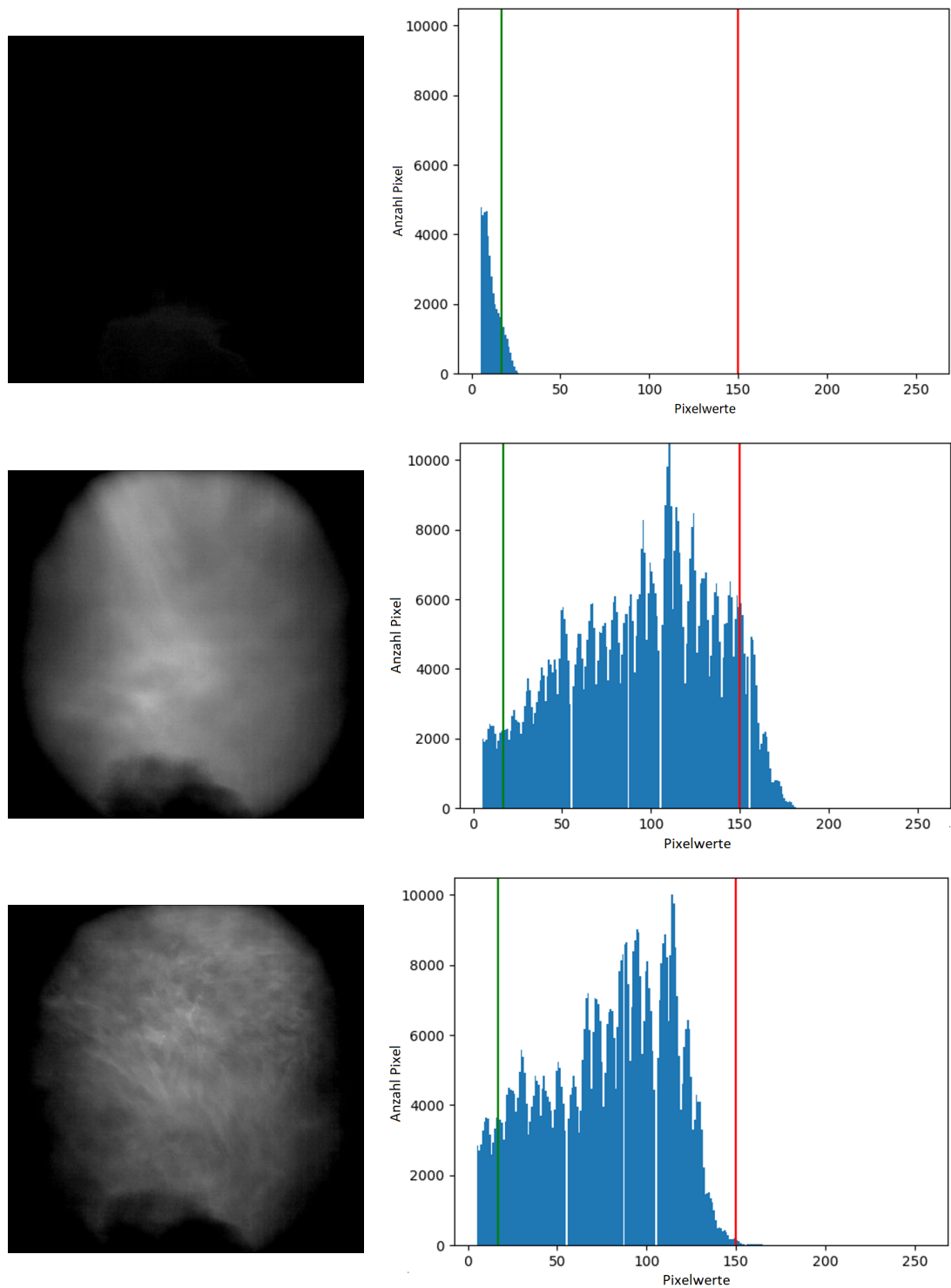


Abbildung 3.15.: Bestimmung der Schwellenwerte (rote Linien) von hellen und sehr hellen Pixeln

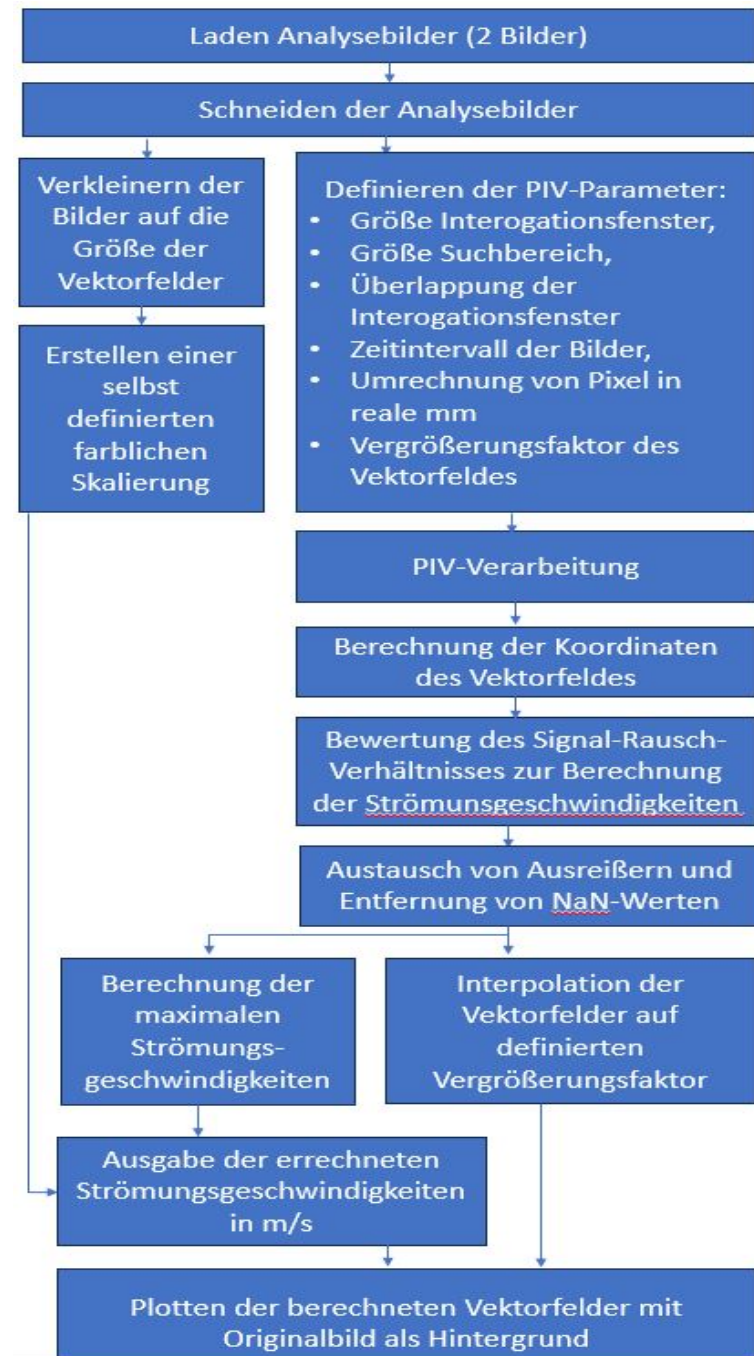


Abbildung 3.16.: Ablauf Algorithmus zur PIV



Abbildung 3.17.: Ablauf Algorithmus zur FFT-Korrelationsberechnung

## 3.7. Messtechnik

In diesem Kapitel wird die verwendete Messtechnik näher erläutert.

### 3.7.1. Druckaufnehmer

In dieser Arbeit wurden zur Bestimmung der sicherheitstechnischen Kenngrößen neben der 20-l-Kugel Druckaufnehmer verwendet, deren Funktionsweisen ebenfalls erläutert werden. Das Messprinzip eines piezoresistiven Druckaufnehmers basiert auf dem piezoresistiven Effekt, bei dem sich der elektrische Widerstand des Sensors in Abhängigkeit zum anliegenden Druck ändert. In der Regel bestehen piezoresistive Druckaufnehmer aus einer Siliziummembran und Dehnungsmessstreifen. Dabei sind die Dehnungsmessstreifen so angebracht, dass durch Dehnung ein positiver und durch Stauchung ein negativer Druck gemessen werden kann. Die aus dem Dehnungsmessstreifen erhaltene Spannung kann als Messsignal von einem Messverstärker aufgenommen und in ein entsprechendes Signal umgewandelt werden [80].

Um dynamische Druckaufnehmer zu kalibrieren, werden diese in eine hydraulische Druckkammer eingeschraubt. Die Druckkammer ist mit einem Kolben abgeschlossen, auf den ein Gewicht aus einer definierten Höhe aufgeschlagen wird. Die kinetische Energie der Fallmasse komprimiert die Druckkammer. Die aufgeschlagenen Gewichte sind auf das Drucknormal zurückgeführt. Das Signal, das der Druckaufnehmer anschließend ausgibt, wird mit dem Druck aus der Druckkammer verglichen. Um die Druckaufnehmer vor einem Temperaturschock durch die Explosion zu schützen und dadurch zu gewährleisten, dass ein korrektes Signal erhalten wird, wird eine 1 mm dicke Silikonschicht auf die Sensoren aufgebracht [81]. Zur Überprüfung der verschiedenen Druckstufen bei der Befüllung und vor dem eigentlichen Versuch werden statische Druckaufnehmer verwendet. Sie messen den Druck des statischen Mediums, also den des ruhenden Mediums ohne Bewegungsanteile [82]. Zur Kalibrierung von statischen Druckaufnehmern reicht es also aus, einen definierten Druck an der Druckmembran aufzubringen und so den tatsächlichen Druck zu überprüfen. Im Gegensatz dazu messen die dynamischen Druckaufnehmer die Bewegungsenergie eines Fluids in einem Medium. [82]

### 3.7.2. Massenspektrometrie

Zur Analyse der Gemischzusammensetzung im Inneren der Kugel wird ein Quadrupol-Massenspektrometer verwendet. Zunächst werden die Moleküle im Gas ionisiert. Ein Quadrupol trennt dann die Ionen durch Anlegen eines elektrischen Feldes über zwei kreuzweise verbundene Metallstäbe. Dabei wird ein Wechselfeld an den Metallstäben angelegt, welches die hindurchfliegenden Ionen entweder zur Mitte des Feldes oder zu den Stäben hin beschleunigt. Wird bei bestimmten Stäben zusätzlich zum Wechselfeld eine positive Gleichspannung angelegt, können nur schwere Ionen den Quadrupol passieren. Bei leichten Ionen werden diese so stark ausgelegt, dass sie die Stäbe treffen und entladen werden. Bei den entgegengesetzten Stäben wird zusätzlich zum Wechselfeld eine negative Gleichspannung angelegt, welche bewirkt, dass schwere Ionen entladen werden, während leichte Ionen zur Mitte des Stabsystems abgelenkt werden. Demzufolge sortieren die unterschiedlichen Stäbe im Quadrupol die Ionen nach ihrer Masse. Durch Variation der Gleich- und Wechselspannung kann auf eine bestimmte Ionenmasse fokussiert werden. [83] Beim verwendeten Massenspektrometer entspricht dies der Zuordnung der Messkanäle. Das verwendete Massenspektrometer detektiert dabei Ionen über einer Nachweisgrenze von 1 ppm.

### 3.7.3. Messung von Partikelgrößen mittels Laserbeugung

Die Messung der Partikelgröße wird nach dem Prinzip der Laserdiffraktometrie durchgeführt. Ein Laserdiffraktometer nutzt das Prinzip der Beugung von Licht, um Informationen über die Partikelgröße eines Materials zu erhalten. Die grundlegende Idee besteht darin, dass Laserlicht auf die Partikel trifft und dann in verschiedene Richtungen abgelenkt wird. Die Art und Weise, wie das Licht gestreut wird, hängt von der Größe der Partikel ab ([84]).

## 4. Ergebnisse und Diskussion

Im kommenden Abschnitt werden die Ergebnisse der vorher beschriebenen Experimente behandelt. Zuerst werden die Validierungen der reinen Substanzen und der Ringversuche besprochen, gefolgt von den Experimenten mit hybriden Gemischen, abschließend werden die Resultate der Strömungsvisualisierungen erläutert.

### 4.1. Untersuchungen von Reinstoffen

Zunächst erfolgte eine Verifizierung bzw. Validierung der 20-l-Kugel über die Reinstoffe. Für die Verifizierung der Stäube wurde Niacin aus dem CaRo-Ringversuch von 2013 verwendet [85]. Die Validierung der 20-l-Kugel für Dämpfe erfolgte mit 2-Propanol über die untere Explosionsgrenze. Die Daten aus der 20-l-Kugel wurden mit den Daten aus ChemSafe [86] verglichen.

#### 4.1.1. Verifizierung von Stäuben mit Niacin

Die Ergebnisse aus der Bestimmung von Niacin wurden mit den Ergebnissen derselben Bestimmung von der Otto-von-Guericke-Universität Magdeburg (OvGU) in Abbildung 4.1 verglichen. In Tabelle 4.1 sind dieselben Versuchsergebnisse im Vergleich zu den Versuchen des CaRo-Ringversuchs von 2013 dargestellt, an welchem sich 59 Prüfstellen beteiligt haben [87]. Die Ergebnisse für den maximalen Explosionsdruck und die maximale zeitliche Druckanstiegsrate erreichten die Werte der PTB und der OvGU die im CaRo-Ringversuch angegebene Spanne. Der maximale Explosionsdruck wurde bei den Messungen an der PTB bereits bei einer Konzentration von  $350 \text{ g/m}^3$  erreicht. Und lag damit bei einer deutlich tieferen Konzentration als die OvGU und die Ergebnisse des Ringversuchs. Hier wurde der



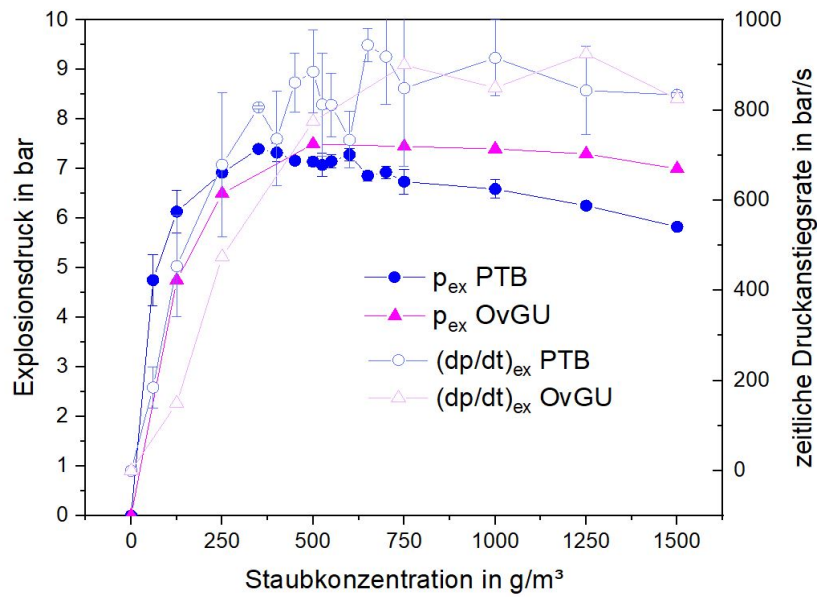


Abbildung 4.1.: Ergebnisse der Niacin-Ringversuche von OvGU und PTB bei 2x 5kJ

Tabelle 4.1.: Ergebnisse der Niacin-Ringversuche von OvGU und PTB mit dem CaRo-Ringversuch [87]

Institution	$p_{max}$	$c_{St} p_{max}$	$(dp/dt)_{max}$	$c_{St} (dp/dt)_{max}$
PTB	7,8 bar $\pm$ 0,042 bar	350 g/m <sup>3</sup>	256 bar/s $\pm$ 0,098 bar/s	650 g/m <sup>3</sup>
OvGU	7,7 bar	500 g/m <sup>3</sup>	262 bar/s	750 g/m <sup>3</sup>
CaRo13	8,2 bar $\pm$ 10 % (7,4...9,0) bar	502 g/m <sup>3</sup>	253 bar/s $\pm$ 10 % (228...278) bar/s	622 g/m <sup>3</sup>

maximale Explosionsdruck bei einer Konzentration von 500 g/m<sup>3</sup> erreicht. Die maximale zeitliche Druckanstiegsrate hingegen wurde bei einer Konzentration von 650 g/m<sup>3</sup> erreicht und liegt damit ungefähr im Rahmen des CaRo-Ringversuchs.

#### 4.1.2. Validierung von Dämpfen mit 2-Propanol

Die Ergebnisse der Validierung der 20-l-Kugel mit Dämpfen nach [4] ist in Abbildung 4.2 dargestellt. Der maximale Explosionsdruck (8,6 bar bei 50°C) und die untere Explosionsgrenze (2,2 Vol.-%) nach Chemsafe [86] sind im Diagramm mit gestrichelten Linien dargestellt. In der Literatur finden sich jedoch nur zwei Werte für den Explosionsdruck von 2-Propanol, gemessen bei 50°C und 100°C. Durch Extrapolation beider Werte ergibt sich ein Explosionsdruck von 8,17 bar bei 20°C, welcher sehr gut mit dem in Abbildung

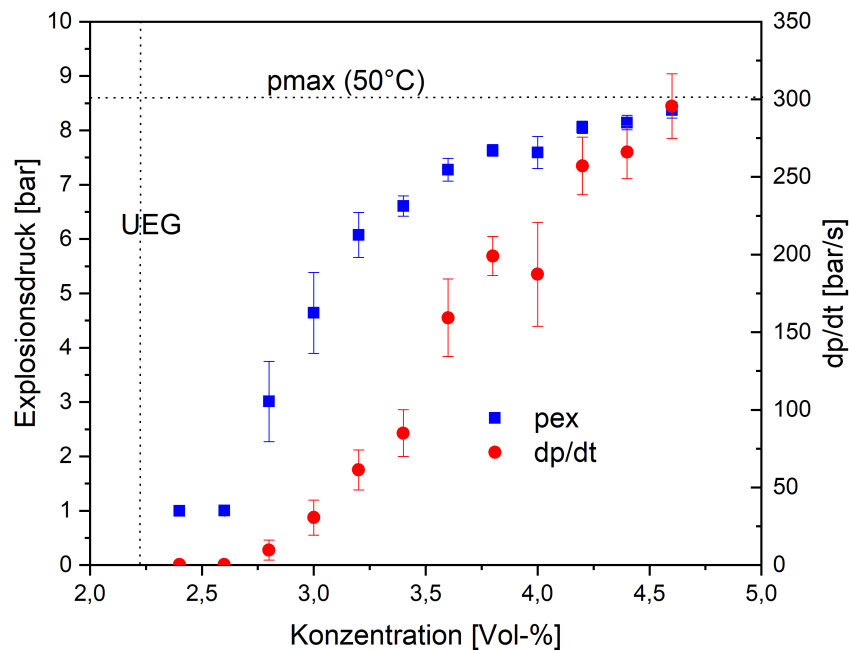


Abbildung 4.2.: Explosionsdruck und zeitliche Druckanstiegsrate von 2-Propanol gemessen mit 2 J Hochspannungsfunken

4.2 ermittelten Wert für den maximalen Explosionsdruck übereinstimmt. Trotz der möglichen Ungenauigkeiten bei der Extrapolation von Werten, insbesondere bei Gasen und Dämpfen, kann die 20-l-Kugel dennoch als validiert für den Explosionsdruck für Dämpfe betrachtet werden.

Für die Bestimmung der unteren Explosionsgrenze kommen grundsätzlich die Rohr- und die Bombenmethode zum Einsatz (vgl. [88]). Bei der Rohrmethode breitet sich die Flamme hauptsächlich in eine Richtung entlang des Rohres aus, während die Geometrie der Kugel- oder Bombenapparatur eine gleichmäßigere Flammenausbreitung und somit eine „stabilere“ Zündung begünstigt. Dadurch ist es einfacher, geringere Gas- bzw. Dampfkonzentrationen zu ermitteln. Zudem wird das Kriterium für eine Explosion bei der Rohrmethode über die Flammenablösung definiert, während bei der Bombenmethode der Druckanstieg maßgeblich ist. Grundsätzlich lässt sich ein Druckanstieg messtechnisch genauer ermitteln als eine Flammenablösung. Diese ist ein schneller, dynamischer Prozess, der schwer vorherzusagen und genau zu beobachten ist. Die UEG für 2-Propanol aus der Literatur ([86])

wurde vermutlich mittels Rohrmethode bestimmt.

Die untere Explosionsgrenze (UEG) von 2-Propanol aus der Literatur (2,2 Vol.-%) konnte mit den vorliegenden Versuchen nicht bestätigt werden. Damit gilt die 20-l-Kugel in dieser Arbeit nicht als validiert für die UEG.

Eine mögliche Ursache könnte die nicht vollständige Verdampfung von 2-Propanol bei 20°C sein. Erst bei einer vermeintlich höheren Dampfkonzentration wird die UEG erreicht und das 2-Propanol-Luft-Gemisch zündet in der 20-l-Kugel. Eine zusätzliche potenzielle Fehlerquelle könnte das große Volumen der 20-l-Kugel sein. Die piezoelektrischen Drucksensoren, welche die Explosion registrieren, erfassen die Drücke an der Innenwand des Behälters, während die eventuell vorhandene, wahrscheinlich sogar schwache Zündung im Zentrum der 20-l-Kugel erfolgt. Der Explosionsdruck, der durch die Zündung erzeugt wird, muss zunächst die Drucksensoren erreichen, um erkannt zu werden. Diese Gegebenheit führt zu einer Einschränkung der Messgenauigkeit. Bei der oben erwähnten Bombenmethode werden 5L-Prüfgefäße verwendet. [88]

#### **4.1.2.1. Bestimmung der Dampfkonzentration beim Einbringen der Flüssigkeit**

Die Dampfkonzentration nach dem Verdampfen der Flüssigkeit in der 20-l-Kugel wurde nach zwei Methoden untersucht. Dabei erwies sich die Bestimmung der Dampfkonzentration mittels Partialdruckmethode als wesentlich einfachere und präzisere Methode. Die Ergebnisse beider Bestimmungen sind im Folgenden aufgeführt.

#### **4.1.2.2. Massenspektrometrie**

Da es sich technisch schwierig gestaltet, die Menge des Brennstoffes im Gasgemisch vor der Zündung quantitativ zu erfassen, wurde das Massenspektrometer auf den im Gasgemisch vorhandenen Sauerstoff kalibriert (siehe Kapitel 3.2.2.1). Durch das konstante Behältervolumen von 20L lässt sich indirekt durch den Anteil an Sauerstoff auf den jeweiligen Brenngasanteil schließen. Methan wurde über eine Gasflasche zudosiert, während Aceton als Flüssigkeit injiziert und innerhalb der Kugel verdampft wurde. Methan ist daher als Molanteil und Aceton als Volumenteil angegeben. In den Abbildungen 4.3a und 4.3b

sind jeweils die Signalintensitäten von Sauerstoff in Abhängigkeit der Zeit aufgeführt. Die Signale bei 9.94 % und 24.9 % sind die Signale der Kalibrier gases. Bei Erhöhung des Brennstoffanteils im Brenngas-Luft-Gemisch wird das Signal des Sauerstoffs entsprechend schwächer dargestellt.

Tabelle 4.2 zeigt die über eine Kalibrierung ermittelten Werte des prozentualen Sauerstoffanteils für die Zugabe von Methan und Aceton als Brennstoffe. Nach der Auswertung der Einzelmessungen gelingt es, den Sauerstoff in der 20-l-Kugel nach Zugabe des Brennstoffs zu mindestens 98,5 % im Brennstoff-Luft-Gemisch zu bestimmen.

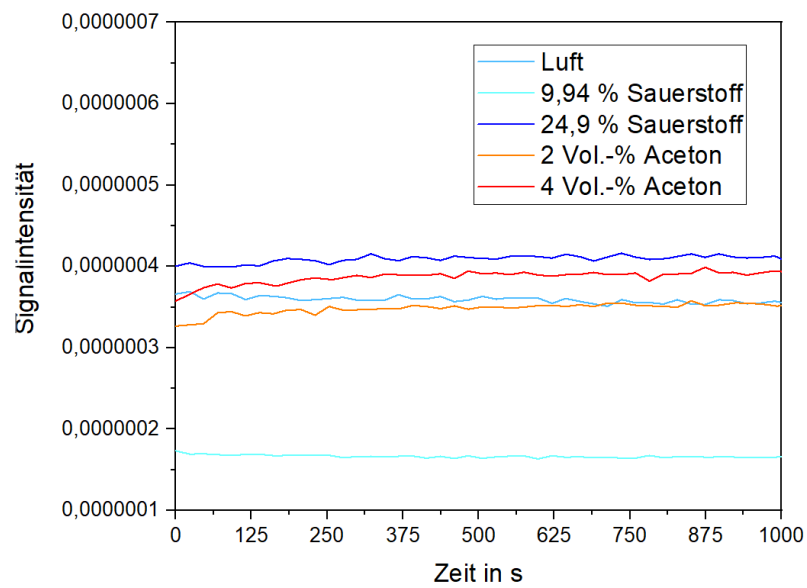
Tabelle 4.2.: Durchschnittliche gemessene Sauerstoffanteile und ihre Abweichungen von den geforderten Sauerstoffanteilen für verschiedene Brennstoffe

Brennstoff	Mittelwert $O_2$ [%]	Stabw $O_2$ [%]	rel. Abweichung [%]	abs. Abweichung [%]
Methan 3 Mol.-%	19,21	0,27	5,92	1,13
Methan 5 Mol.-%	18,47	0,89	3,24	0,59
Aceton 2 Vol.-%	21,32	0,023	3,6	0,74
Aceton 4 Vol.-%	21,26	0,059	5,5	1,1

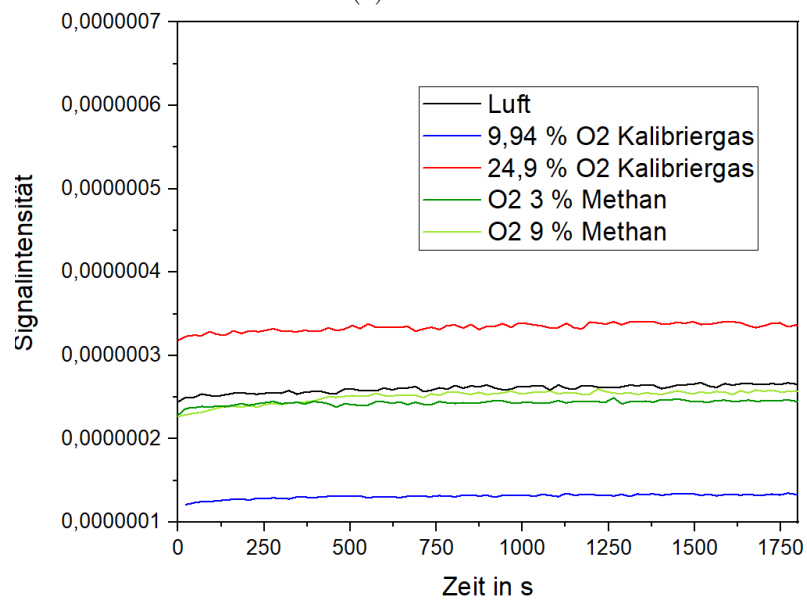
Die Bestimmung des Brennstoffgehalts über den Sauerstoffgehalt mittels Massenspektrometrie ist keine geeignete Methode, um eine repräsentative Aussage über die Reproduzierbarkeit der Gasmischung vor Beginn der Versuche zur Bestimmung von Explosionsdruck ( $p_{ex}$ ), Druckanstiegsrate  $(dp/dt)_{ex}$  und der unteren Explosionsgrenze (UEG) zu treffen. Für die exakte Bestimmung des Sauerstoffgehalts und damit indirekt des Brenngases wird ein homogenes Gasgemisch benötigt, das über eine Kapillare von der 20-l-Kugel bis ins Massenspektrometer angesaugt wird. Allerdings führen die spezifischen Versuchsbedingungen bei sicherheitstechnischen Messungen zu Verwirbelungen im Inneren der Apparatur, was die Bestimmung des Sauerstoffgehalts mit einer erheblichen Unsicherheit behaftet. Zudem spielt die Position der Kapillare innerhalb der 20-l-Kugel eine entscheidende Rolle. Die entnommene Probe repräsentiert lediglich den Sauerstoffgehalt in einem kleinen, lokalen Bereich um die Kapillare und kann daher den gesamten Sauerstoffgehalt innerhalb der 20-l-Kugel nicht genau widerspiegeln. Ein weiterer kritischer Punkt ist die zeitliche Verzögerung der Messung. Da die Bestimmung des Sauerstoffgehalts einige Zeit in Anspruch nimmt, kann die lokale Gaszusammensetzung im Messbereich sich bis zum Zeitpunkt der

Anzeige des Messsignals bereits verändert haben, was die Aussagekraft der Messung zusätzlich einschränkt.

Für 2-Propanol waren die Versuche aufgrund der unvollständigen Verdampfung bei 20°C nicht reproduzierbar.



(a) Aceton



(b) Methan

Abbildung 4.3.: Kalibrier- und exemplarische Probensignale der Sauerstoffpeaks von Aceton und Methan über die Zeit

#### 4.1.2.3. Partialdruckmethode

Zum Dosieren von Flüssigkeiten in die 20-l-Kugel gibt es diverse Möglichkeiten. Für die Entwicklung einer geeigneten, normungsfähigen Prüfprozedur ist es daher sinnvoll, ein Verfahren zu wählen, welches sich technisch gut realisieren lässt und leicht an die etablierte 20-l-Kugel installiert werden kann. Die Ergebnisse unterschiedlicher Vorkammern sind in Tabelle 4.3 zusammengefasst. Die Überprüfung der eingespritzten Volumenprozent erfolgte mittels Partialdruckmethode (vgl. Kapitel 3.2.2.1).

Tabelle 4.3.: Vergleich unterschiedlicher Einspritzmethoden für Flüssigkeiten

Art der Vorkammer	Volumen [ml]	Vol.-% Soll	Vol.-% Ist	relative Abweichung [%]
Spritze	2	1,996	1,871	6,3
kleine Vorkammer Kunststoff	4	1,996	1,414	42,1
große Vorkammer Kunststoff	6	1,996	1,156	29,2
Vorkammer Edelstahl	5	1,777	1,252	29,6

Beim Vergleich der gewählten Vorkammermethoden zeigt sich deutlich, dass das Dosieren mittels Spritze die Methode mit der geringsten Abweichung ist. Durch das Einziehen des Kolbens über den Unterdruck in der 20-l-Kugel wird die Spritze vollständig entleert. Bei den weiteren betrachteten Vorkammern blieb eine undefinierbare Restmenge in der Vorkammer zurück. Der große Vorteil im Verwenden einer Spritze besteht ferner darin, dass die Spritzengröße an das benötigte Volumen angepasst werden kann.

## 4.2. Untersuchungen hybrider Gemische

Die 20-l-Kugel wurde nun zur Messung von hybriden Gemischen mit Dämpfen verwendet. Die Dampfmenigen in dieser Arbeit beziehen sich stets auf die eingespritzte Menge.

### 4.2.1. Explosionsdruck und zeitliche Druckanstiegsrate

Nach der Normenreihe DIN EN 14034 [2], [3], [24] zur Messung von Explosionsdruck, zeitlicher Druckanstiegsrate und unterer Explosionsgrenze sind zwei pyrotechnische Zünder mit einer Zündenergie von je 5 kJ zur Zündung des Staub-Luft-Gemisches zu verwenden. Bei hybriden Gemischen kann diese hohe Zündenergie aufgrund der höheren Empfindlichkeit

des brennbaren Dampfes zu einer Überinitiierung der Zündung führen. Aus diesem Grund wurden für die hier vorgestellten Versuche zwei 1 kJ-Zünder verwendet. Abbildung 4.4 vergleicht den Explosionsdruck und die Druckanstiegsrate für Maisstärke mit verschiedenen Zündenergien. Insbesondere die Druckanstiegsrate zeigt keinen signifikanten Unterschied zwischen den beiden Zündenergien. Die niedrigere Zündenergie hat daher vermutlich keinen Einfluss auf die folgenden Ergebnisse. Die optimale Konzentration für die Messung des Maximalwertes über den Konzentrationsbereich ( $p_{max}$ ) wird bei  $750 \text{ g/m}^3$  gefunden.

Der Versuchsaufbau orientiert sich an den Prüfverfahren für reine Stäube. Daher ist es notwendig zu wissen, wie sich Reinstoffe, insbesondere Staub, verhalten, um die Unterschiede zwischen hybriden Gemischen und Reinstoffen zu ermitteln. In diesem Abschnitt wurden als Modellsystem ein Maisstärke-2-Propanol-Luft-Gemisch und ein Maisstärke-Aceton-Luft-Gemisch untersucht.

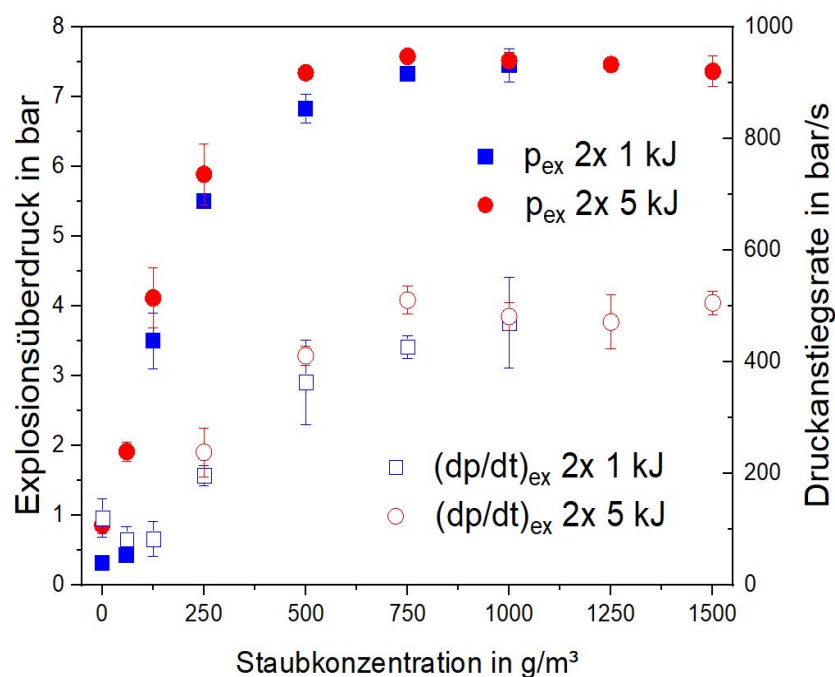
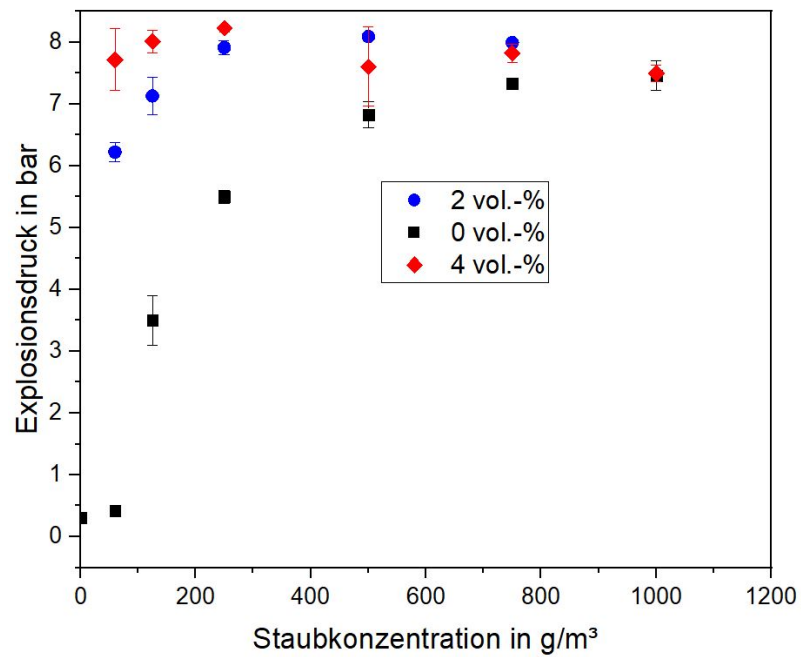


Abbildung 4.4.: Vergleich der Explosionsdrücke und zeitlichen Druckanstiegsraten bei 2x 1kJ und 2x 5kJ pyrotechnischen Zündern eines Maisstärke-Luft-Gemisches

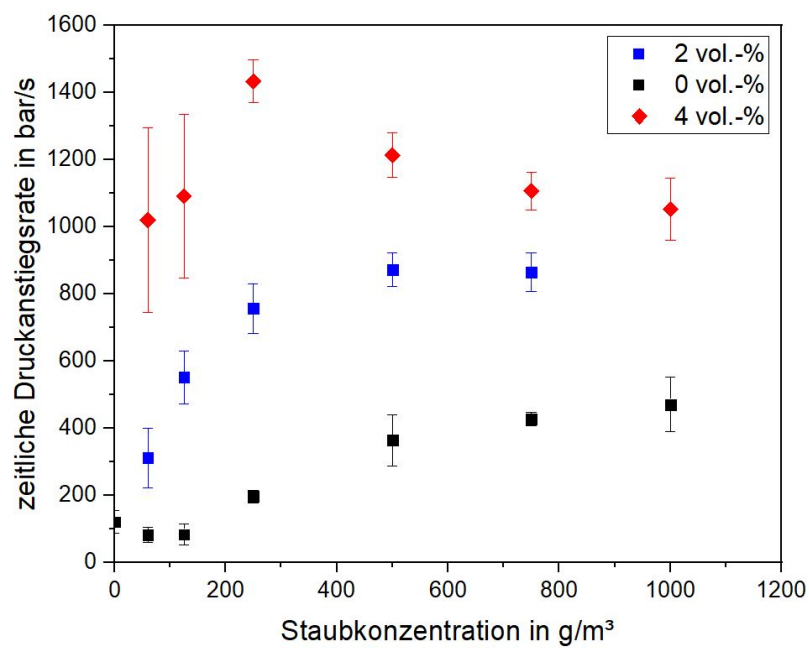
Die Bestimmung eines Maisstärke-2-Propanol-Luft-Gemisches bei einem 2-Propanolanteil von 0 Vol.-%, 2 Vol.-% und 4 Vol.-% sind in Abbildungen 4.5a und 4.5b dargestellt. Bei



einer Beimengung von 2 Vol.-% 2-Propanol steigt der Explosionsdruck in Abbildung 4.5a signifikant bis zu einem maximalen Wert von 8,23 bar an und sinkt anschließend wieder ab. Bei einer Beimengung von 4 Vol.-% 2-Propanol wird der maximale Explosionsdruck bereits bei einer Maisstärkekonzentration von  $250 \text{ g/m}^3$  erreicht und fällt anschließend sehr viel stärker wieder ab. Bei einer hohen Konzentration von sowohl Dampf als auch Staub wird aufgrund des limitierten Sauerstoffs in der Kugel die Explosion abgeschwächt. Dadurch sinkt der Explosionsdruck wieder ab. Die Verbrennung von reinem 2-Propanol in der 20-l-Kugel ist eine magere Verbrennung, da bei einer Konzentration von 4 Vol.-% das Äquivalenzverhältnis zwar näher am stöchiometrischen Verhältnis liegt, aber dennoch einen leichten Sauerstoffüberschuss aufweist. Der Anteil an verfügbarem Sauerstoff für die Verbrennung der Maisstärke ist bei 4 Vol.-% 2-Propanol-Zugabe bei gleich bleibendem Volumen der 20-l-Kugel geringer (siehe Anhang A.2). Der Mangel an Sauerstoff hemmt die Verbrennungsreaktion von Maisstärke bereits bei geringeren Konzentrationen als bei einer 2-Propanol Konzentration von 2 Vol.-%. In Abbildung 4.5b ist die entsprechende zeitliche Druckanstiegsrate dargestellt. Auch hier zeigt sich bei einer hohen Dampfkonzentration die Abschwächung der Reaktivität des Gemisches durch die Sauerstofflimitierung. Dadurch ist für die vollständige Staubverbrennung nicht mehr genug Sauerstoff in der Luft im Inneren der 20-l-Kugel vorhanden. Vergleicht man zudem die zeitlichen Druckanstiegsraten unterschiedlicher hybrider Gemische mit reinem Staub, sieht man in der Abbildung 4.5b bereits bei Staubkonzentrationen von Maisstärke ab  $60 \text{ g/m}^3$  eine Explosion. Der Messpunkt bei einer Staubkonzentration von  $0 \text{ g/m}^3$  und einer 2-Propanol-Konzentration von 0 Vol.-% zeigt eine zeitliche Druckanstiegsrate von 120 bar/s. Diese Druckanstiegsrate ergibt sich alleine aus der Zündung der pyrotechnischen Zünder.



(a) Explosionsdruck



(b) Zeitliche Druckanstiegsrate

Abbildung 4.5.: Explosionsdruck und zeitliche Druckanstiegsrate eines 2-Propanol-Maisstärke-Luft-Gemisches bei 2x 1kJ

Es wurden zwei verschiedene Dämpfe zur Bildung der hybriden Dampf-Staub-Luft-Gemische verwendet. Zunächst wurden die Versuche mit 2-Propanol durchgeführt. Aufgrund des Dampfdrucks von 2-Propanol (43 mbar bei 20°C), wurde anschließend Aceton mit einem höheren Dampfdruck verwendet (247 mbar bei 20°C). Damit sollte ein mögliches Kondensieren des Lösungsmittels an der Wand der 20-l-Kugel vermieden werden. Beim Vergleich der Ergebnisse beider Lösungsmittel zeigten sich keine signifikanten Unterschiede, die nicht auf die spezifischen Materialeigenschaften zurückzuführen wären, wie etwa einen leicht höheren Explosionsdruck des Aceton-Maisstärke-Luft-Gemisches im Vergleich zum 2-Propanol-Maisstärke-Luft-Gemisch. Dies deutet darauf hin, dass das 2-Propanol trotz seines geringeren Dampfdrucks lange genug in der Dampfphase bleibt, bis die Zündung erfolgt. In zukünftigen Untersuchungen sollte überprüft werden, ab welcher Zündverzugszeit ein mögliches Kondensieren an der Behälterwand die Messergebnisse beeinflusst. Zudem könnten weitere Dampf-Staub-Gemische mit unterschiedlichen Stoffeigenschaften hinsichtlich ihres Kondensationsverhaltens untersucht werden.

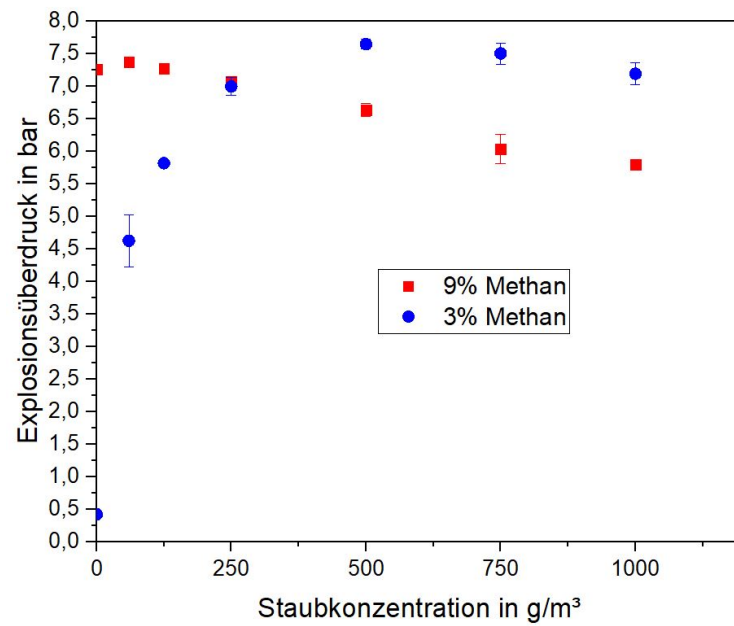
#### **4.2.2. Verifizierung hybrider Gemische über Ringversuche**

In diesem Abschnitt werden die Ringversuche der untersuchten hybriden Gemische vorgestellt. Die Ergebnisse des ersten Ringversuches mit Methan und Maisstärke sind mit denen der weiteren Ringversuchsteilnehmer zusammengefasst in der Arbeit von Spitzer [51] erläutert.

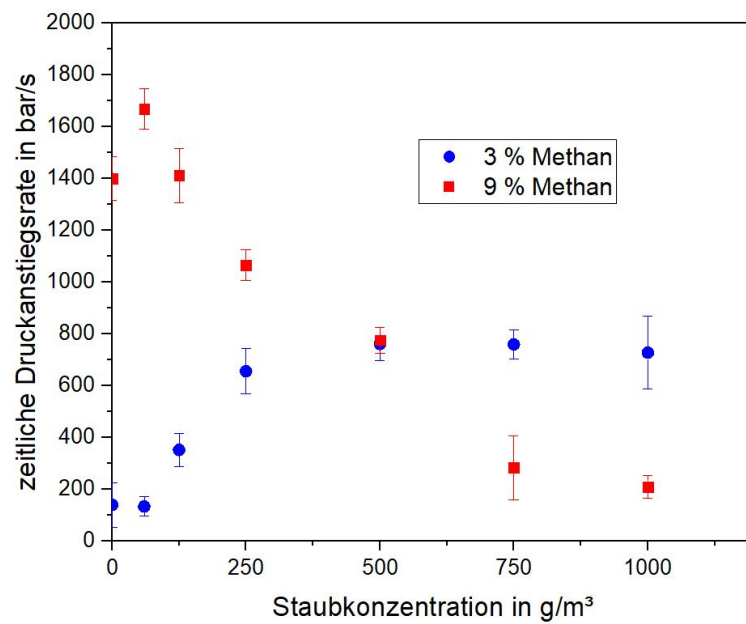
##### **4.2.2.1. Maisstärke mit Methan**

Die Abbildungen 4.6a und 4.6b präsentieren die Ergebnisse von Untersuchungen, die an der PTB mit hybriden Gemischen in Kombination mit Gasen durchgeführt wurden, wobei zwei verschiedene Methankonzentrationen betrachtet wurden. Bei einem Methananteil von 3 mol. – % steigen sowohl der Explosionsdruck als auch die zeitliche Druckanstiegsrate mit zunehmender Staubkonzentration. Hingegen wird der maximale Explosionsdruck und die zeitliche Druckanstiegsrate bei 9 mol. – % bereits bei sehr niedrigen Staubkonzentrationen erreicht. Diese Methankonzentration ist im Gegensatz zu 3 mol. – % auch ohne

Staubzusatz zündfähig, da sie nahe dem stöchiometrischem Verhältnis mit einem geringen Luftüberschuss ist. Der benötigte Sauerstoff ist zu gering, um noch genügend zusätzlichen Sauerstoff für die Verbrennungsreaktion von Maisstärke bei höheren Konzentrationen zur Verfügung zu stehen. Im Vergleich dazu verbrennt Methan bei einer Methankonzentration von 3 mol. – % bei deutlichem Luftüberschuss, welcher für die zusätzliche Verbrennung von Maisstärke ausreichend ist.



(a) Explosionsdruck



(b) Zeitliche Druckanstiegsrate

Abbildung 4.6.: Explosionsdruck und zeitliche Druckanstiegsrate des Maisstärke-Methan-Gemisches bei 2x 1kJ

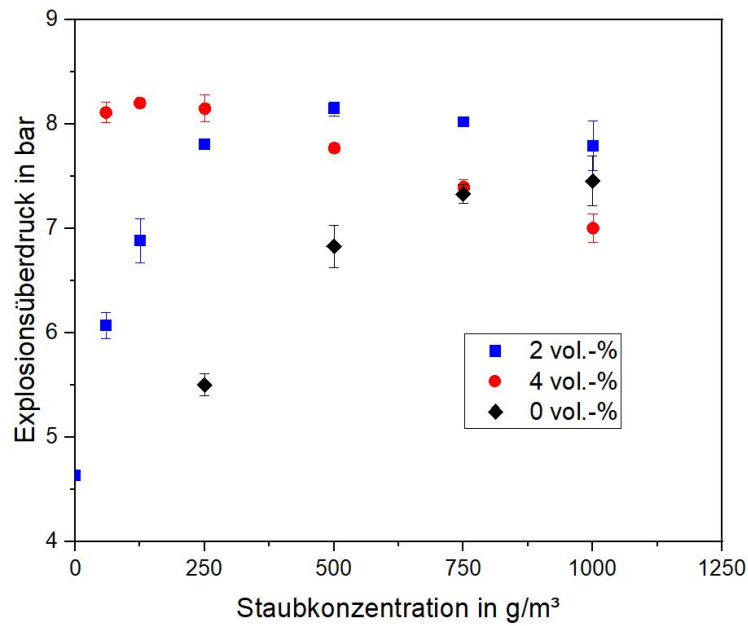
#### 4.2.2.2. Maisstärke mit Aceton

Zur Vergleichbarkeit der Bestimmungen von hybriden Staub-Dampf-Luft-Gemischen wurde ein Ringversuch organisiert. Die Ergebnisse der einzelnen Teilnehmer sind im Anhang (A.1-A.3) dargestellt. Die Abbildung 4.7 zeigt die Einzelergebnisse der PTB für die Teilnahme am Ringversuch.

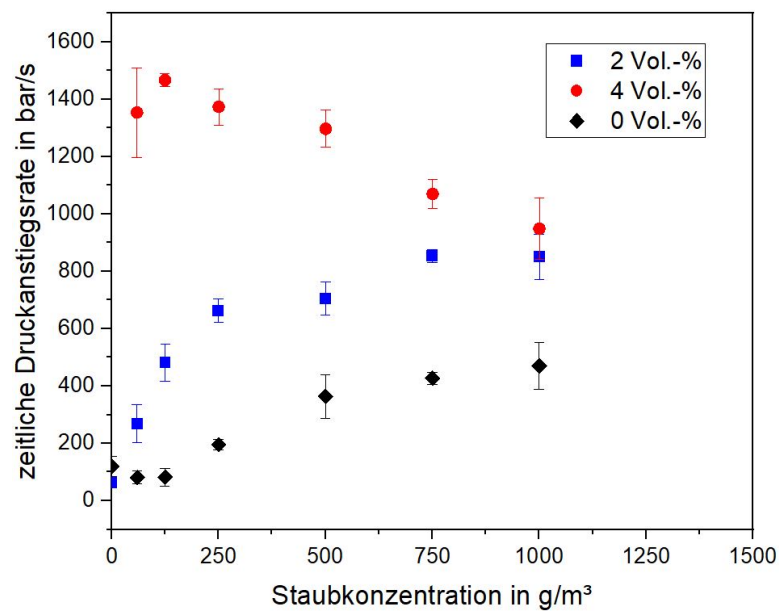
Die Ergebnisse zeigen, dass durch die Zugabe von Aceton zur Maisstärke die Explosionsdrücke und die Druckanstiegsraten deutlich ansteigen. Bei einer Konzentration von 4 Vol.-% Aceton sinkt der hohe Explosionsdruck und auch die Druckanstiegsrate bei Zugabe von Maisstärke ab. Aceton verbrennt bei 4 Vol.-% Aceton sehr nah am stöchiometrischen Verhältnis und ist damit auch ohne Anwesenheit von Maisstärke zündfähig. Der nach der Verbrennungsreaktion von Aceton verbliebene Sauerstoff wird bereits durch die Verbrennung von geringen Mengen an Maisstärke aufgebraucht und hemmt damit die weitere Verbrennungsreaktion.

Einige Teilnehmer haben bei der Bestimmung von Explosionsdruck und zeitlicher Druckanstiegsrate den geforderten Druck, welcher zum Erreichen des finalen Messdrucks (PIPR [89]) von 1 bar erforderlich ist, nicht eingehalten. Der geforderte PIPR von 0,6 bar kompensiert den Druckabfall nach dem Einblasen des Staubes durch die Volumenänderungsarbeit und die Temperaturänderung, die durch das Komprimieren des Gases auftritt. Dadurch ergibt sich im Gesamtergebnis (Abbildung 4.8) für den Explosionsdruck und die zeitliche Druckanstiegsrate eine Streuung um den Mittelwert, welche im Gesamtergebnis als Standardabweichung dargestellt ist.

Die Standardabweichung für den Explosionsdruck nimmt mit steigender Staubkonzentration ab. Die anfänglich hohe Streuung bei der Messung mit reinem Dampf kann auf die Messung im turbulenten Milieu zurückgeführt werden. Bei einer Zumischung von 2 Vol.-% Aceton zeigt sich ein deutlicher Anstieg sowohl beim Explosionsdruck als auch bei der zeitlichen Druckanstiegsrate. Die Maxima von  $p_{ex}$  und  $(dp/dt)_{max}$  werden jeweils bei  $500 \text{ g/m}^3$  (vgl. Tabelle 4.4) erreicht. Bei einer Zugabe von 4 Vol.-% werden die maximalen Werte von  $p_{ex}$  und  $(dp/dt)_{max}$  bei deutlich geringeren Staubkonzentrationen erreicht. Bei beiden

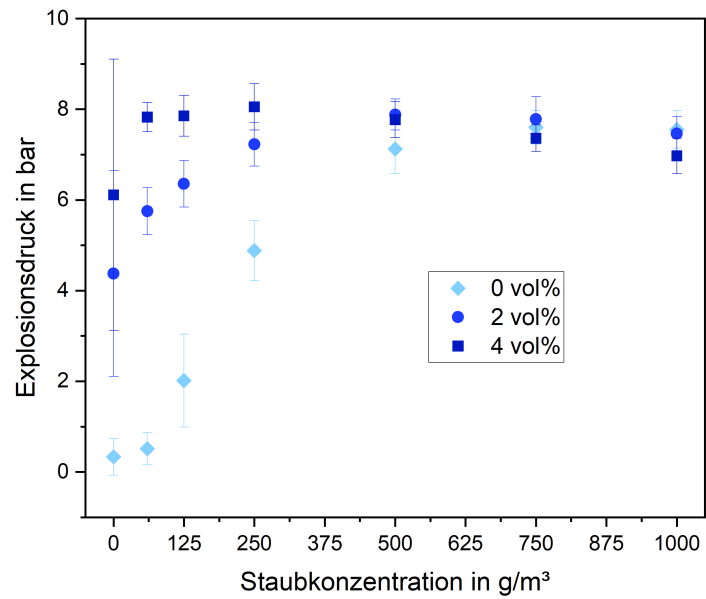


(a) Explosionsdruck

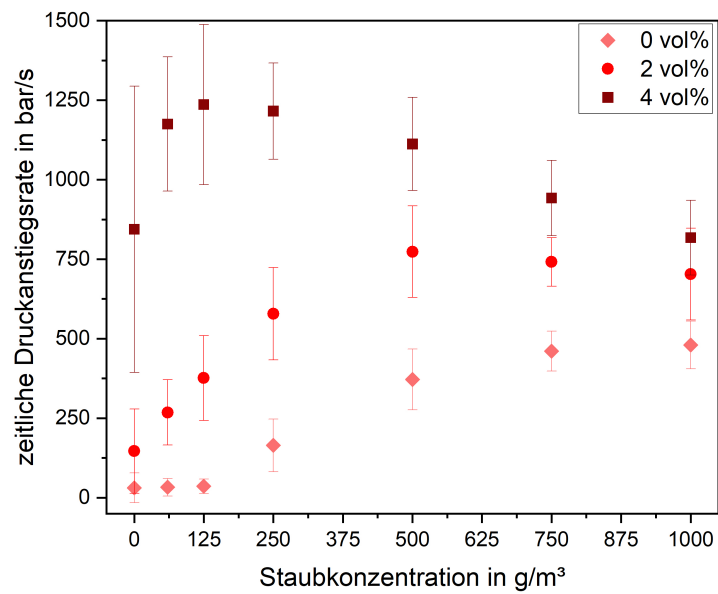


(b) Zeitliche Druckanstiegsrate

Abbildung 4.7.: Ergebnisse des Messreihen der PTB des Ringvergleichs für hybride Gemische mit Dämpfen bei 2x 1kJ



(a) Explosionsdruck



(b) Zeitliche Druckanstiegsrate

Abbildung 4.8.: Gesamtergebnisse des Ringvergleichs für hybride Gemische mit Dämpfen bei 2x 1kJ



$c_{Dampf}$ Vol.-%	$p_{max}$	$c_{St} p_{max}$	Abw.	$(dp/dt)_{max}$	$c_{St} (dp/dt)_{max}$	Abw. %
0 Vol.-%	7,6 bar	750 g/m <sup>3</sup>	5 %	480 bar/s	1000 g/m <sup>3</sup>	15 %
2 Vol.-%	7,88 bar	500 g/m <sup>3</sup>	4,4 %	774 bar/s	500 g/m <sup>3</sup>	19 %
4 Vol.-%	8,05 bar	250 g/m <sup>3</sup>	6,3 %	1236 bar/s	125 g/m <sup>3</sup>	13 %

Tabelle 4.4.: Ergebnisse des Ringversuchs zur Messung von  $P_{max}$  und  $dpdt_{max}$  von hybriden Gemischen mit Dämpfen

Kenngößen zeigt sich ein deutlicher Abfall durch die Limitierung des Sauerstoffs innerhalb der 20-l-Kugel. Durch die limitierte Luft wird der vorhandene Sauerstoff bei einer größeren Zugabe von Brennstoff verbraucht. Bei höheren Konzentrationen steht somit nicht mehr genug Sauerstoff für eine vollständige Verbrennung der Maisstärke und des Acetons zur Verfügung. Dadurch sinkt der Explosionsdruck leicht, die zeitliche Druckanstiegsrate deutlich ab. Die Gesamtergebnisse des durchgeführten Ringversuchs sind in Tabelle 4.4 zusammengefasst.

### 4.2.3. Untere Explosionsgrenze bei hybriden Gemischen

Für die industrielle Anwendung ist aus sicherheitstechnischer Sicht die Bestimmung der unteren Explosionsgrenze besonders relevant. Sie wurde bei zwei unterschiedlichen Zündenergien bestimmt.

#### 4.2.3.1. Untere Explosionsgrenze bei 2x1 kJ Zündenergie

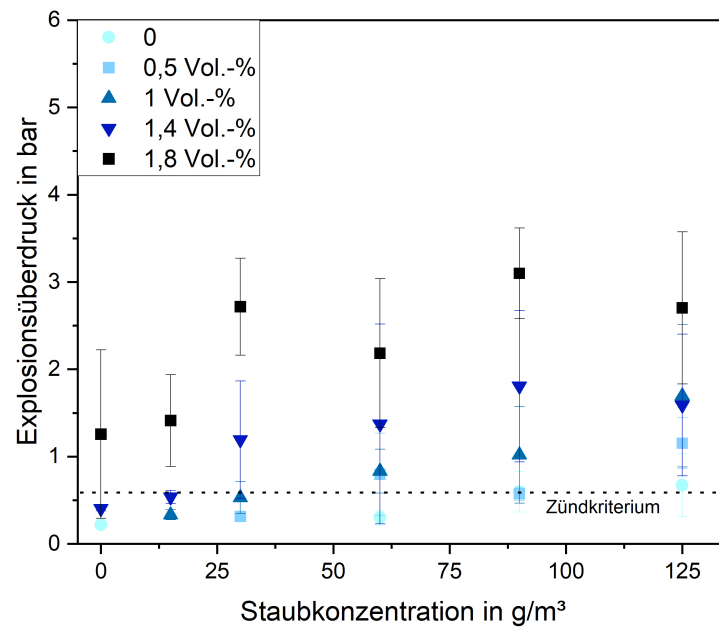
Bei einem Zündvorgang mit einer Energie von jeweils 2x 1 kJ wird ein Zündkriterium von 1,6 bar angewendet. Dieses Kriterium setzt sich aus verschiedenen Komponenten zusammen: dem Normaldruck nach der Zündung von 1 bar, einem Überdruck von 0,4 bar, der durch die chemische Reaktion der Zünder selbst erzeugt wird, sowie einem Sicherheitszuschlag von 0,2 bar. Der durch die Zünder erzeugte Überdruck wird durch die Verwendung von zwei pyrotechnischen Zündern mit jeweils 1 kJ Zündenergie in der 20-l-Kugel ohne Zusatz von Staub, Dampf oder Gas gemessen. Der Sicherheitsaufschlag wird aufgrund der Streuung der angegebenen Zündenergie der Zünder hinzugefügt [90]. Ein Explosionsdruck von größer als 1,6 bar gilt somit als Zündung.

Die Abbildungen 4.9 zeigen die ermittelten Explosionsdrücke und zeitliche Druckanstiegs-

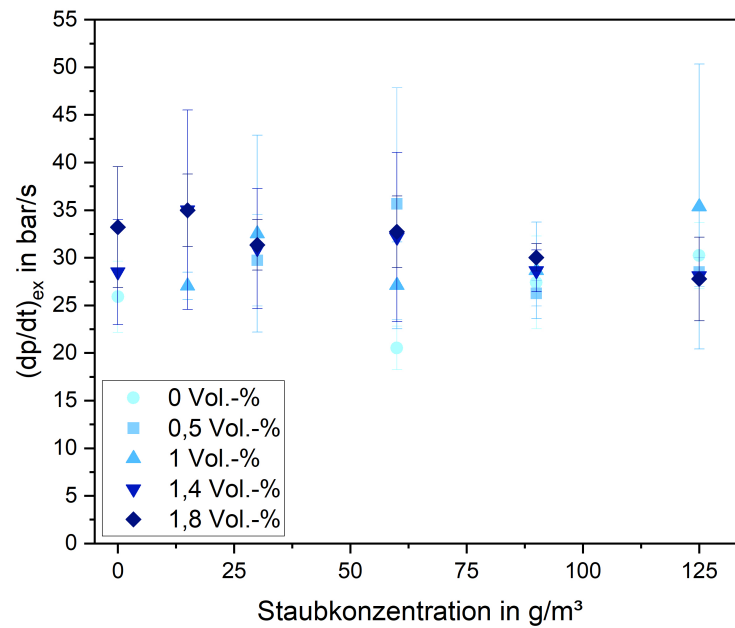
raten für die Versuche nahe der unteren Explosionsgrenze. Es wurden Dampfkonzentrationen unterhalb der UEG von 2-Propanol gewählt. Der Explosionsdruck ist in der Abbildung als Explosionsüberdruck dargestellt. Bei reiner Maisstärke wird eine zuverlässige Zündung erst bei  $125 \text{ g/m}^3$  erreicht. Da die UEG für 2-Propanol laut Chemsafe [86] bei 2,2 Vol.-% liegt, dürfte eine zuverlässige Zündung bei reinem 2-Propanol nicht erreicht werden. Das durch Zugabe von Maisstärke entstehende hybride Gemisch ist bei den untersuchten Konzentrationen jedoch zündfähig. In Abbildung 4.10 ist die untere Explosionsgrenze in Abhängigkeit der verwendeten Dampf-bzw. Staubkonzentrationen graphisch dargestellt. Mit steigendem Staubanteil ist weniger zugefügtes Lösungsmittel notwendig, um eine Zündung des Gemisches zu erreichen.

Die Bestimmung der unteren Explosionsgrenze in der 20-l-Kugel ist insofern problematisch, als dass einzelne Versuche nicht immer reproduzierbar sind und dadurch eine hohe Anzahl an Wiederholungsmessungen für ein vertretbares Gesamtergebnis notwendig sind.

In Abbildung 4.12 sind jeweils drei einzelne Messungen (jeweils mit 2 Druckaufnehmern) von reiner Maisstärke bei einer Konzentration von  $90 \text{ g/m}^3$  während jeweils zwei zufälligen Zündungen und je einer Nicht-Zündung dargestellt. Reine Maisstärke bei einer Konzentration von  $90 \text{ g/m}^3$  ist bei einem Explosionsüberdruck von 0,4 bar im nicht-zündfähigen Bereich (vgl. Abbildung 4.4). Eine der Einzelmessungen führt hier dennoch zu Zündung. In derselben Abbildung sind die Explosionsdruckverläufe von drei einzelnen Messungen mit reinem 2-Propanol bei einer Konzentration von 1,8 Vol.-% dargestellt. Obwohl die tabellarisierte UEG laut eingespritzten Volumen nicht erreicht wird, kommt es dennoch in zwei Versuchen zu Zündungen. Die Druckverläufe der drei durchgeführten Versuche sind stets unterschiedlich.



(a) Explosionsdruck



(b) Zeitliche Druckanstiegsrate

Abbildung 4.9.: Explosionsüberdruck und zeitliche Druckanstiegsrate bei Bestimmung der UEG bei 2x 1 kJ Zündenergie

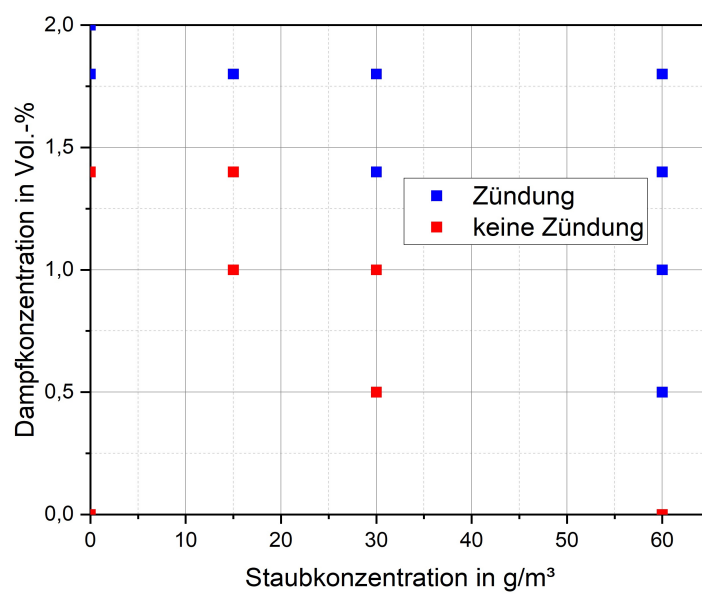


Abbildung 4.10.: Untere Explosionsgrenze bei 2x 1 kJ Zündenergie von 2-Propanol-Dampf mit Maisstärke

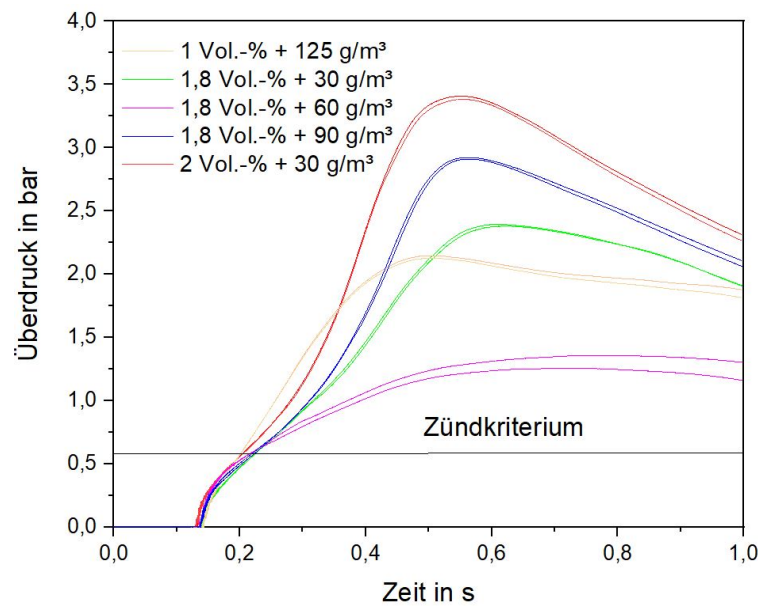


Abbildung 4.11.: Einzelmessungen der UEG von Maisstärke-2-Propanol-Luft-Gemischen bei 2x 1 kJ

Abbildung 4.11 zeigt die zeitlichen Druckverläufe ausgewählter Einzelmessungen unterschiedlicher Konzentrationen für die Bestimmung der unteren Explosionsgrenze. Es wird deutlich, dass die Druckverläufe starken Schwankungen unterliegen und sich keine Konzentrationsabhängigkeit erkennen lässt, wann diese auftreten. Bei einer Konzentration des hybriden Gemisches von  $125 \text{ g/m}^3$  mit 1 Vol.-% sollte eine deutliche Zündung erfolgen, da mit der Staubkonzentration alleine bereits die UEG erreicht wird. Bei einer konstanten Dampfkonzentration von 1,8 Vol.-% wäre bei einer Steigerung der Staubkonzentration im hybriden Gemisch ebenfalls einer Erhöhung des Explosionsüberdruckes erwartbar gewesen. Dies war in den Versuchen jedoch nicht der Fall, wie in Abbildung 4.11 zu erkennen ist. Während die Mischung von 1,8 Vol.-% mit  $30 \text{ g/m}^3$  zu einer Zündung und damit zu einem Explosionsüberdruck von 2,4 bar führt, erfolgt bei einer Erhöhung des Staubanteils keine weitere Erhöhung des Explosionsüberdrucks. Die Konzentration von  $30 \text{ g/m}^3$  in Kombination mit 2 Vol.-% führt zu einem Explosionsüberdruck von 3,4 bar.

Durch das Einblasen der komprimierten Luft über den Staubvorlagebehälter in die 20-l-Kugel bilden sich Turbulenzen. Um die dadurch entstehenden Konzentrationsinhomogenitäten zu vermeiden, wäre eine lang gewählte Zündverzögerungszeit von 2 min, wie in

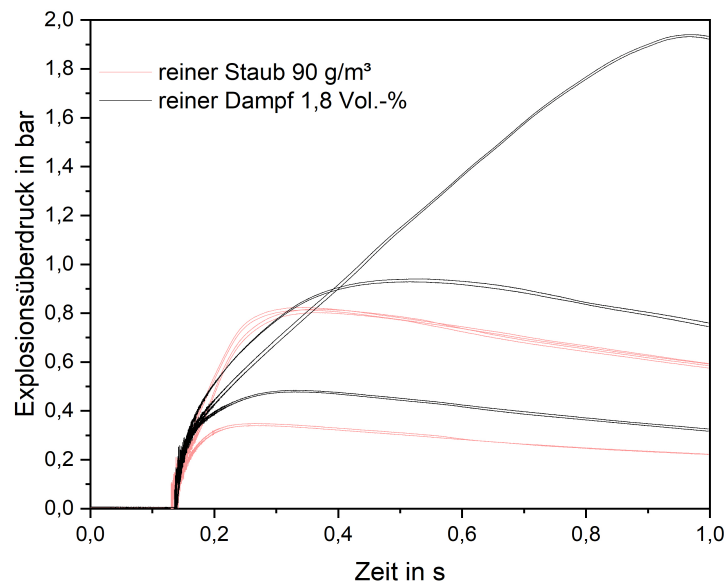


Abbildung 4.12.: Einzelmessungen der UEG von reiner Maisstärke und reinem 2-Propanol bei 2x 1 kJ Zündenergie

der Norm DIN EN 15967 [4] zur Bestimmung von sicherheitstechnischen Kenngrößen von Dämpfen gefordert, notwendig. Wenn diese Bereiche höherer Dampfkonzentration in der Nähe des Zünders auftreten, kann es, sofern die untere Explosionsgrenze erreicht wird, zur Zündung kommen. Durch diese Erklärung ist leider die tatsächlich gemessenen Konzentration des Dampfes zum Zeitpunkt der Zündung unbekannt, da sich die gemessene Konzentration stets auf das gesamte vor Versuchsbeginn eingespritzte Volumen in die 20-l-Kugel bezieht.

Wie bereits in Abbildung 4.12 dargestellt, zeigen sich Inhomogenitäten durch den unterschiedlichen Verlauf der Explosionsdrücke, speziell des Dampfanteils, auch bei hybriden Gemischen. Dies verdeutlicht Abbildung 4.13, in der verschiedene Aufnahmen während eines Versuchs zur Bestimmung der unteren Explosionsgrenze eines hybriden 2-Propanol-Maisstärke-Luftgemisches dargestellt sind. Diese Annahmen belegen ferner Aufnahmen (Abbildung 4.13), welche mit einer BASLER-Industriekamera (Aufnahmerate 250 fps) während der Zündung mittels pyrotechnischer Zünder bei einer Konzentration von  $30 \text{ g/m}^3$  Maisstärke in Kombination mit 2 Vol.-% 2-Propanol aufgenommen wurden. Der Zeitpunkt

der Zündung wird in der dazugehörigen Kameraaufnahme als völlige Überbelichtung gezeigt und markiert den Startpunkt des Versuchs visuell. Zum Zeitpunkt 8,4 ms ist der Zünder nach Aktivierung zu sehen. Ab 13,2 ms nach der Zündung werden einzelne Staubpartikel durch den Zünder entzündet, welche anschließend wiederum das gasförmige 2-Propanol entzünden. Erst im Anschluss explodiert das hybride Gemisch nach 27,6 ms nach der Auslösung des Zünders. Nach 27,6 ms ist nur eine überbelichtete Aufnahme durch die Explosion dargestellt. Der dunkle Fleck im Hintergrund auf der rechten Seite ist die Dosieröffnung für den Dampf und daher auf allen Aufnahmen an derselben Position. Vermutlich war während des Staubeinblasvorganges keine für die Zündung notwendige Staubkonzentration vorhanden, um eine Staubexplosion auszulösen. Durch die hohe Turbulenz während des Einblasvorganges kann speziell bei der Messung der unteren Explosionsgrenze keine homogene Staubwolke im Bereich der Zünder reproduzierbar aufgewirbelt werden. Die Bilder b und c zeigen dann einzelne brennende Staubpartikel aus dem pyrotechnischen Zünder, welche anscheinend ausgereicht haben, um den Dampf an einem unbestimmten Ort innerhalb der Kugel zu entzünden. In den Bildern c,d und e zeigen sich die Flammen, welche sich in einer Rotationsbewegung in der 20-l-Kugel bewegen und anschließend in Bild f zu einer Explosion führen. Die in Abbildung 4.13 gezeigten Aufnahmen zeigen einen ca. 10 cm Radius um den Zünder. Die Entzündung des Dampfes nahe der Behälterwand ist daher nicht dargestellt. Die anschließende Flammenausbreitung im Bereich der gesamten 20-l-Kugel konnte allerdings gut aufgenommen werden. Ob zunächst der Staub oder der Dampf verbrennt, ist vermutlich abhängig von der Konzentration der Brennstoffs im Inneren der 20-l-Kugel.

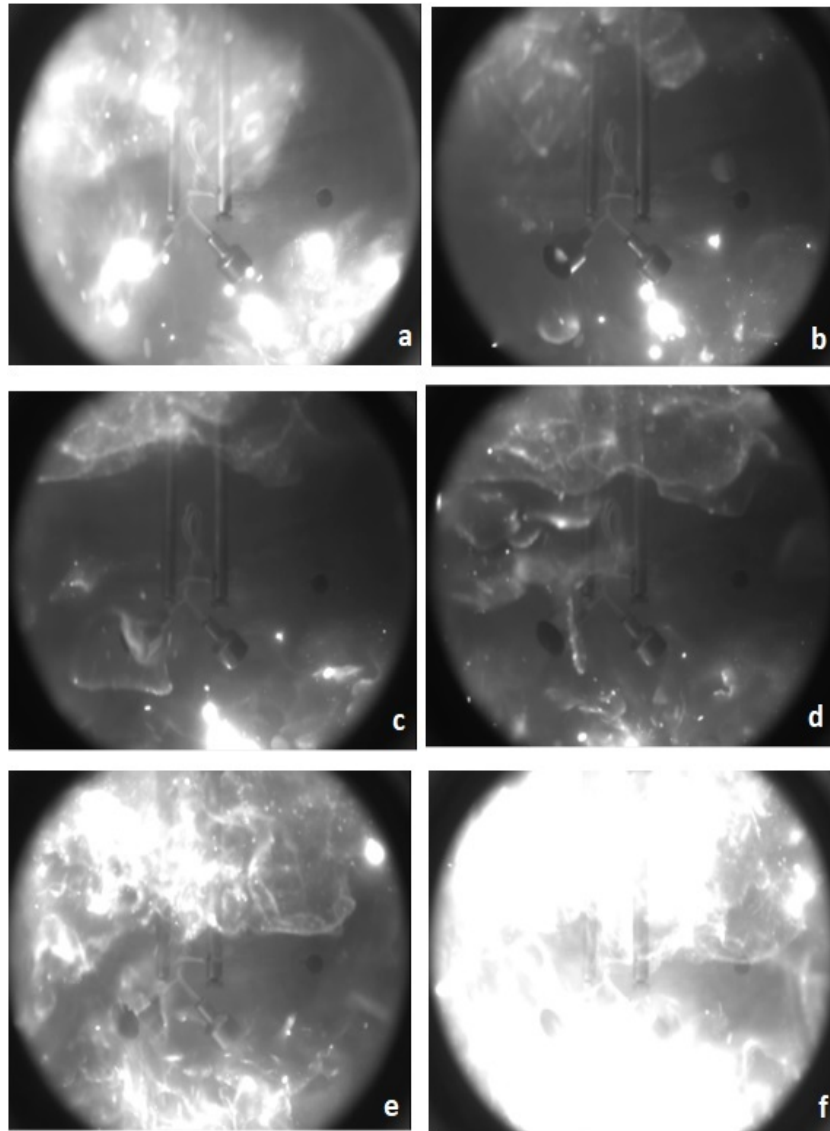


Abbildung 4.13.: Aufnahme einer Zündung und Explosion eines hybriden Maisstärke-2-Propanol-Luft-Gemisches in der 20-l-Kugel (a: 8,4 ms, b: 13,2 ms, c: 15,6 ms, d: 19,2 ms, e: 25,2 ms, f: 27,6 ms)

#### 4.2.3.2. Untere Explosionsgrenze bei 2x100 J Zündenergie

Die untere Explosionsgrenze wurde noch zusätzlich mit einer Zündenergie von 2x 100 J bestimmt. Die Ergebnisse sind in Abbildung 4.14 dargestellt. Wie in der Arbeit von *Spitzer* [90] dargestellt streuen die tatsächlich gemessenen Zündenergien der verwendeten Sobbe-Zünder sehr stark. Dadurch verschiebt sich auch die untere Explosionsgrenze je nach Zünder-Charge. Daraus ergibt sich, dass eine Messung der unteren Explosionsgrenze



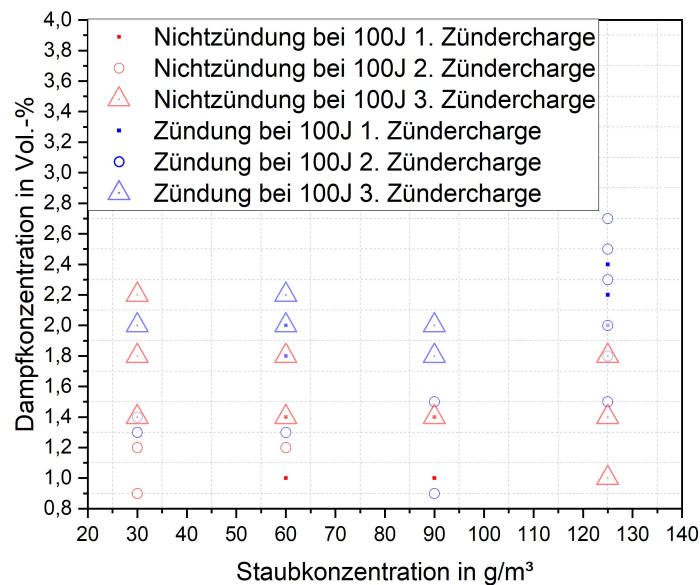


Abbildung 4.14.: Untere Explosionsgrenze bei 2x 100 J Zündenergie von 2-Propanol-Dampf mit Maisstärke unterschiedlicher Zünderchargen

mit Sobbe-Zündern bei dieser Zündenergie nicht zu empfehlen ist.

Die Ermittlung der unteren Explosionsgrenze bei verschiedenen Zündenergien gestaltete sich aufgrund der deutlichen Streuung der Versuchsergebnisse als herausfordernd. Unter Verwendung einer Zündenergie von 2x 1 kJ konnten keine durchweg reproduzierbaren Messungen für die Bestimmung der unteren Explosionsgrenze durchgeführt werden. Bei geringeren Zündenergien (2x 100 J) traten erhebliche Schwankungen der unteren Explosionsgrenze auf. Dies wurde auch in den Ergebnissen von *Spitzer* [90] deutlich, die die stark unterschiedliche tatsächliche Energie der 100 J-Sobbe-Zünder zeigten.

#### 4.2.4. Zündverzögerungszeit

Die Abnahme der Turbulenz mit zunehmender Zündverzögerungszeit ([91]) führt zu einem allmählichen Absetzen des dispergierten Staubs und beeinflusst somit die Druckanstiegsrate. Die Zündverzögerungszeit wird durch die Druckdifferenz zwischen den beiden Seiten des Einlassventils beeinflusst, da das Ventil während der Staubeinspritzung lange genug geöffnet ist, um den Staub durch die Standarddüse im Inneren der Kugel zu dispergieren.

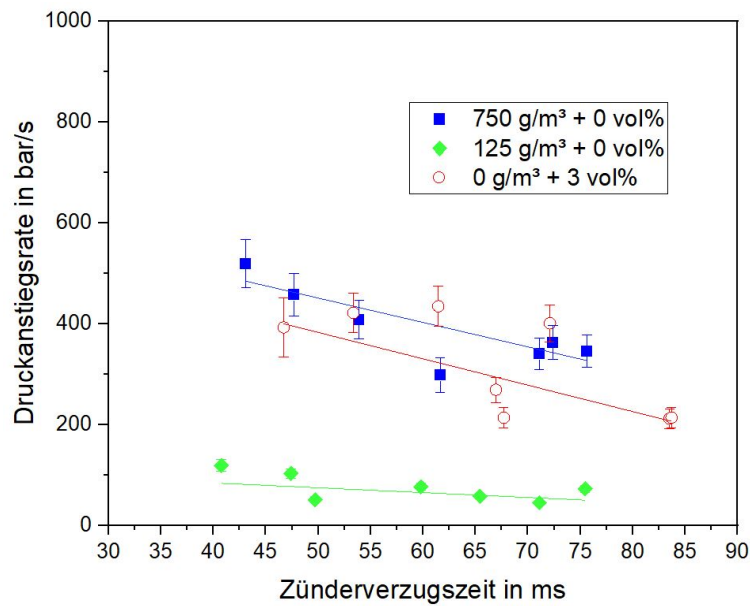
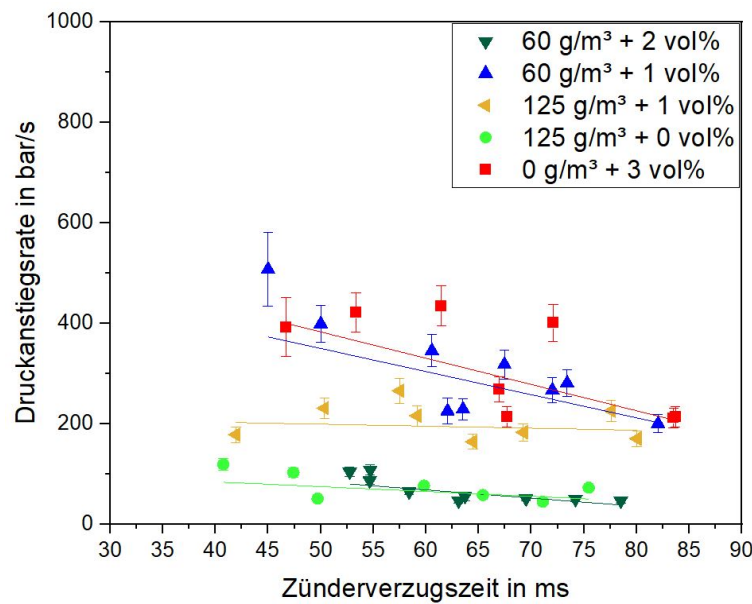


Abbildung 4.15.: Zeitliche Druckanstiegsrate bei unterschiedlichen Zündverzögerungszeit verschiedener Aceton-Luft-Gemische und Maisstärke-Luft-Gemische

Wie Abbildung 4.15 zeigt, nimmt die Druckanstiegsrate für reine Stäube ab, wenn die Zündverzögerungszeit innerhalb des untersuchten Bereichs steigt. Dieser Effekt scheint bei höheren Staubkonzentrationen stärker zu sein. Der Grund dürfte sein, dass zusätzlich zu dem allgemeinen Effekt, dass Turbulenzen die Flammengeschwindigkeit von Explosionen erhöhen, Staubexplosionen auch durch Absetzungseffekte beeinflusst werden. Zusätzlich zeigt sich bei reinen Dämpfen eine große Streuung, die durch die Turbulenzwirkung des Druckstoßes verursacht wird. Für Dämpfe ist eine genormte Zündverzögerungszeit von zwei Minuten erforderlich, um sicherzustellen, dass in der 20-l-Kugel eine ruhige Atmosphäre herrscht. Die Fehlerbalken bei den jeweiligen Messwerten ergeben sich aus der Standardunsicherheit der Drucksensoren in Kombination mit der erweiterten Messunsicherheit bei einem Überdeckungsintervall von 95 % ausgehend von einer Normalverteilung bei einem Erweiterungsfaktor  $k = 2$ .

Die Unsicherheit der Messwerte in den Abbildungen dieses Abschnitts zur Zündverzögerungszeit wird beeinflusst durch die Turbulenz des Gemisches, die durch den Druckstoß angezeigt wird, die Dosierung von Flüssigkeit und Staub, den Verdampfungsprozess der Flüssigkeit, der Unsicherheit der Drucksensoren, der Trägheit und der Signalübertragungs-



Abbildungung 4.16.: zeitliche Druckanstiegsrate in Abhängigkeit zur Zündverzögerungszeit eines Maisstärke-Aceton-Luft-Gemisches von unterschiedlichen Konzentrationen nahe der unteren Explosionsgrenze

rate des schnell wirkenden Ventils. Insbesondere die Turbulenz hat einen großen Einfluss auf die Reproduzierbarkeit der Messwerte. Die in den Abbildungen dargestellte Unsicherheit setzt sich aus den Messunsicherheiten der Geräte und den Konzentrationen der verwendeten Substanzen zusammen.

Abbildungung 4.16 zeigt die Druckanstiegsgeschwindigkeit von reiner Maisstärke, reinem Aceton und unterschiedlichen Konzentrationen von hybriden Maisstärke-Aceton-Luft-Gemischen nahe der UEG der für die Reinstoffe tabellierten Werte. Diese liegen bei  $60 \text{ g/m}^3$  für Maisstärke [18] und 2,4 Vol.-% für Aceton [86]. Die starken Streuungen von  $(dp/dt)_{ex}$  bei niedrigeren Zündverzögerungszeiten sind vermutlich auf die hohe Turbulenz zurückzuführen. Steigt der Dampfanteil im Hybridgemisch, so ist ein stärkerer Einfluss der Turbulenz und damit eine starke Abnahme der Druckanstiegsrate im Vergleich zu Hybridgemischen mit höherem Dampfanteil festzustellen.

Die Auswirkung verschiedener Staubkonzentrationen auf den Wert der Druckanstiegsrate  $(dp/dt)_{ex}$  ist in Abbildung 4.17 dargestellt. Der Wert von  $(dp/dt)_{ex}$  steigt proportional zur Staubkonzentration bei allen untersuchten Verzögerungszeiten bis zu einer Konzentration von  $750 \text{ g/m}^3$  an. Diese Grenze wurde gewählt, weil der maximale Explosionsdruck bei ei-

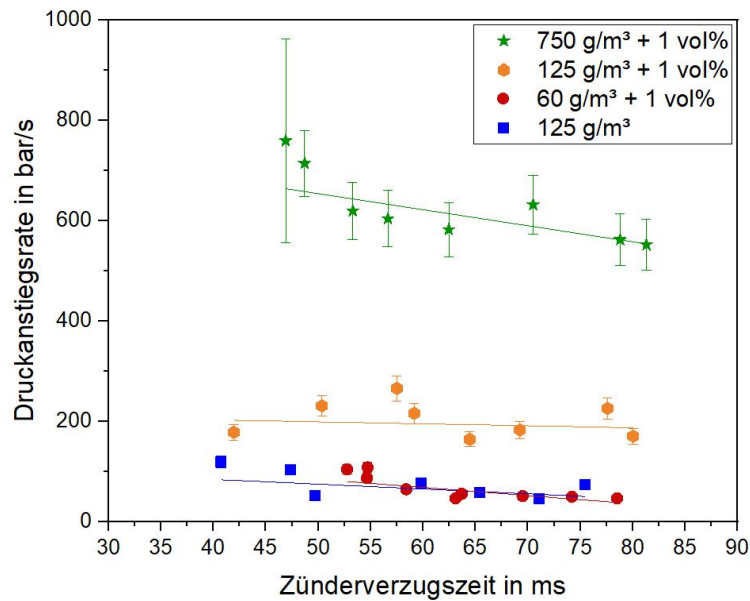


Abbildung 4.17.: zeitliche Druckanstiegsrate bei unterschiedlichen Zünderverzugszeiten eines Maisstärke-Aceton-Luft-Gemisches bei 1 Vol.-% im Vergleich zum Reinstoff

ner Stärkekonzentration von  $750 \text{ g/m}^3$  auftritt (vgl. Abbildung 4.4). Aufgrund der hohen Staubkonzentrationen im Vergleich zum Dampfgehalt verhält sich die Druckanstiegs geschwindigkeit ähnlich wie bei der reinen Stärkemischung. Bei höheren Zündverzögerungszeiten nahm  $(dp/dt)_{ex}$  stärker ab als bei niedrigeren Staubkonzentrationen, da mehr Staub zu Boden sank.

Abbildung 4.18 zeigt die Druckanstiegsrate in Abhängigkeit von der Zündverzögerungszeit für eine konstante Staubkonzentration von  $750 \text{ g/m}^3$  und verschiedenen Dampfkonzentrationen. In dem betrachteten Verzögerungszeitbereich scheint die Abhängigkeit von  $(dp/dt)_{ex}$  von der Verzögerungszeit nahezu linear zu sein. Die Steigung der Geraden bei den verschiedenen Konzentrationen weicht nur geringfügig von derjenigen bei reinem Staub ab. Dies könnte durch den vergleichsweise hohen Staubanteil im Vergleich zum Dampf erklärt werden. Außerdem war bei sehr kurzen Zündverzögerungszeiten ( $< 40 \text{ ms}$ ) nicht genug Zeit, um die gesamte Staubmasse in die Kugel zu blasen, bevor die Zündung begann. Daher war die tatsächliche Staubkonzentration ungenau. Die Erhöhung der Dampfkonzentration führte im Allgemeinen zu einer Erhöhung der Druckanstiegsrate.

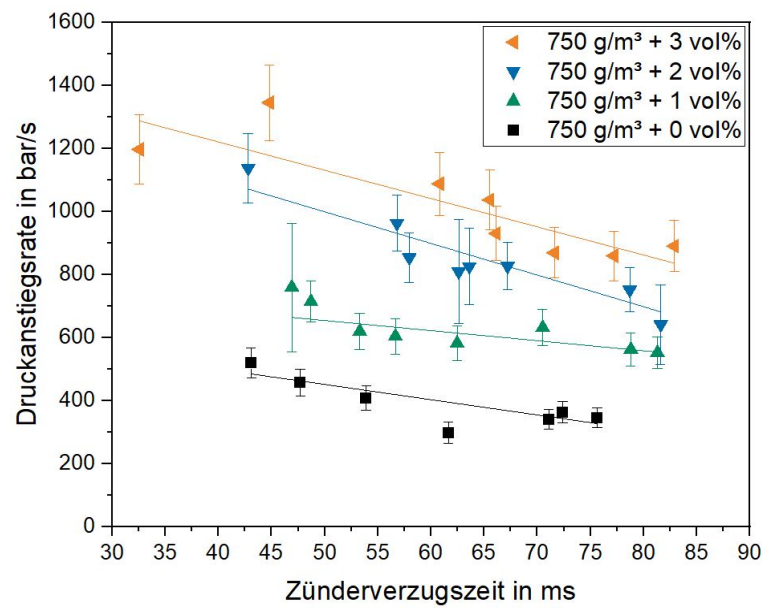


Abbildung 4.18.: zeitliche Druckanstiegsrate bei unterschiedlichen Zünderverzugszeiten verschiedener Maisstärke-Aceton-Luft-Gemische bei höherem Staubanteil

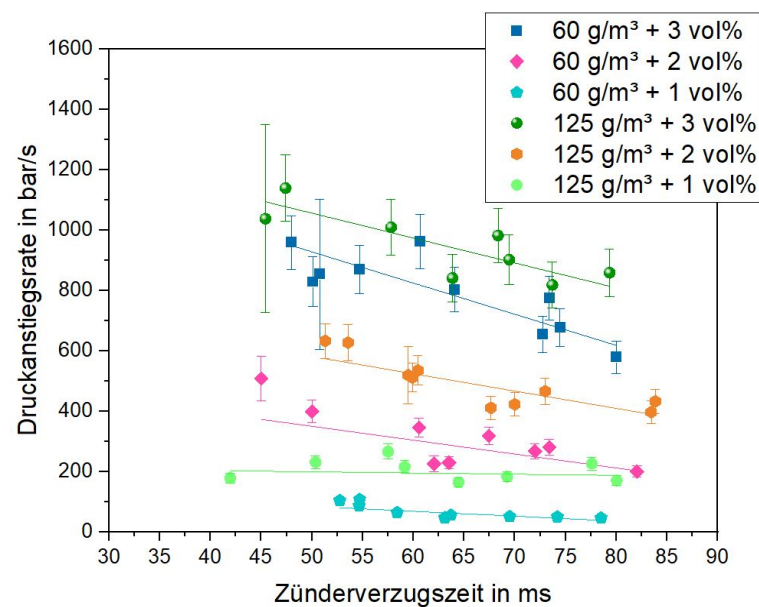


Abbildung 4.19.: zeitliche Druckanstiegsrate bei unterschiedlichen Zünderverzugszeiten verschiedener Maisstärke-Aceton-Luft-Gemische bei geringerem Staubanteil

Die Auswirkung der Turbulenz, bei niedrigen Maisstärke-Konzentrationen in Kombination mit höheren Acetonkonzentrationen, ist in Abbildung 4.19 dargestellt. Mit zunehmender Zündverzögerungszeit nimmt die Druckanstiegsgeschwindigkeit bei hoher Dampfkonzentration steiler ab als bei niedriger Dampfkonzentration. Die abnehmende Steigung der Druckanstiegsgeschwindigkeit ist bei einer Dampfkonzentration von 3 Vol.-% nur wesentlich größer als bei 2 Vol.-%. Aufgrund der vergleichsweise geringen Staubkonzentration steigt die Druckanstiegsgeschwindigkeit mit zunehmender Dampfzugabe stark an. Bei einem hohen Dampfanteil scheint daher der Einfluss der Turbulenz auf die Druckanstiegsrate  $(dp/dt)_{ex}$  nur durch den Dampf gegeben zu sein.

Zur Bestimmung des Explosionsdrucks und der Druckanstiegsrate von hybriden Gemischen musste die Zündung zu einem wohldefinierten Zeitpunkt erfolgen, um reproduzierbare Strömungsbedingungen zu gewährleisten. Die Zündverzögerungszeit hatte daher einen wesentlichen Einfluss auf die Qualität der experimentellen Ergebnisse. Für reine Staubexperimente definieren die Normen DIN EN 14034-01 und DIN EN 14034-02 die Zündverzögerungszeit als 60 ms plus eine zusätzliche Zeitspanne von 10 ms für die Reaktion des Zündgeräts ([2], [3]). Für die Bestimmung von hybriden Gemischen, insbesondere mit Dämpfen, ist bisher keine Zündverzögerungszeit durch eine Norm definiert.

Bei kürzeren Zündverzögerungszeiten stieg die Druckanstiegsrate der Explosion  $(dp/dt)_{ex}$  aufgrund einer höheren Turbulenz an. Die Druckanstiegsrate von hybriden Maisstärke-Aceton-Luft-Gemischen konnte die in reinen Maisstärkeexperimenten erhaltenen Werte deutlich überschreiten. Bei einem hohen Anteil an Dampf schien der Einfluss der Turbulenz auf  $(dp/dt)_{ex}$  durch den Dampf gegenüber des Staubes zu überwiegen. Zu Beginn dieser Arbeit wurde die Zündverzögerungszeit analog zu den Staubversuchen auf 60 ms festgelegt. Die Grundlage hierfür waren die Versuche mit Staub-Gas-Luft-Gemischen, bei denen angenommen wurde, dass sich das Turbulenzverhalten mit denen der reinen Staub-Luft-Gemische vergleichen ließe.

Für hybride Gemische mit hohem Staubanteil musste die Reaktionszeit des schnell wirkenden Staubeinlassventils berücksichtigt werden. Eine Zunahme der Staubmasse im Staubbehälter führte zu einer Verzögerung bei der Reaktion des Ventils. Folglich muss das standar-

disierte Verfahren zur Messung der Sicherheitsmerkmale für den Explosionsschutz reiner Stäube, eine Überprüfung der korrekten Zündverzögerungszeit anhand des Druckverlaufs jedes Experiments mit einschließen. Dies führte zu Experimenten, die verworfen werden mussten, da die Auswertung des gemessenen Druckverlaufs eine Zündverzögerungszeit außerhalb von 60-70 ms zeigte. Dies geschah hauptsächlich bei hohen Staubkonzentrationen.

Um die optimal geeignete Zündverzögerungszeit zu ermitteln, wurden Experimente zur Reproduzierbarkeit der Staubwolke im Bereich des Zünders durchgeführt. Die Ergebnisse zeigten eine erhebliche Varianz der Versuchsergebnisse, was zu einer großen Streuung der Staubkonzentrationen und der Strömungsverhältnisse führte. Beim Vergleich der Versuchsergebnisse mit reiner Maisstärke und den hybriden Gemischen, insbesondere bei sehr niedriger Aceton-Konzentration nahe der unteren Explosionsgrenze und einem hybriden Gemisch, das sich deutlich im zündfähigen Bereich befindet, traten vor allem bei Versuchen mit hohen Dampfkonzentrationen Unterschiede auf. Das hybride Gemisch mit geringer Dampfkonzentration verhielt sich ähnlich dem reinen Staubgemisch, während das hybride Gemisch mit hoher Dampfkonzentration deutlich träger reagierte als die anderen Gemische. Es bildeten sich breitere Turbulenzfelder aus und der zeitliche Ablauf der Dispergierungsphasen war verschoben. Diese Ergebnisse verdeutlichen die Notwendigkeit, die Zündverzögerungszeit auf das Stoffsystem und die Stoffkonzentration anzupassen. Da dieser Umstand nicht trivial ist, wären beispielsweise zukünftige Berechnungen bzw. Simulationen unter Berücksichtigung der Stoffeigenschaften, wie beispielsweise Sorptionsverhalten des Staubes und Strömungseigenschaften der Dämpfe denkbar, um die Messungenauigkeiten bei Verwendung der 20-l-Kugel für die Bestimmung von  $(dp/dt)_{ex}$  zu reduzieren. Um diese Ergebnisse auch experimentell zu untermauern, sollten daher noch weitere Versuche mit verschiedenen Stoffsystemen unterschiedlichster Eigenschaften durchgeführt werden, zum Beispiel mit hygroskopischen Stäuben.

### 4.3. Messunsicherheiten

Die Bestimmung der Messunsicherheiten erfolgt nach Guide to the Expression of Uncertainty in Measurement (GUM) [92]. Im Unterschied zum Ringversuch, welcher sich auf die Vergleichbarkeit des Messverfahrens zwischen verschiedenen Laboren bezieht, ist die Messunsicherheitsbetrachtung nach GUM eine Methode, die Unsicherheit einer spezifischen Messung zu quantifizieren. Die Bestimmung nach GUM erfordert bei komplexen Messaufgaben zunächst eine Modellgleichung, um die Messmethode und ihre Parameter zu charakterisieren. Die Gleichung sollte dabei so allgemein wie möglich gehalten werden [93].

In dieser Arbeit werden die Messunsicherheiten der Staub- und Dampfkonzentrationen sowie der untersuchten sicherheitstechnischen Kenngrößen  $p_{ex}$  und  $dp/dt$  ermittelt. Die Budgets der ermittelten Messunsicherheiten befinden sich im Anhang im Abschnitt A.3. Einige Unsicherheiten ergeben sich aufgrund von systematischen Fehlern, welche durch die verwendeten Geräte selbst auftreten. Es wird demnach zwischen Unsicherheiten, welche mit statistischen Mitteln (Typ A) und systematischen Unsicherheiten (Typ B) unterschieden. Bei der Unterscheidung nach Typ A wird anhand der Messergebnisse bzw. Beobachtungswerte ein Mittelwert und die dazugehörige Standardunsicherheit ermittelt. Die Spezifikationen für Typ B sind in Kalibrierscheinen, Geräteangaben oder Eichscheinen und Datenblättern für die verwendeten Messgeräte hinterlegt. Je nach verfügbarer Information kann für Typ B eine unterschiedliche Wahrscheinlichkeitsdichtefunktion angenommen werden. Bei kalibrierten Geräten wird meistens eine Normalverteilung als Wahrscheinlichkeitsdichtefunktion angenommen. Bei Erfahrungswerten hingegen wird eher eine Rechteck- oder Dreiecksverteilung verwendet. Welche Wahrscheinlichkeitsdichtefunktion der jeweiligen Messgröße zugrunde liegt, muss individuell nach den vorliegenden Daten entschieden werden [94].

$$c_{Dampf} = \frac{m}{M \cdot V_m} \cdot \frac{100}{V_K} \quad (4.1)$$



$$c_{Staub} = (m_{Einwaage} - m_{Rückwaage}) \cdot \frac{V_{qm}}{V_K} \quad (4.2)$$

$$\frac{dp}{dt} = \frac{p_{pureExplosion} + p_{Zünder} + \left(\frac{p_1 V_1 + p_2 V_2}{V_1 + V_2}\right)}{t_{gem} + \frac{(\delta t_R + \delta t_{MW})}{2}} \quad (4.3)$$

$$p_{ex} = p_{pureExplosion} + p_{Zünder} + \left(\frac{p_1 V_1 + p_2 V_2}{V_1 + V_2}\right) \quad (4.4)$$

Anschließend werden alle Messwerte und Unsicherheiten in die Modellgleichungen (Gleichungen 4.1-4.4) eingefügt und eine Fehlerfortpflanzung berechnet.

Die Herleitung der Modellgleichungen für die Unsicherheiten bezogen auf die Konzentrationen  $c_{Dampf}$  und  $c_{Staub}$  ergibt sich aus den Berechnungen aus den Massen und den jeweiligen Volumina. (vgl. 4.1 und 4.2) Die Modellgleichung für die Bestimmung des Explosionsdruckes setzt sich im Wesentlichen aus dem Basisdruck basierend auf dem Dalton'schen Gesetz der Partialdrücke, dem Druckanstieg durch den Zünder  $p_{Zünder}$  (in diesem Beispiel 2x 1kJ) und dem Explosionsdruck, verursacht durch die Verbrennungsreaktion  $p_{pureExplosion}$  (siehe 4.4). Die Modellgleichung für die Bestimmung der zeitlichen Druckanstiegsrate berücksichtigt neben den oben genannten Unsicherheiten für den Druck noch die Unsicherheit für die zeitliche Verzögerung durch die Messung der Zeit (siehe 4.3). Den Einfluss der Turbulenz berücksichtigt das hier beschriebene Modell nicht. Dazu müsste zunächst eine Druckfunktion in Abhängigkeit der turbulenten Reynoldszahl ohne Störgrößen, wie die durch den pyrotechnischen Zünder verursachte Turbulenz beschrieben werden.

Dann wird die erweiterte Messunsicherheit  $U$  berechnet, indem die Standardunsicherheit  $u$  mit dem Erweiterungsfaktor  $k$  multipliziert wird. Ein Erweiterungsfaktor von  $k=2$  ergibt ein Konfidenzintervall, dass mit 95%iger Wahrscheinlichkeit [95] den wahren Wert einer Normalverteilung umfasst.

$$U = k \cdot u \quad (4.5)$$

Die erweiterte Messunsicherheit gibt also an innerhalb welchen Bereichs um den gemessenen Wert das wahre Messergebnis mit der gewählten Konfidenz zu erwarten ist. [93] Die vollständigen Messunsicherheitsbudgets sind dem Anhang in Abschnitt A.3 zu entnehmen.

## **4.4. Visuelle Untersuchungen**

Staub ist nur im aufgewirbelten Zustand explosionsfähig (vgl. Kapitel 2.2). Dies gilt sowohl für reine Stäube als auch für hybride Gemische. Je höher der Dispergierungsgrad eines Staub-Dampf-Luft-Gemisches im Bereich um die Zünder, desto zündfähiger und reproduzierbarer sind die ermittelten Explosionsdrücke und zeitlichen Druckanstiegsraten. Der Bereich innerhalb von 10 cm um den Zünder wurde mittels Hochgeschwindigkeitskameratechnik untersucht. Zunächst wurde die Anwesenheit von aufgewirbelten Staub in einer bestimmten Zeitspanne bestimmt. Anschließend wurden Strömungsfelder zu unterschiedlichen Zeitpunkten anhand einer abgewandelten Form einer Partikel-Bild-Velocimetrie (PIV) ermittelt und Strömungsgeschwindigkeiten bestimmt. Diese wurden den lokalen Bereichen um den Zünder herum zugeordnet.

Bei der Durchführung der Versuche zeigte sich, das Licht, welches durch die Lichtquelle am Deckel der 20-l-Kugel die Staubpartikel beleuchtet, ausreichend von den Maisstärke-Partikeln reflektiert wird, so dass eine Zumischung von phosphoreszierenden Tracerpartikeln keinen Unterschied in der Qualität der Auswertung zeigt.

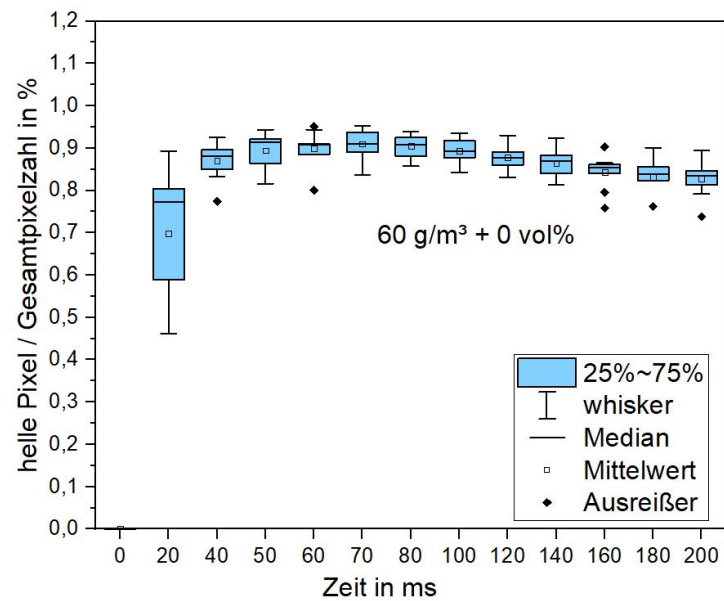
### **4.4.0.1. Staubanwesenheit**

Das Aufwirbeln des Staubes und die Zündung nach 60 ms wurde empirisch ermittelt. Dies ist notwendig, um einen möglichst reproduzierbaren Turbulenzgrad zu erzeugen [96]. Zur Definition von hellen Pixeln wurde ein Weißabgleich während eines Kalibrierversuches mit einer hohen Konzentration von fixierter Maisstärke auf einem Kalibrierstreifen durchgeführt. Der ebenso notwendige Schwarzabgleich wurde ohne Beleuchtung vor den Versuchen durchgeführt. Dadurch konnte vor Versuchsbeginn der Schwellenwert für sehr helle, helle und dunkle Pixel definiert werden. Durch die Anwesenheit des Maisstärke-Luft-Gemisches verändert sich die Graustufe der Pixel, wodurch die Anwesenheit des Staubes detektiert

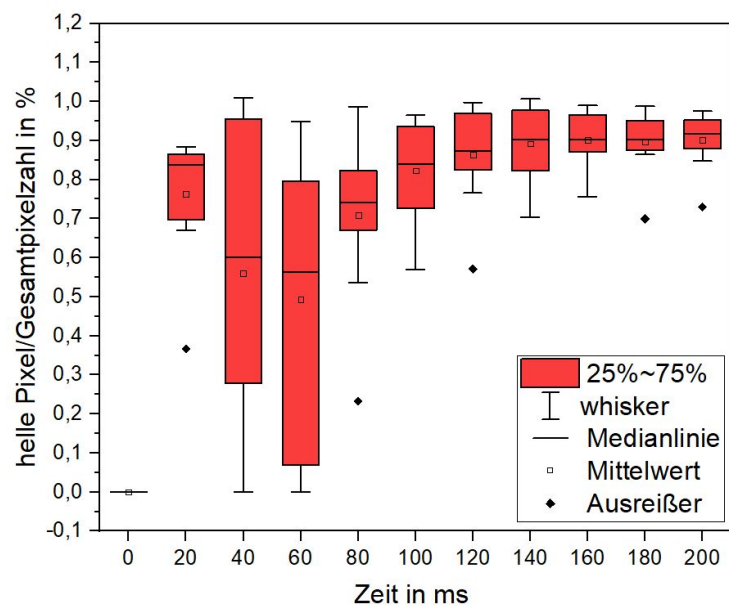
werden kann. Die Abbildungen 4.20a - 4.22a zeigen die Anwesenheit des Staubes bei reiner Maisstärke und im hybriden Gemisch mit unterschiedlichen Dampfkonzentrationen. Die zugrunde liegenden Versuche wurden jeweils 10 mal durchgeführt. Da es sich bei der Verwirbelung von Staub in der 20-l-Kugel um einen turbulenten Vorgang handelt, ist die Streuung hoch. Zusätzlich führten einige Versuche zu keiner hinreichenden Dispergierung der Maisstärke im Bereich um den Zünder, wodurch sich Ausreißer in den Graphiken zeigen.

Die Abbildungen 4.20 - 4.22 zeigen die generelle Anwesenheit von Staub im untersuchten Bereich im Inneren der 20-l-Kugel. Die Daten außerhalb des 1,5-fachen Interquartilsbereichs wurden als Ausreißer markiert. Bei einer Konzentration von  $60 \text{ g/m}^3$  Maisstärke mit und ohne Acetonzugabe zeigt sich nach anfänglich hoher Streuung durch die Turbulenz des Einblasvorgangs ein langsames Herabsinken des Staubes. Die Anzahl der hellen Staubpartikel nimmt langsam ab. Da in diesem Versuch keine Zündung erfolgt und damit keine Verbrennungsreaktion stattfindet, bleibt der aufgewirbelte Staub noch relativ lange in der Schwebe um den Zünder. Dabei zeigen die Messungen der hybriden Gemische im Vergleich zum reinen Staubgemisch keinen signifikanten Unterschied.

Bei einer Staubkonzentration von  $250 \text{ g/m}^3$  Maisstärke ist die gesamte Anwesenheit des Staubes nicht darstellbar (vgl. Abbildungen 4.21a, 4.20b und 4.22b). Durch die hohe Staubkonzentration wird zum Zeitpunkt des Einblasens die Lichtquelle am Deckel der 20-l-Kugel verdeckt. Dadurch können bei dieser Konzentration Aussagen über die Anwesenheit von Staub im zentralen Bereich in der 20-l-Kugel erst zu einem späteren Zeitpunkt getroffen werden, wenn dieser bereits wieder beginnt, zu sedimentieren. Vergleich man die hellen Pixel ab 120 ms der unterschiedlichen Konzentrationen miteinander, so zeigt sich eine höhere Streuung der Ergebnisse beim Hybridgemisch mit 3 Vol.-% Aceton. Der Staub bleibt bei dieser Konzentration über die Wiederholungsmessungen hinweg nicht so lange in der Schwebe wie bei  $250 \text{ g/m}^3$  Maisstärke und dem hybriden Gemisch mit  $250 \text{ g/m}^3$  Maisstärke und 1 Vol.-% Aceton.

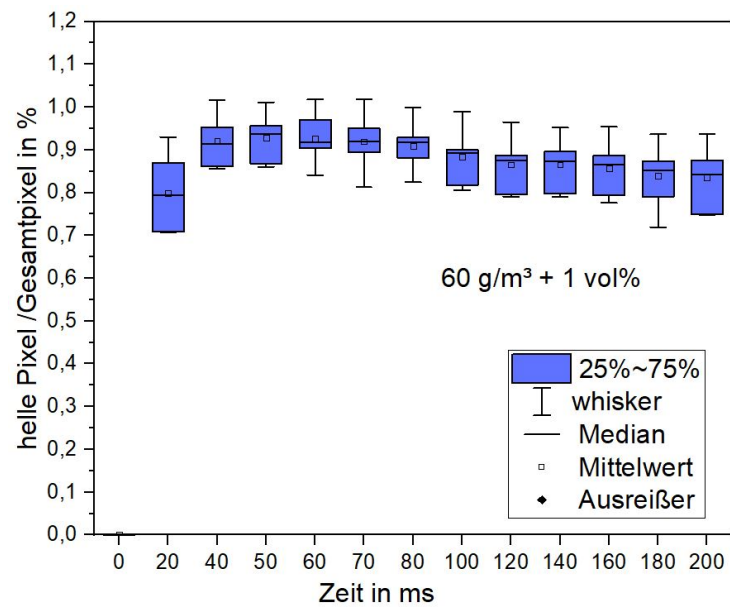


(a) 60 g/m<sup>3</sup>

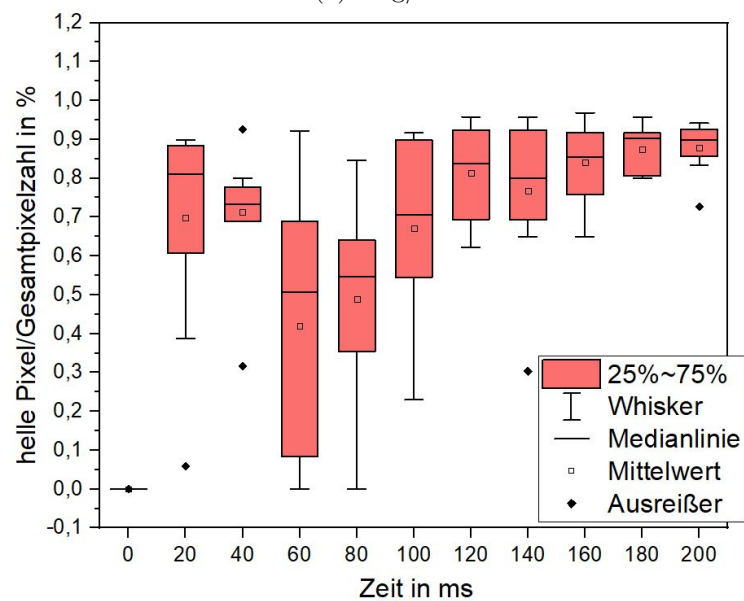


(b) 250 g/m<sup>3</sup>

Abbildung 4.20.: Boxdiagramm zur Darstellung der hellen Pixelverteilung ohne zusätzlichen Dampf

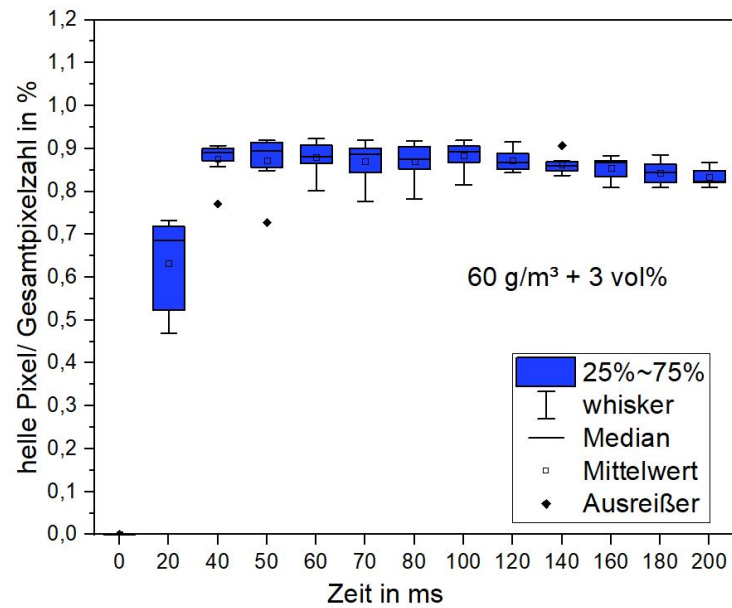


(a) 60 g/m<sup>3</sup>

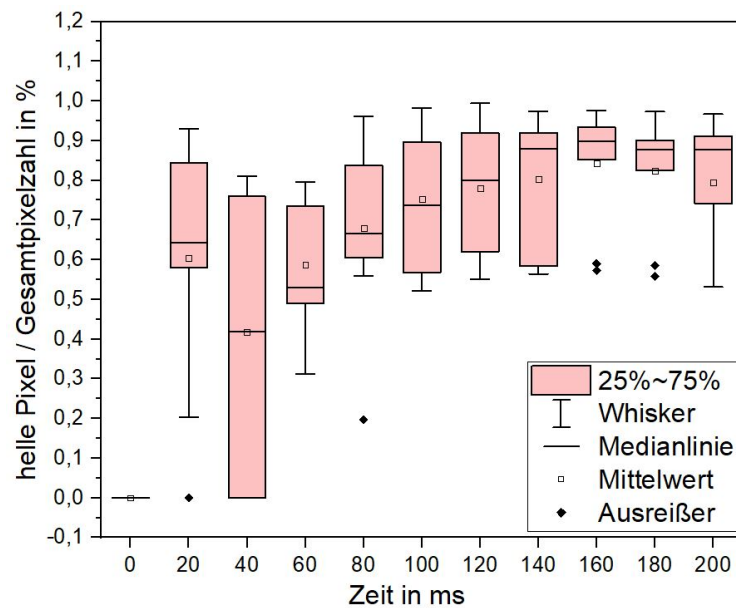


(b) 250 g/m<sup>3</sup>

Abbildung 4.21.: Boxdiagramm zur Darstellung der hellen Pixelverteilung bei 1 Vol.-% Dampfanteil



(a) 60 g/m<sup>3</sup>



(b) 250 g/m<sup>3</sup>

Abbildung 4.22.: Boxdiagramm zur Darstellung der hellen Pixelverteilung bei 3 Vol.-% Dampfanteil

Zur Beurteilung des Dispergierprozesses des Staubes und der Reproduzierbarkeit im Bereich um die Zünder wurden die Bereiche mit hoher Staubkonzentration in einem kurzen Zeitintervall betrachtet. Dafür wurden die Konzentrationen  $60 \text{ g/m}^3$  reine Maisstärke,  $60 \text{ g/m}^3$  mit 1 und 3 Vol.-% Aceton als hybrides Gemisch untersucht. Die Anwesenheit von sehr hellen Pixeln deutet auf das Vorhandensein einer hohen Konzentration von Staubpartikeln im Bereich der Zünder der 20-l-Kugel hin. Der Anteil der hellen Pixel im Verhältnis zur Gesamtzahl der Pixel ist in Abbildungen 4.23-4.25 als Boxplot für die jeweiligen gemessenen Konzentrationen dargestellt.

Zu Beginn wird der Staub ins Innere der Kugel geblasen und zeigt daher zu diesem Zeitpunkt eine sehr hohe Turbulenz. Erst in der nachgeordneten Phase der Dispergierung des Staubes im Inneren der Kugel erfolgt die Zündung in der Mitte der 20-l-Kugel. Da der Dispergierungsprozess nicht im betrachteten Zentralbereich des Zünders startet, fällt der Anteil der hellen Pixel zunächst ab. Durch den fortlaufenden Dispergierungsprozess erscheint jedoch wieder Staub im Sichtfeld, so dass der Anteil der hellen Pixel steigt. Bei reinen Stäuben und dem hybriden Gemisch mit 1 Vol.-% Aceton lag die höchste Staubpräsenz in der Umgebung der Zünder zwischen 60-70 ms. Dies entspricht den Kriterien für die in der Norm DIN EN 14034-01 [2] geforderte Zündverzögerungszeit zur Messung des maximalen Explosionsdrucks und der Druckanstiegsgeschwindigkeit (DIN EN 14034-2 [3]) für reine Stäube. Beim hybriden Gemisch bei einer Konzentration von 3 Vol.-% Aceton verschoben sich die Zeiten der höchsten Staubpräsenz um den Zünder auf einen Zeitraum von 76-80 ms. Dabei könnten Agglomerationseffekte eine Rolle spielen, welche das Dispergierverhalten in Abhängigkeit der Dampfkonzentration beeinflussen. So würde eine geringfügig höhere Dampfkonzentration (3 % statt 1 %) die Agglomeration des Staubes begünstigen.

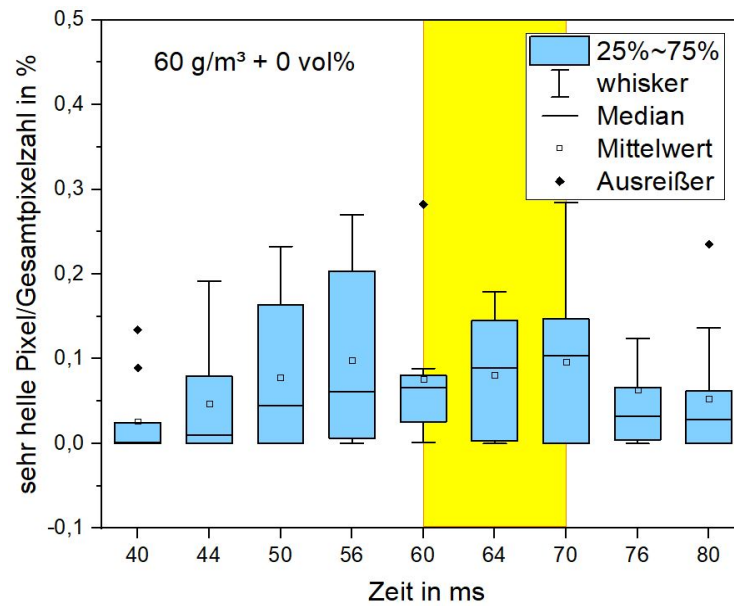


Abbildung 4.23.: Boxdiagramm zur Darstellung der sehr hellen Pixelverteilung bei einer Konzentration von 60 g/m<sup>3</sup> Maisstärke

Der hohe Interquartilsbereich in allen Abbildungen der Boxplots bei 20 ms ist auf die starken Turbulenzen während der Staubinjektion zurückzuführen. Während die maximale Anzahl sehr heller Pixel für das Staub-Luft-Gemisch (Abbildung 4.23) und das Staub-Aceton-Luft-Gemisch bei 1 Vol.-% Aceton (Abbildung 4.24) etwa gleich groß war, war die maximale Anzahl heller Pixel für das Hybridgemisch bei 3 Vol.-% Aceton (Abbildung 4.25) etwas geringer. Der höhere Anteil an Lösungsmittel im Hybridgemisch führte zu einer Veränderung des Dispergierprozesses. Die geringen Abweichungen von den Mittel- und Medianwerten unterstützen diese Aussage.



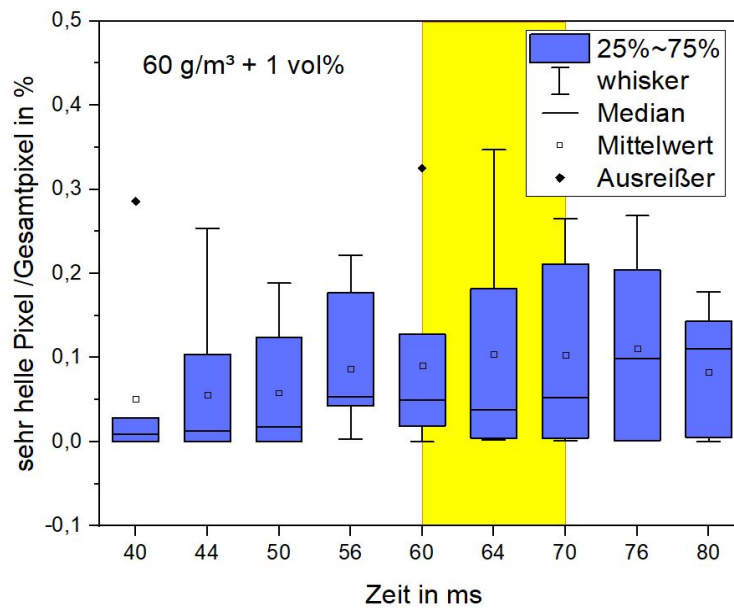


Abbildung 4.24.: Boxdiagramm zur Darstellung der sehr hellen Pixelverteilung bei einer Konzentration von 60 g/m<sup>3</sup> Maisstärke mit 1 Vol.-% Aceton

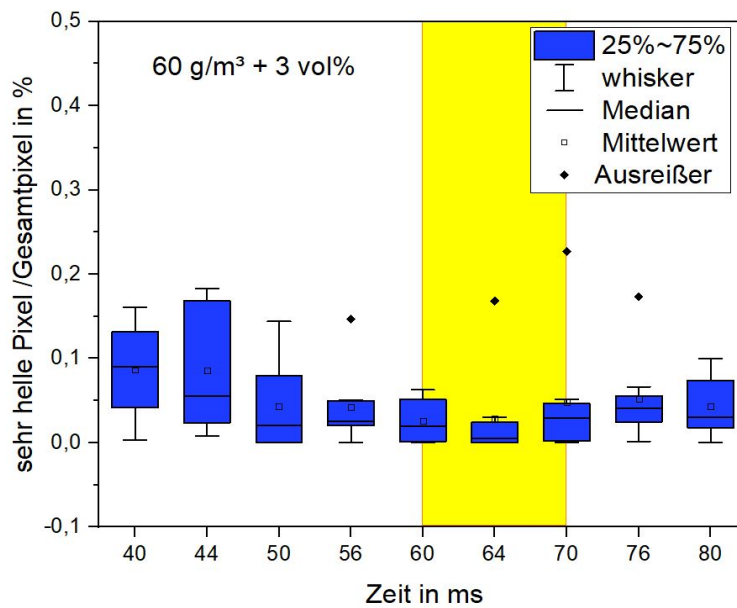


Abbildung 4.25.: Boxdiagramm zur Darstellung der sehr hellen Pixelverteilung bei einer Konzentration von 60 g/m<sup>3</sup> Maisstärke mit 3 Vol.-% Aceton

#### 4.4.1. Strömungsdarstellungen

Geschwindigkeitsfelder wurden verwendet, um die lokalen Turbulenzen im Bereich der Zünder darzustellen. In den folgenden Abbildungen sind die aus der PIV-Berechnung errechneten Geschwindigkeitsfelder zu verschiedenen Zeiten für reinen Staub (Abbildungen 4.26 - 4.32) und für die untersuchten hybriden Gemische (Abbildungen 4.33 - 4.45) mit  $60 \text{ g/m}^3$  Maisstärke mit 1 Vol.-% Aceton und  $60 \text{ g/m}^3$  Maisstärke mit 3 Vol.-% Aceton dargestellt. Es wurde je Konzentration jeweils nur eine Einzelmessung exemplarisch dargestellt.

Zur Überprüfung der Richtigkeit der in Anlehnung an einen PIV-Algorithmus durchgeführten Berechnung wurde eine FFT-Kreuzkorrelationsberechnung über das gesamte Bild nach Gleichung 2.10 mit Hanning-Filter nach Gleichung 2.11 durchgeführt. Die Ergebnisse sind in den Abbildungen 4.27 - 4.42 und 4.44 - 4.45 jeweils in der Teilabbildung a) dargestellt. Die dunklen, blauen Bereiche im Vektorfeld repräsentieren Regionen, in denen die Kreuzkorrelation niedrig ist, was darauf hindeutet, dass es in diesen Bereichen geringe Bewegungsaktivität zwischen den Bildern gibt. Die gelben bis roten Bereiche repräsentieren Bereiche mit einer höheren Kreuzkorrelation. Wenn die Kreuzkorrelation hoch ist, bedeutet das, dass die Partikelverschiebung zwischen den beiden analysierten Bildern sehr gut korreliert, was auf eine klare, eindeutige und gut messbare Bewegung der Partikel hinweist.

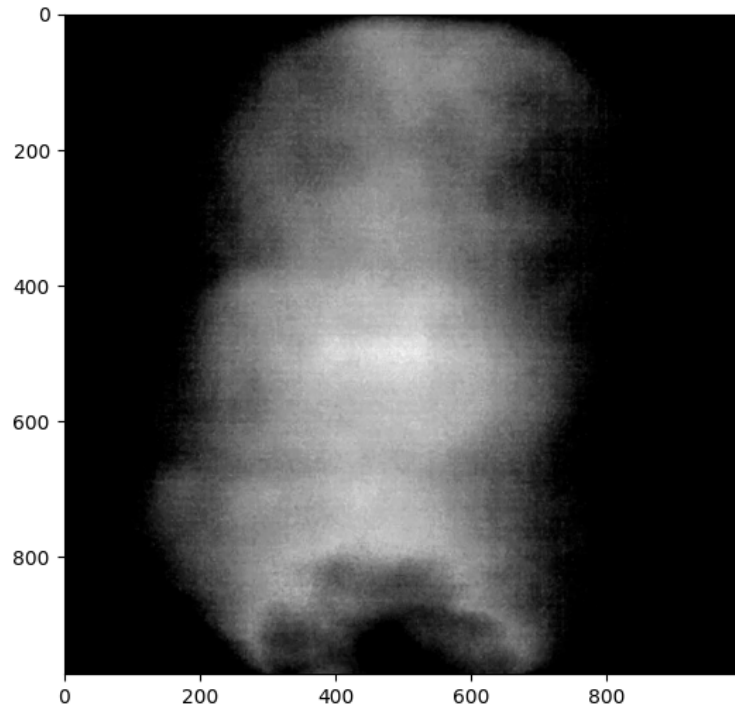
Zusätzlich wurde die Fluktuationsgeschwindigkeit  $v_{fluc}$  berechnet (Abbildungen 4.27 - 4.42 und 4.44 - 4.45 jeweils in der Teilabbildung c). Bei turbulenten Strömungen schwankt die Geschwindigkeit eines Fluids lokal. Diese Fluktuationsgeschwindigkeit ist somit der Anteil der Geschwindigkeit, der um den mittleren Geschwindigkeitswert herum schwankt. Hohe Schwankungen weisen auf eine starke Intensität der Turbulenz hin und werden in den Abbildungen in rot dargestellt (vgl. beispielsweise Abbildung 4.27c). Bereiche mit geringerer Turbulenzintensität werden blau dargestellt.

Für die Aussage über die Dynamik der Strömung im Vergleich zur Qualität der Messung müssen die Fluktuationsgeschwindigkeiten mit den FFT-Analysen verglichen werden. Beispielsweise wiesen hohe Fluktuationsgeschwindigkeiten in Kombination mit hoher Kreuz-

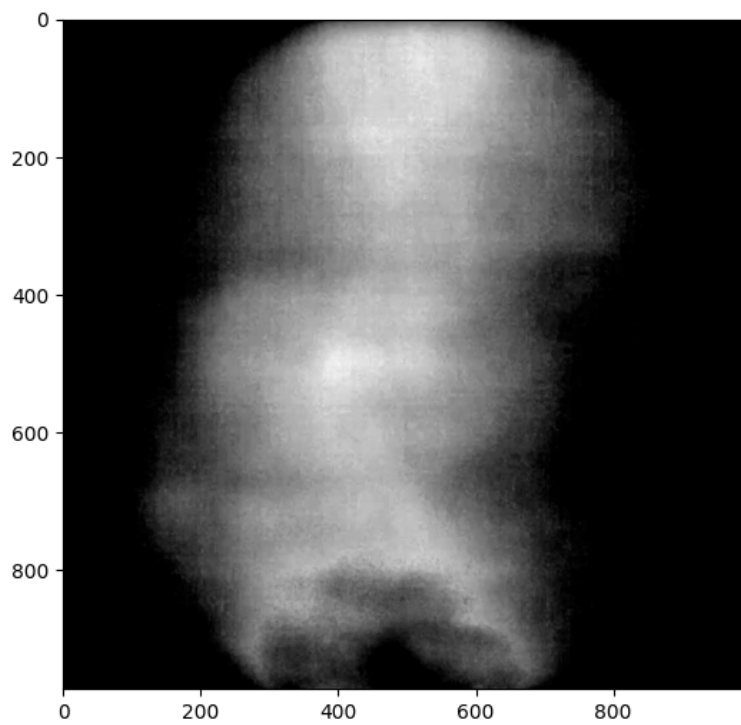
korrelation darauf hin, dass die Auflösung der PIV-Messung gut genug ist, um selbst in stark turbulenten (fluktuierenden) Regionen genaue Geschwindigkeitsmessungen zu ermöglichen. Im Falle einer hohen Fluktuationsgeschwindigkeit in Kombination mit einer niedrigen Kreuzkorrelation bedeutet dies, dass die Auflösung oder die Qualität der Messung zu ungenau ist, um die Partikelbewegung genau genug zu erfassen.

Die lokalen Strömungsgeschwindigkeiten wurden farblich in den Vektorfeldern der PIV-Analysen in den Abbildungen 4.27 - 4.42 und 4.44 - 4.45 jeweils in der Teilabbildung b dargestellt. Im Bereich der hohen Turbulenzen werden die höchsten Strömungsgeschwindigkeiten erreicht. In der Darstellung erscheinen diese Bereiche dunkler als der eigentliche farbige Vektor, da sie aufgrund der Verwirbelungen verdichtet dargestellt sind. Geringe Strömungsgeschwindigkeiten werden der im Bildbereich dargestellten Farbskala entsprechend angezeigt.

Bei der Auswertung der Geschwindigkeitsfelder gilt jedoch generell die Einschränkung, dass es Bereiche mit hoher Staubkonzentration gibt, die vom Algorithmus nicht vollständig erkannt wurden. Der Algorithmus erkennt bei einer hohen lokalen Staubkonzentration eine weiße zusammenhängende Fläche, jedoch keine einzelnen Partikel. In diesem Fall wird die Korrelationsberechnung über die weiße Fläche durchgeführt. Allerdings verschlechtert sich dadurch die Auflösung der errechneten Geschwindigkeitsvektoren erheblich. In der Auswertung werden diese Bereiche als relativ große Lücken auf weißem Hintergrund dargestellt. An den Rändern des betrachteten Feldes werden ebenfalls Verwirbelungen gezeigt. Diese sehr kleinen Bereiche sollten bei der Auswertung der Geschwindigkeitsverteilung aufgrund von Randeffekten nicht berücksichtigt werden. Der Übergang vom sichtbaren in den unsichtbaren Bereich ist nicht nur abhängig von der Geometrie des Sichtfensters, sondern auch von den vorherrschenden Lichtverhältnissen. Wird beim Einblasvorgang ein Teil der Lichtquelle verdeckt, wird nicht mehr der volle Bereich dargestellt. Dieser eingeschränkte Bereich kann bei der nächsten Bildaufnahme durch die Bewegung des Staubes verändert worden sein. Dieser Unterschied wird dann vom Algorithmus als Partikelbewegung interpretiert und ein entsprechender Vektor wird fälschlicherweise errechnet.

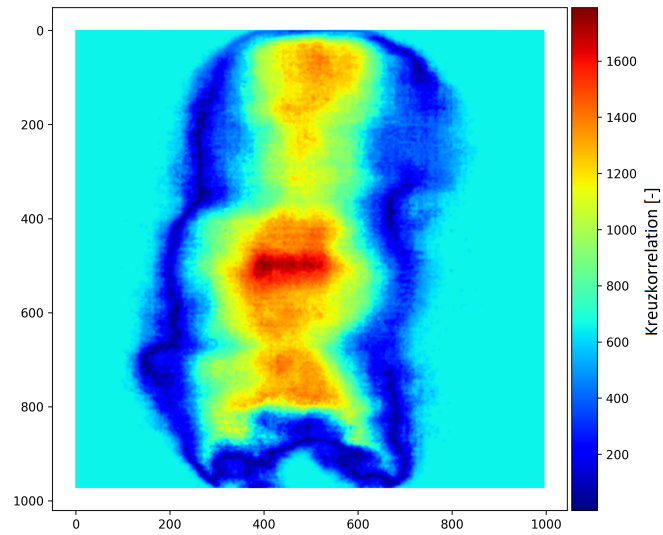


(a) Originalbild 1 20 ms nach Einblasen

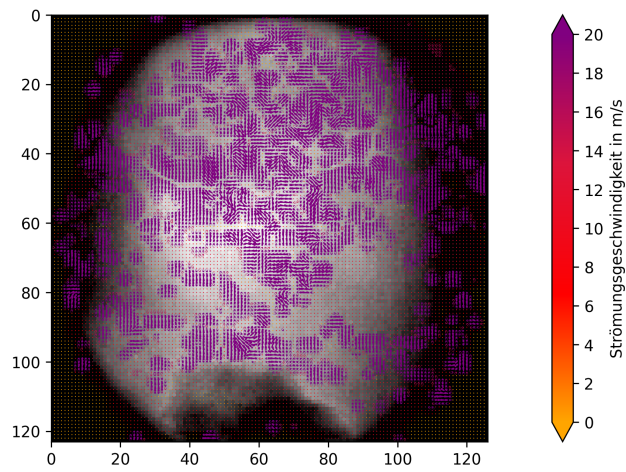


(b) Originalbild 2 22 ms nach Einblasen

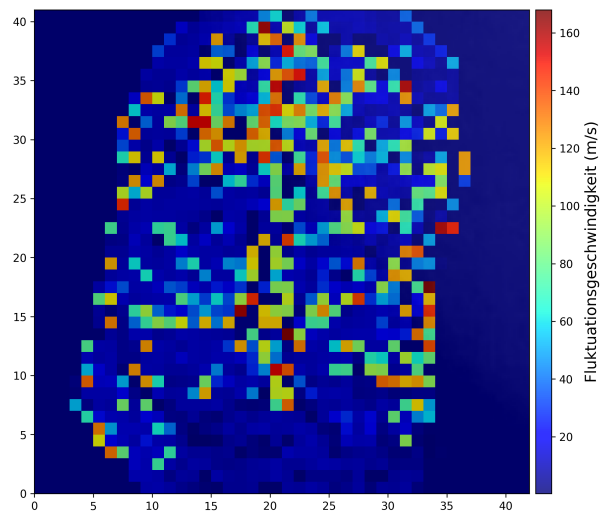
Abbildung 4.26.: Originalbilder aus dem Inneren der 20-l-Kugel nach dem Einblasen von  $60 \text{ g/m}^3$  Staub ohne Dampf



(a) FFT

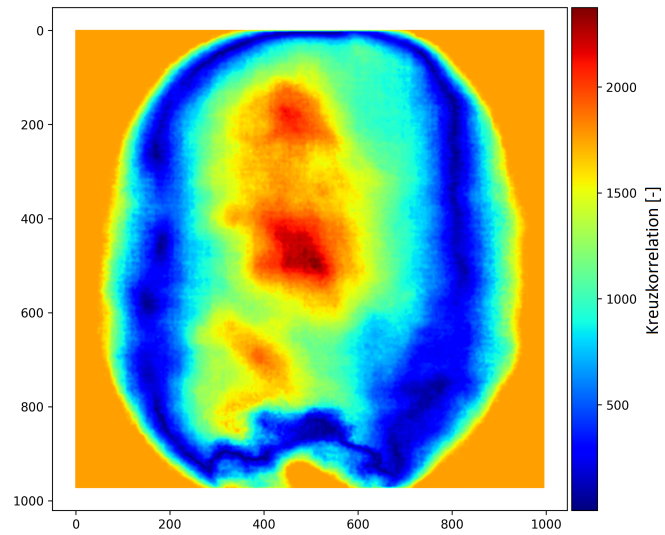


(b) PIV

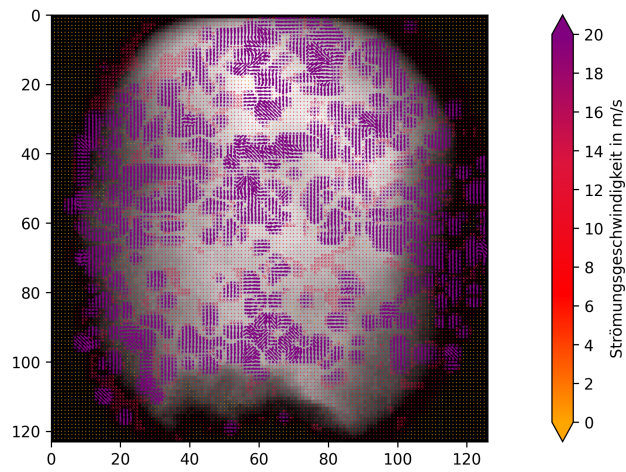


(c)  $v_{fluc}$

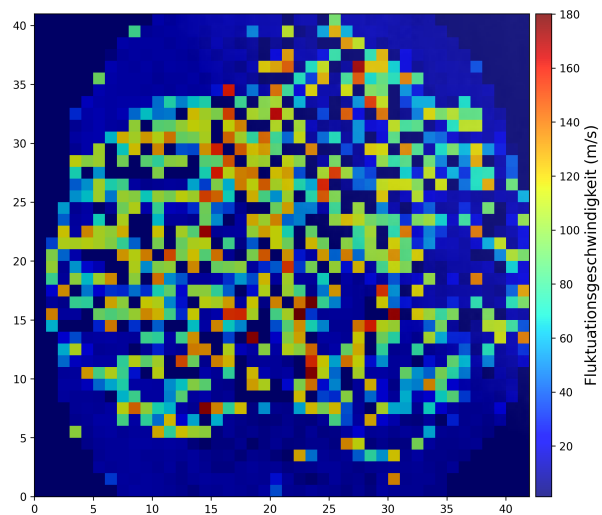
Abbildung 4.27.: FFT-, PIV-Auswertung sowie Fluktationsgeschwindigkeit von  $60 \text{ g/m}^3$  bei 20 ms nach Einblasen des Staubes



(a) FFT



(b) PIV



(c)  $v_{fluc}$

Abbildung 4.28.: FFT-, PIV-Auswertung sowie Fluktuationsgeschwindigkeit von  $60 \text{ g/m}^3$  bei 40 ms nach Einblasen des Staubes

In der Abbildung 4.26 und 4.43 sind die mit der Hochgeschwindigkeitskamera aufgenommenen Bilder dargestellt. Diese Bilder sind zur Vereinfachung der anschließenden Berechnung in Grauwertbilder umgewandelt worden, obwohl es sich bei der verwendeten Hochgeschwindigkeitskamera um eine Farbkamera handelt.

Der Staub wird mit einer Konzentration von  $60 \text{ g/m}^3$  ins Innere der 20-l-Kugel und damit ins Sichtfeld der Kamera geblasen. Zu diesem Zeitpunkt weisen die Geschwindigkeitsvektoren größtenteils nach oben Richtung Deckel der 20-l-Kugel und verdichten sich zu einem hochgezogenen Bereich. Dieser ist schmaler als das Schauglas, so dass der Partikelstrom im Bereich um die Zünder vollständig abgebildet werden kann. Die roten Bereiche in Abbildung 4.27a weisen ebenfalls auf eine deutliche Partikelbewegung hin.

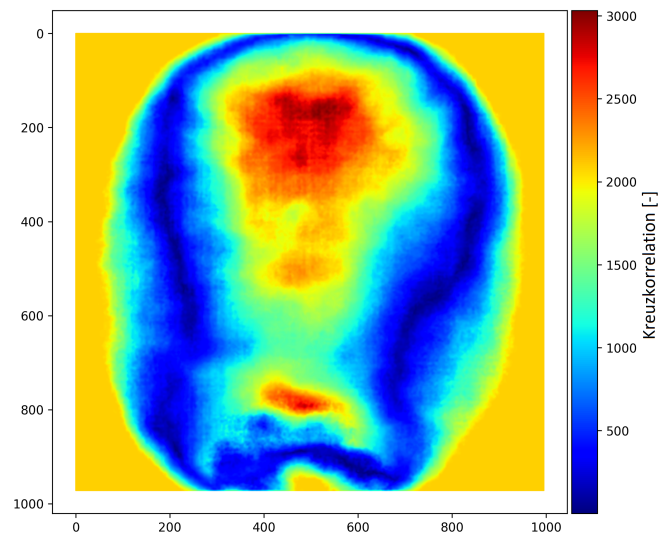
Nach 40 ms stellen sich erste Wirbel oberhalb des Zünders ein. Diese Turbulenzen werden durch den beginnenden Dispergierprozess des Staubes verursacht. In der Mitte der Aufnahme in Abbildung 4.28a lassen sich deutliche Partikelbewegungen detektieren. Die Fluktuationsgeschwindigkeit in Abbildung 4.28c zeigt allerdings noch kein zusammenhängendes Turbulenzfeld.

Bei 60 ms ist die Verwirbelung im Bereich der Zünder im Zeitvergleich am stärksten. Es zeigen sich deutliche Partikelbewegungen durch die FFT-Analyse kurz oberhalb der Zünder (Abbildung 4.29a). In der Analyse der Fluktuationsgeschwindigkeit (Abbildung 4.29c) zeigt sich ebenfalls ein Wirbelfeld oberhalb der Zünder. Im Vergleich zur PIV-Analyse sieht man eine Verdichtung der Strömungsvektoren, welche diesen Bereich dunkler erscheinen lassen. Dies lässt den Schluss zu, dass für reine Stäube mit geringer Konzentration nach einer Zündverzögerungszeit von 60 ms die Verwirbelungen um die Zünder am stärksten ausgeprägt sind.

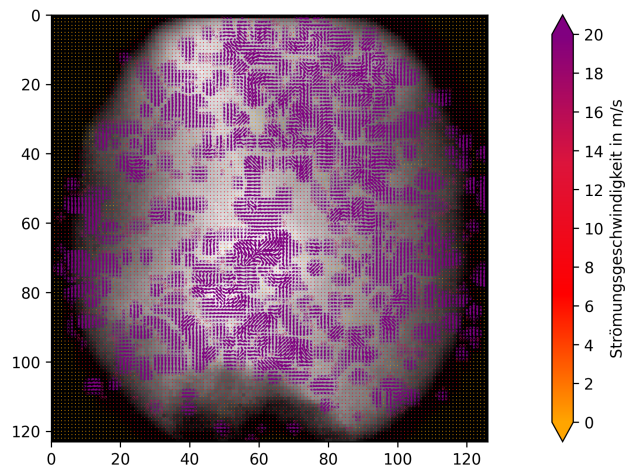
Nach 80 ms werden durch die FFT-Analyse Partikelbewegungen im Bereich der Zünder detektiert (4.30a). Ein definiertes Wirbelfeld lässt sich jedoch nicht mehr eindeutig zuordnen (4.30c). Nach 100 ms bzw. 200 ms zeigen sich in der FFT-Analyse stärkere Partikelbewegungen um die Zünder (Abbildungen 4.31a bzw. 4.32a). Die Analyse der Fluktuationsgeschwindigkeiten zeigt Turbulenzen im gesamten Bildausschnitt (Abbildungen 4.31c bzw. 4.32c). Jedoch verschieben sich die Verwirbelungen im Wesentlichen nach 100 ms nach

unten und lösen sich zunehmend nach 200 ms wieder auf. Erst zu einem sehr viel späteren Zeitpunkt ist der Staub innerhalb der 20-l-Kugel vollständig sedimentiert, so dass keinerlei Turbulenzen mehr sichtbar sind.

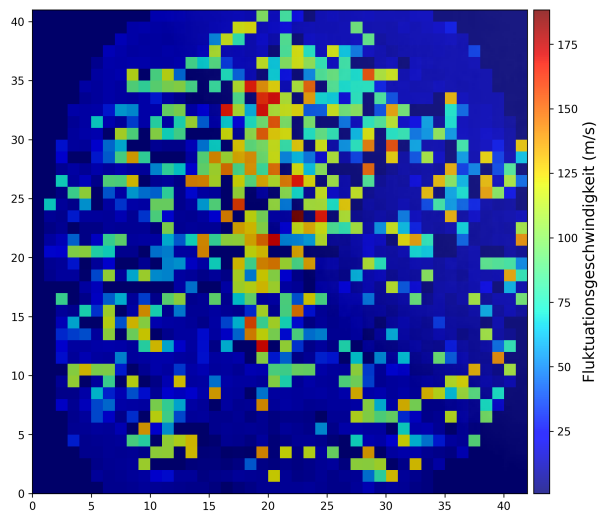




(a) FFT

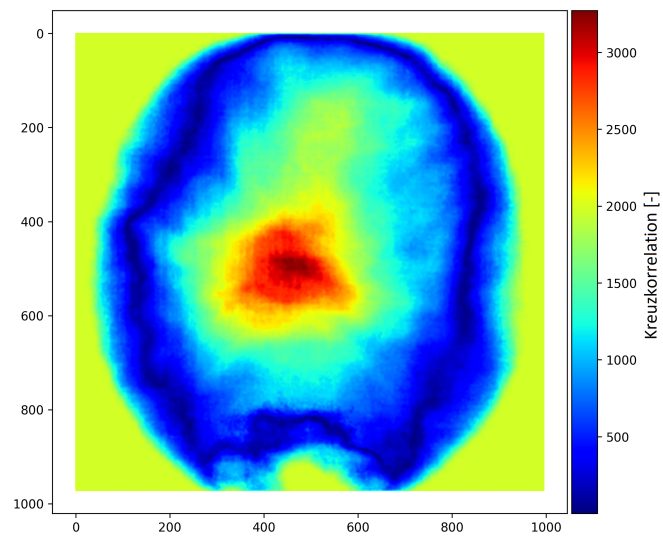


(b) PIV

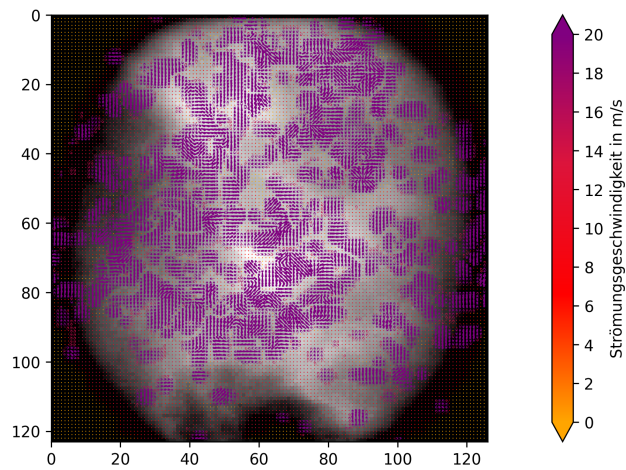


(c)  $v_{fluc}$

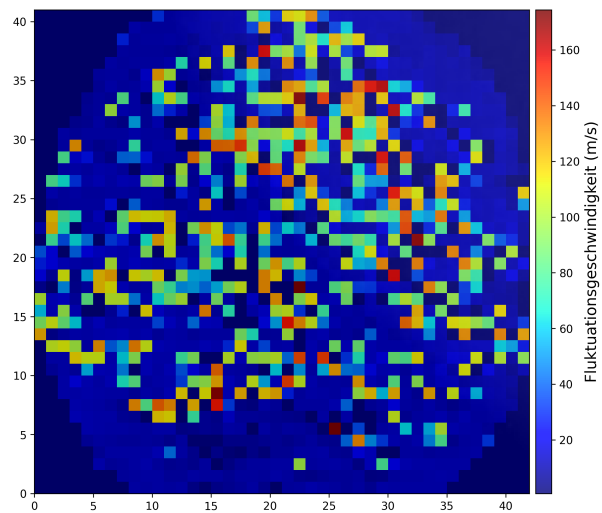
Abbildung 4.29.: FFT-, PIV-Auswertung sowie Fluktuationgeschwindigkeit von  $60 \text{ g/m}^3$  bei 60 ms nach Einblasen des Staubes



(a) FFT

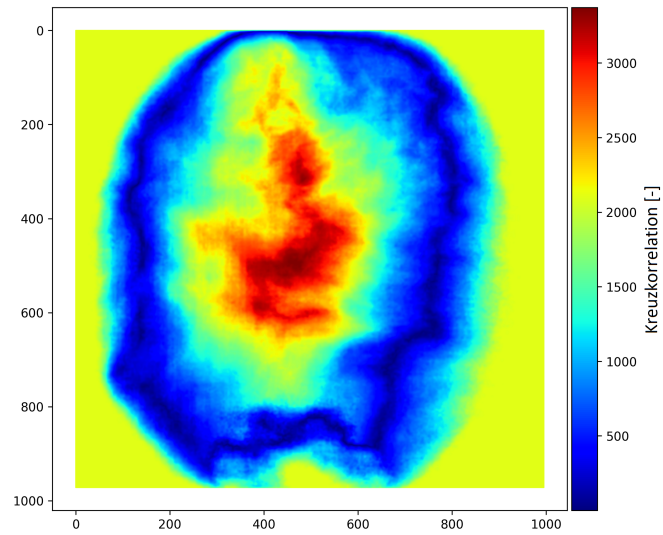


(b) PIV

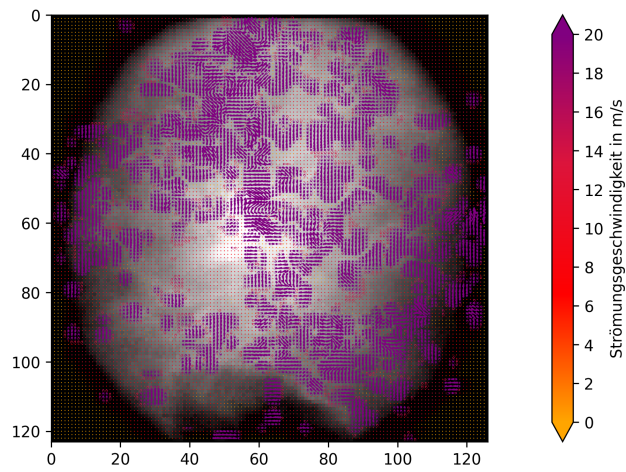


(c)  $v_{fluc}$

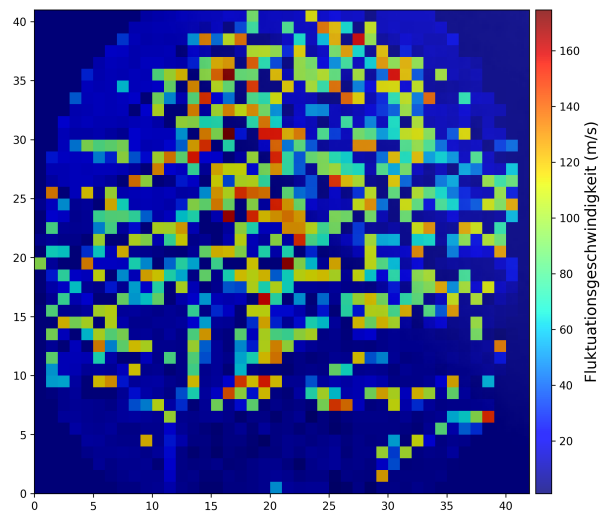
Abbildung 4.30.: FFT-, PIV-Auswertung sowie Fluktationsgeschwindigkeit von  $60 \text{ g/m}^3$  bei 80 ms nach Einblasen des Staubes



(a) FFT

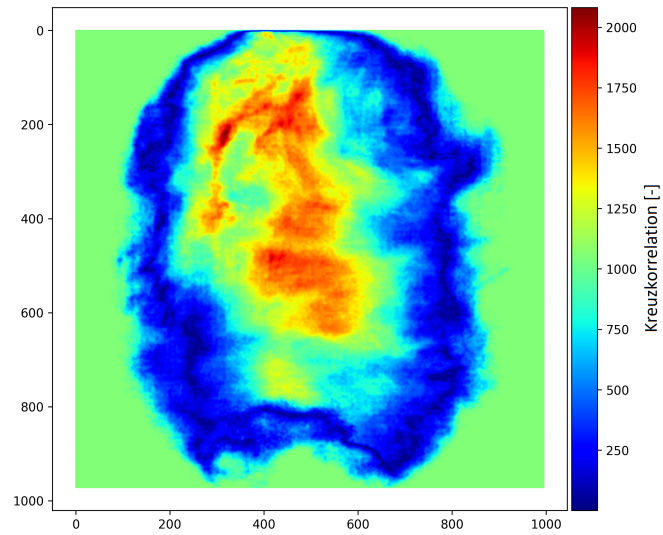


(b) PIV

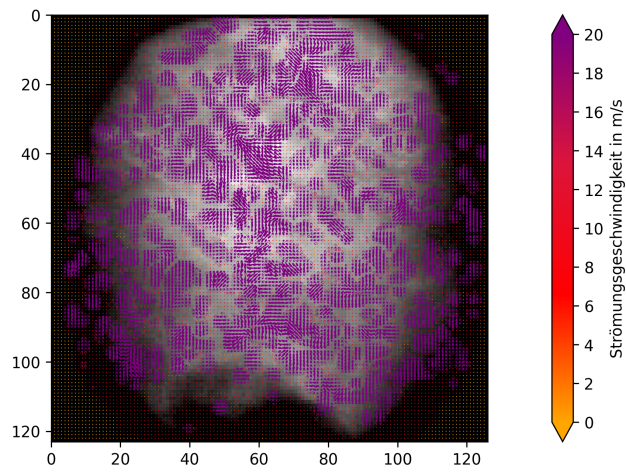


(c)  $v_{fluc}$

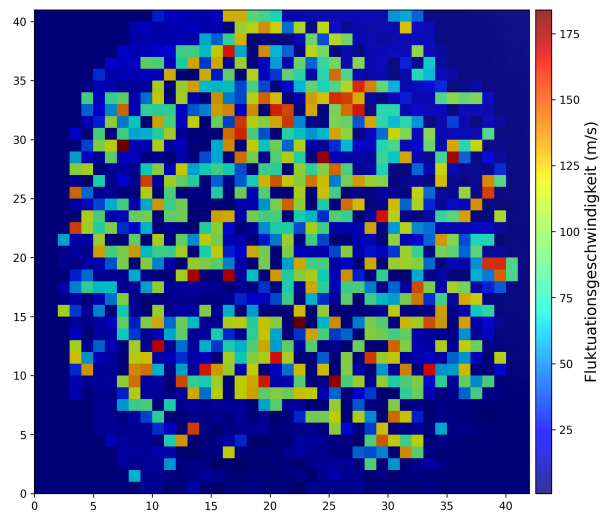
Abbildung 4.31.: FFT-, PIV-Auswertung sowie Fluktationsgeschwindigkeit von  $60 \text{ g/m}^3$  bei 100 ms nach Einblasen des Staubes



(a) FFT



(b) PIV



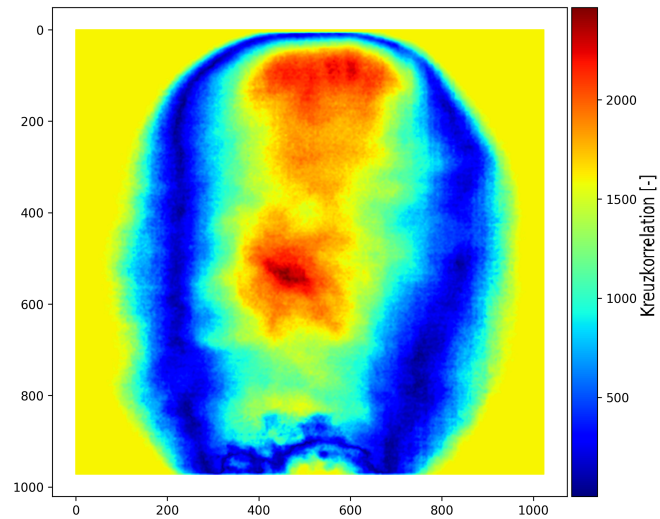
(c)  $v_{fluc}$

Abbildung 4.32.: FFT-, PIV-Auswertung sowie Fluktuationsgeschwindigkeit von  $60 \text{ g/m}^3$  bei 200 ms nach Einblasen des Staubes

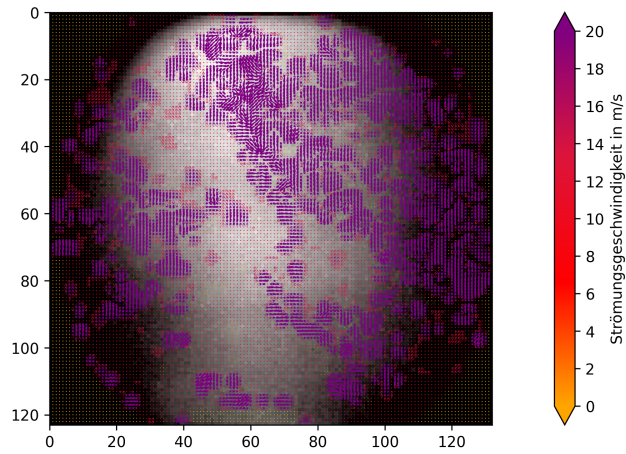
Die Ergebnisse der Strömungsdarstellungen für  $60 \text{ g/m}^3$  mit 1 Vol.-% sind den Abbildungen 4.33 - 4.38 zu entnehmen. Zu den Zeitpunkten 20 ms und 40 ms (vgl. Abbildungen 4.33b und 4.34b) nach dem Einblasen ist bei einer Konzentration von  $60 \text{ g/m}^3$  Maisstärke mit 1 Vol.-% Aceton kein signifikanter Unterschied sichtbar. Nachdem der Staub in das Dampf-Luft-Gemisch geblasen wurde und an den Deckel gelangt ist, bilden sich oberhalb der Zünder Turbulenzen aus, welche nach 60 - 80 ms in den Bereich des Zünders wandern (Abbildungen 4.35c und 4.36c).

Die Verwirbelungen um den Zünder nehmen bei 80 ms leicht zu. Die FFT-Analyse zeigt deutliche Partikelbewegungen im Bereich oberhalb und um die Zünder für 40 ms, 60 ms und 80 ms nach Einblasen des Staubes in den Dampf.

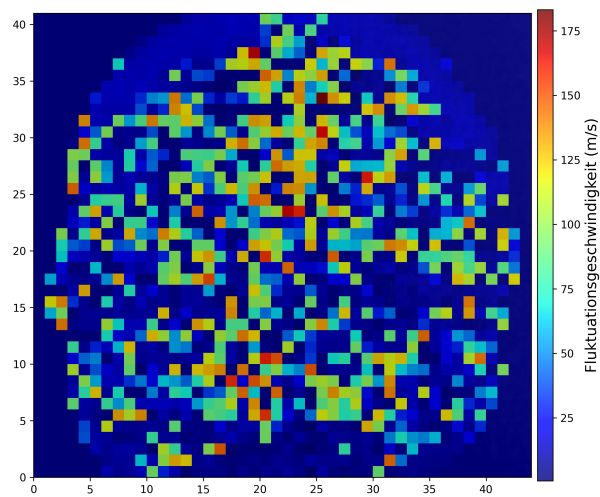
Zu einem Zeitpunkt ab 100 ms nach Einblasen des Staubes werden die detektierten Partikelbewegungen weniger und verlagern sich in den Bereich unterhalb der Zünder. Die Strömungsvektoren zeigen hauptsächlich nach unten. Dies zeigt, dass der Staub beginnt zu sedimentieren.



(a) FFT



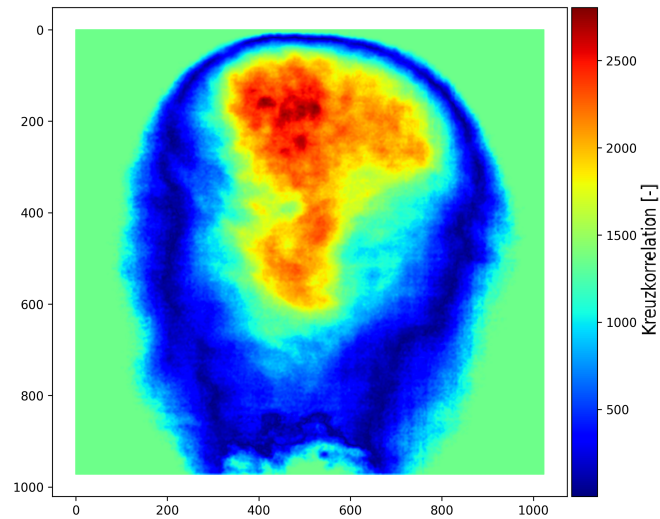
(b) PIV



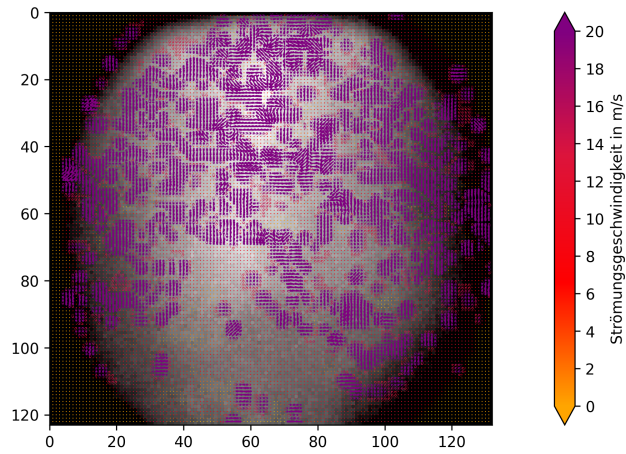
(c)  $v_{fluc}$

Abbildung 4.33.: FFT-, PIV-Auswertung sowie Fluktuationsgeschwindigkeit von  $60 \text{ g/m}^3$  und 1 Vol.-% Aceton bei 20 ms nach Einblasen des Staubes

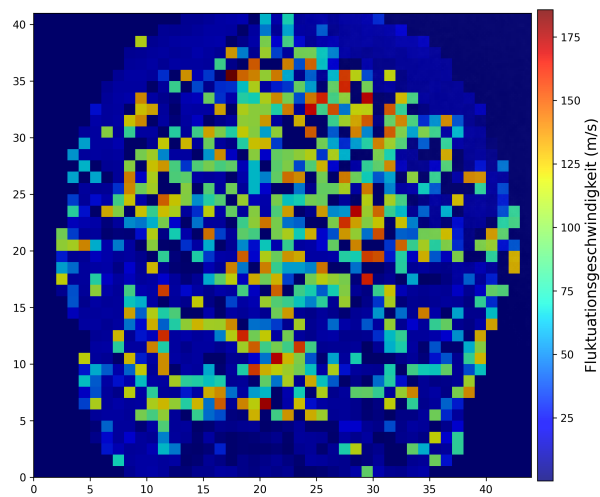




(a) FFT

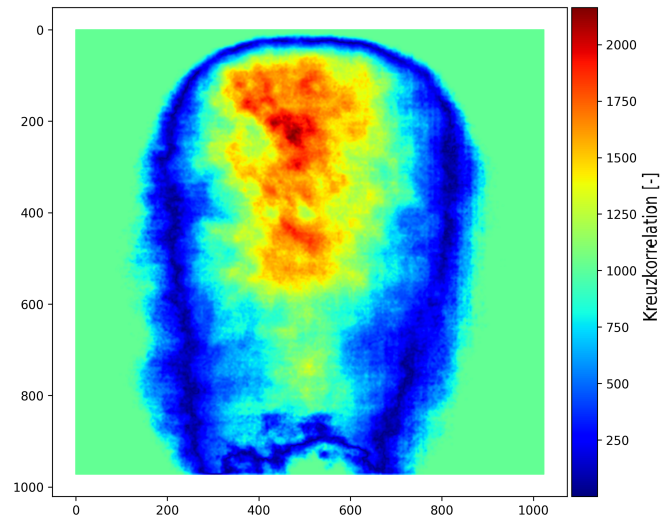


(b) PIV

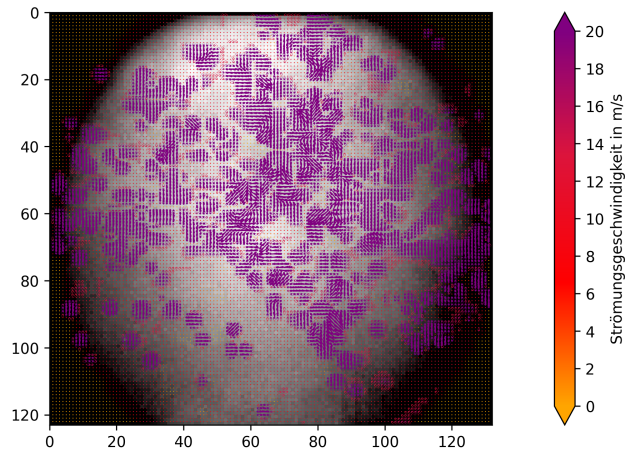


(c)  $v_{fluc}$

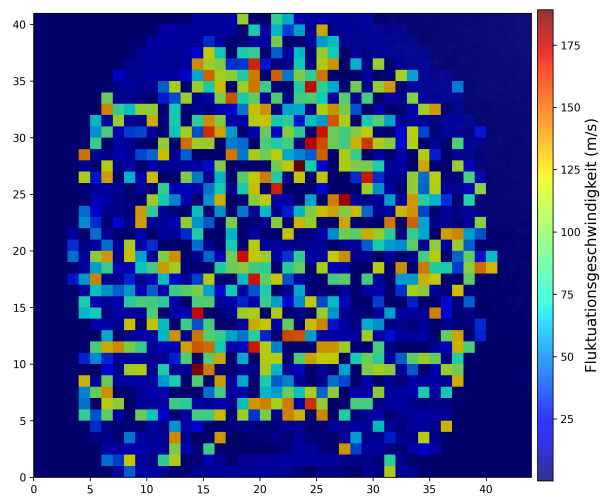
Abbildung 4.34.: FFT-, PIV-Auswertung sowie Fluktuationsgeschwindigkeit von  $60 \text{ g/m}^3$  und 1 Vol.-% Aceton bei 40 ms nach Einblasen des Staubes



(a) FFT



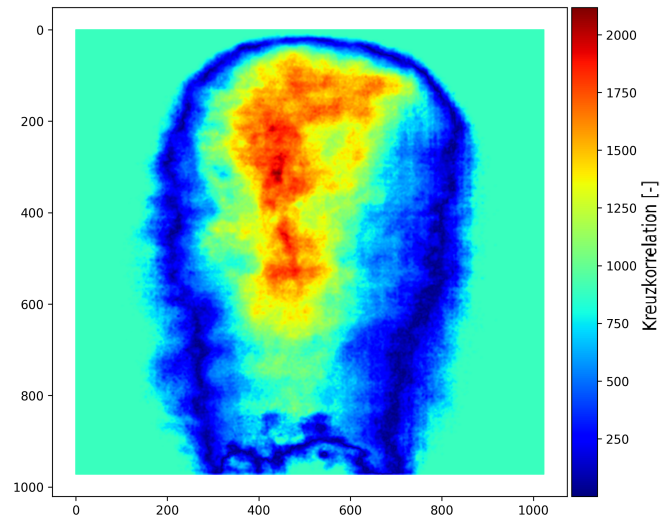
(b) PIV



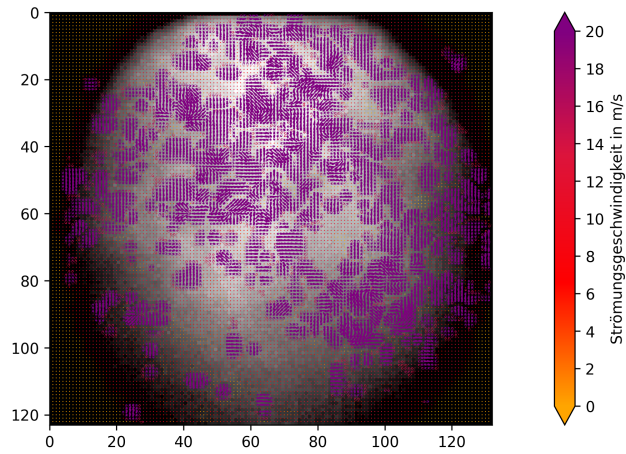
(c)  $v_{fluc}$

Abbildung 4.35.: FFT-, PIV-Auswertung sowie Fluktuationsgeschwindigkeit von  $60 \text{ g/m}^3$  und 1 Vol.-% Aceton bei 60 ms nach Einblasen des Staubes

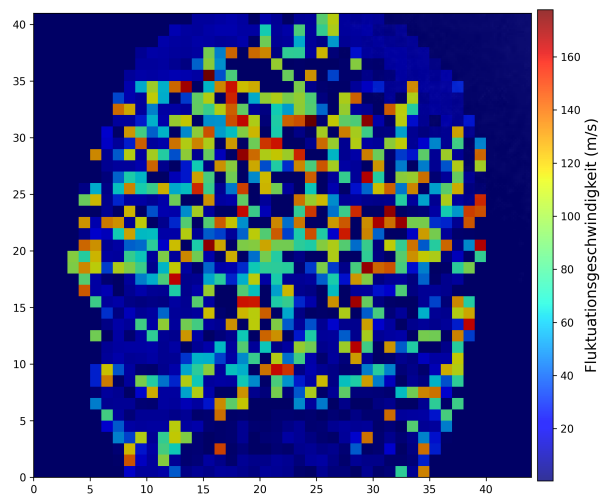




(a) FFT

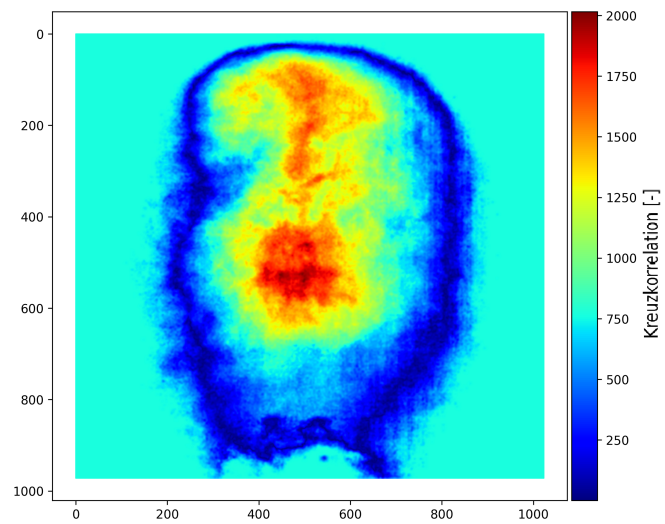


(b) PIV

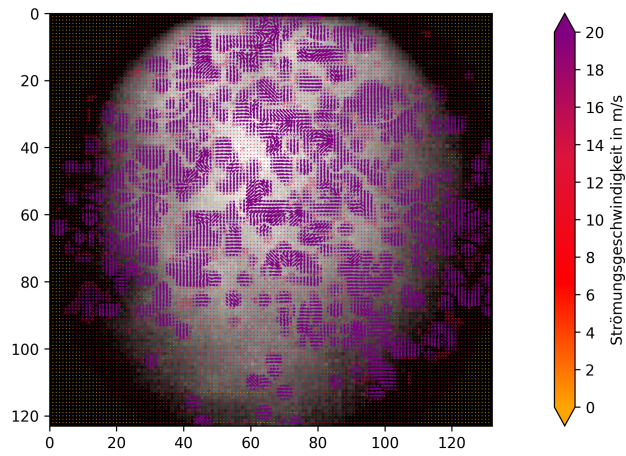


(c)  $v_{fluc}$

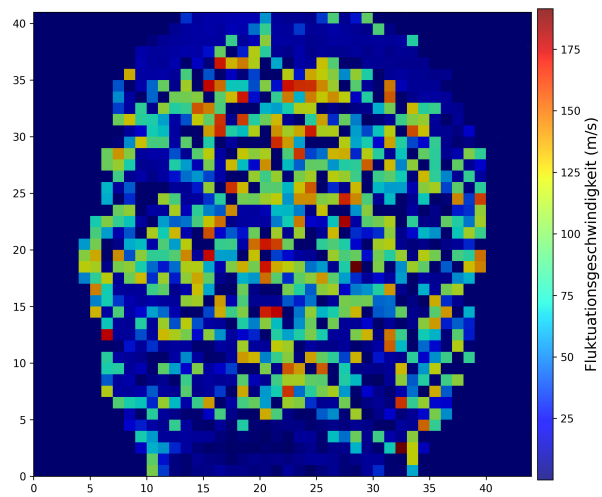
Abbildung 4.36.: FFT-, PIV-Auswertung sowie Fluktuationgeschwindigkeit von  $60 \text{ g/m}^3$  und 1 Vol.-% Aceton bei 80 ms nach Einblasen des Staubes



(a) FFT

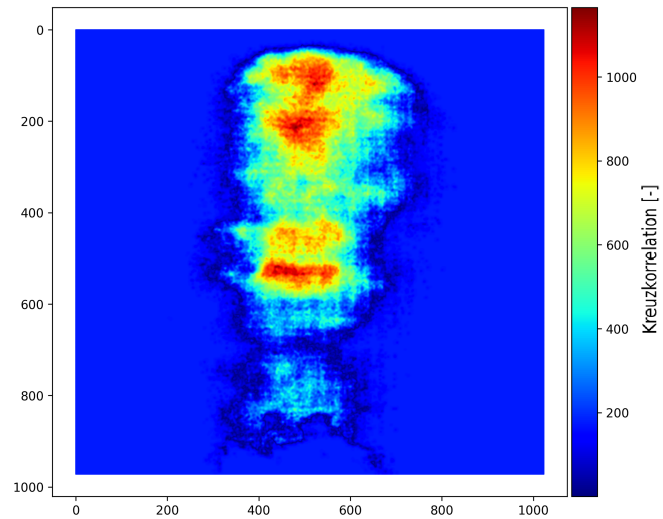


(b) PIV

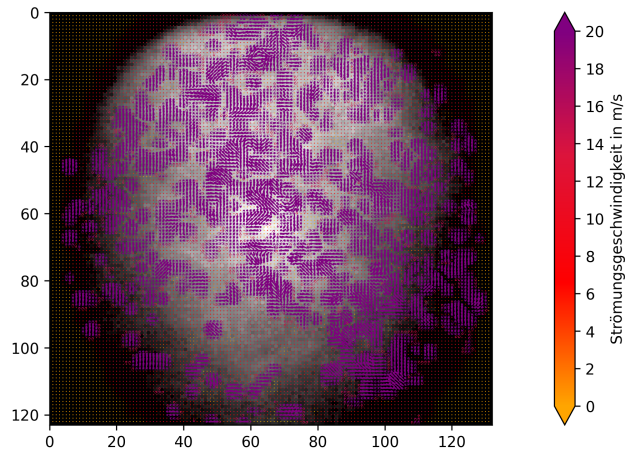


(c)  $v_{fluc}$

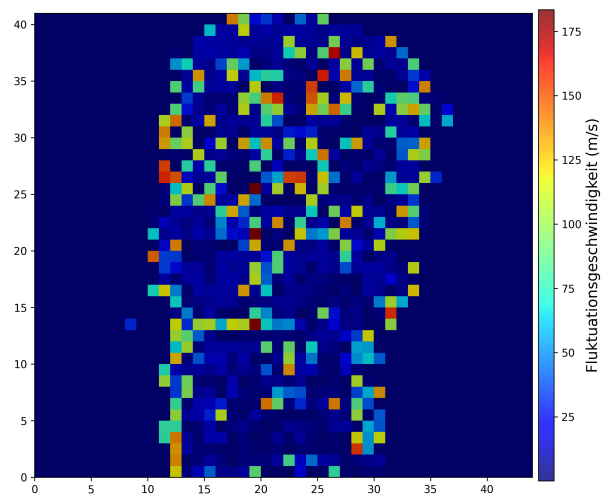
Abbildung 4.37.: FFT-, PIV-Auswertung sowie Fluktuationgeschwindigkeit von  $60 \text{ g/m}^3$  und 1 Vol.-% Aceton bei 100 ms nach Einblasen des Staubes



(a) FFT



(b) PIV



(c)  $v_{fluc}$

Abbildung 4.38.: FFT-, PIV-Auswertung sowie Fluktuationsgeschwindigkeit von  $60 \text{ g/m}^3$  und 1 Vol.-% Aceton bei 200 ms nach Einblasen des Staubes

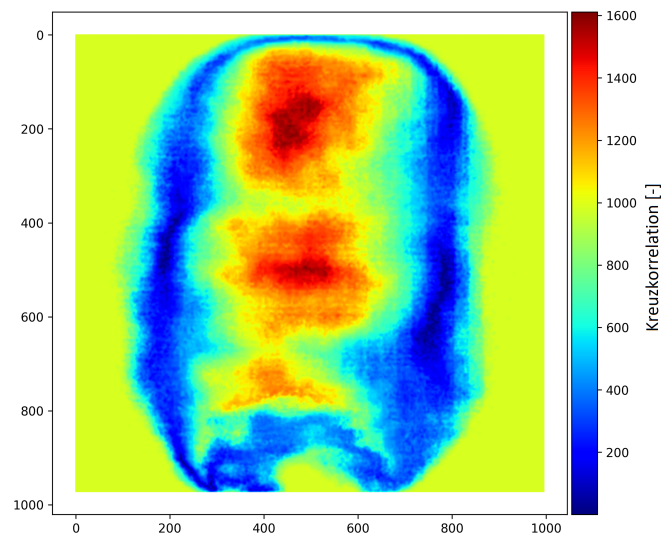
Abschließend wurden weitere Messungen in den zeitlichen Abständen 20, 40, 60, 80, 100 und 200 ms mit einem weiteren hybriden Gemisch mit einer Dampfkonzentration von 3 Vol.-% Aceton durchgeführt (Abbildungen 4.39 -4.45).

Bereits nach 20 ms (Abbildung 4.39c) nach dem Einblasvorgang zeigen sich deutliche Turbulenzen in einem sehr breiten Bereich oberhalb der Zünder. Die FFT-Analyse zeigt deutliche Partikelbewegungen von der Einblasrichtung zum Behälterdeckel.

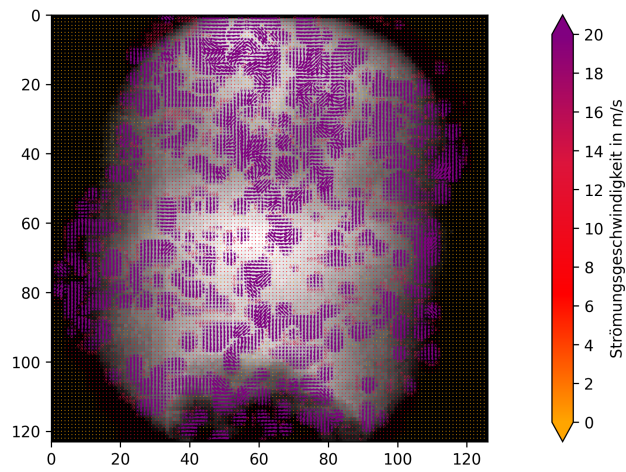
Nach 40 ms (4.40c) verbreitern sich diese Turbulenzen nochmals deutlich bei starker Partikelbewegung.

Nach 60 ms lassen sich zunächst keine eindeutigen Turbulenzfelder indentifizieren. Die Turbulenz nimmt insgesamt in geringem Maße ab, bevor sich nach 80 ms ein deutliches Turbulenzfeld im Bereich um die Zünder ausbildet (vgl. Abbildung 4.42c). Dieses Ergebnis lässt sich gut mit den Ergebnissen aus dem Boxdiagramm in Abbildung 4.25 vergleichen. Durch die Kugelform des Reaktors und dem initiierten Einblasvorgang beginnt sich eine Rotationsbewegung durch die 20-l-Kugel zu bilden, welche nach 100 ms deutlich zu erkennen ist (Abbildung 4.43a bzw.4.43b). Unterhalb des großen rotierenden Wirbels zeigen sich die Bewegungen der Partikel am deutlichsten und werden hier von der PIV gut erfasst, während sie innerhalb des Wirbels nicht detektiert werden. (vgl. Abbildung 4.44a). Die größten Turbulenzen jedoch zeigen sich in der Analyse der Fluktuationsgeschwindigkeit im oberen Bereiches des Bildausschnittes (Abbildung 4.44c). Der helle Bereich ist eine relativ große Ansammlung an Staub und wird als Wirbelfeld und auch durch die Darstellung der Geschwindidkeitsvektoren nicht direkt erkannt. Wie bereits eingangs erwähnt, kann dieser helle Bereich durch den PIV-Algorithmus nicht vollständig erfasst werden, so dass der Wirbel im PIV-Bild (Abbildung 4.44b) nicht dargestellt ist.

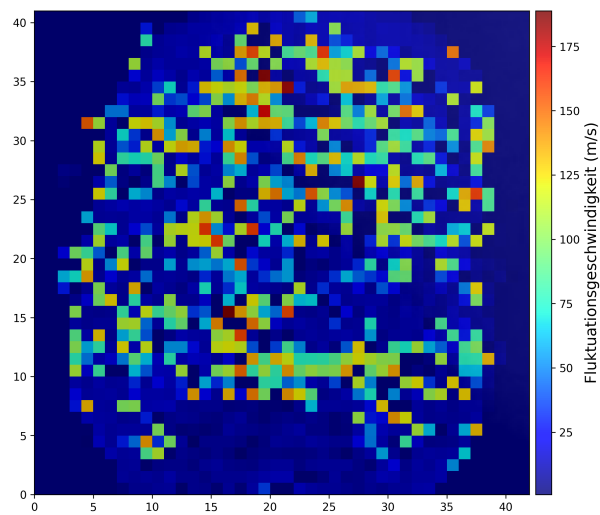
Nach 200 ms (Abbildung 4.45c) ist immer noch ein sehr breites Turbulenzfeld im Bereich um die Zünder herum vorhanden. Obwohl der Staub vermutlich bereits beginnt sich wieder innerhalb der 20-l-Kugel abzusetzen.



(a) FFT

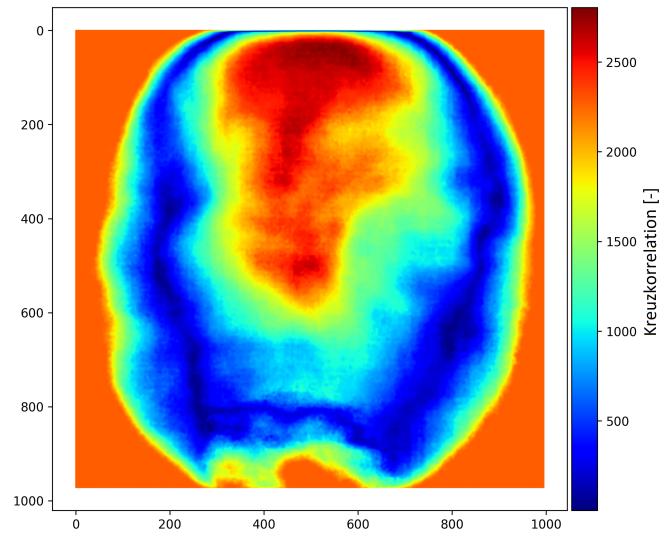


(b) PIV

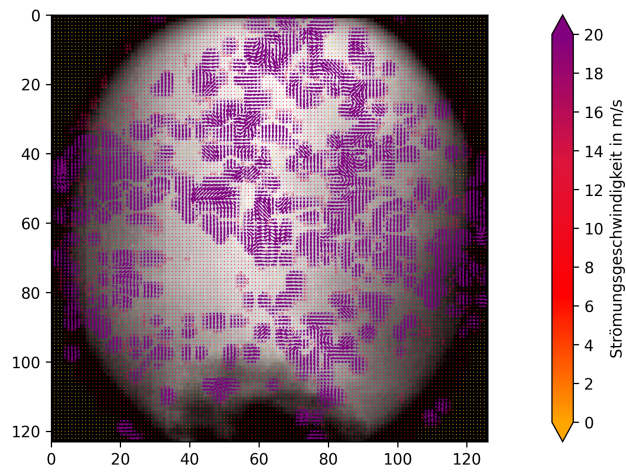


(c)  $v_{fluc}$

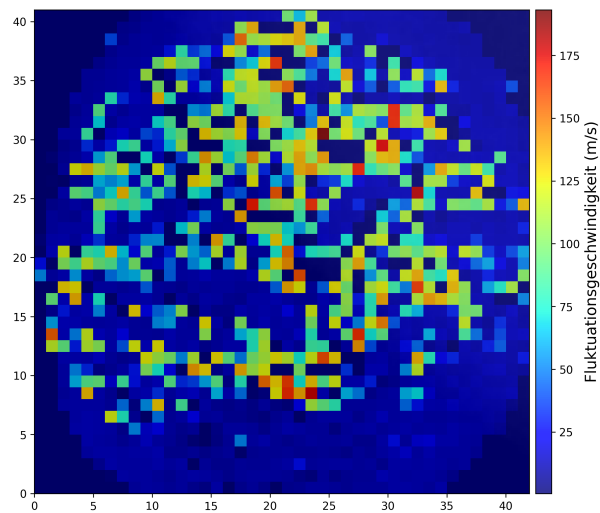
Abbildung 4.39.: FFT-, PIV-Auswertung sowie Fluktuationsgeschwindigkeit von  $60 \text{ g/m}^3$  und 3 Vol.-% Aceton bei 20 ms nach Einblasen des Staubes



(a) FFT



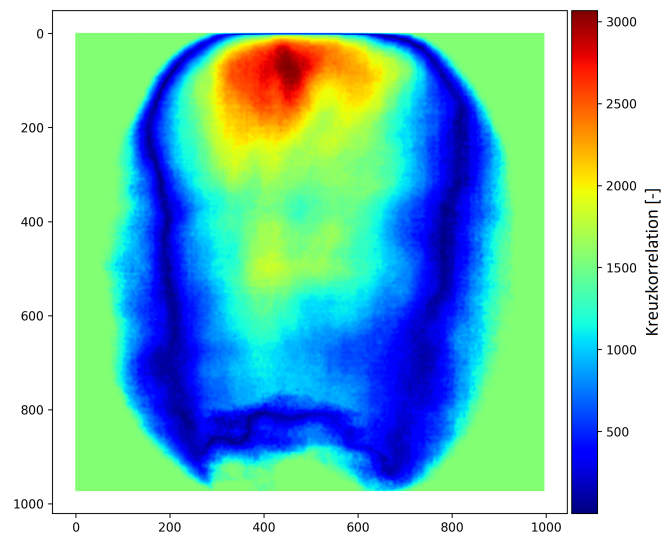
(b) PIV



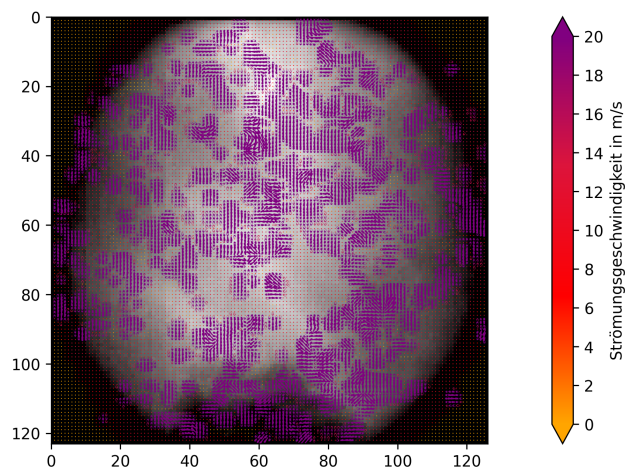
(c)  $v_{fluc}$

Abbildung 4.40.: FFT-, PIV-Auswertung sowie Fluktationsgeschwindigkeit von  $60 \text{ g/m}^3$  und 3 Vol.-% Aceton bei 40 ms nach Einblasen des Staubes

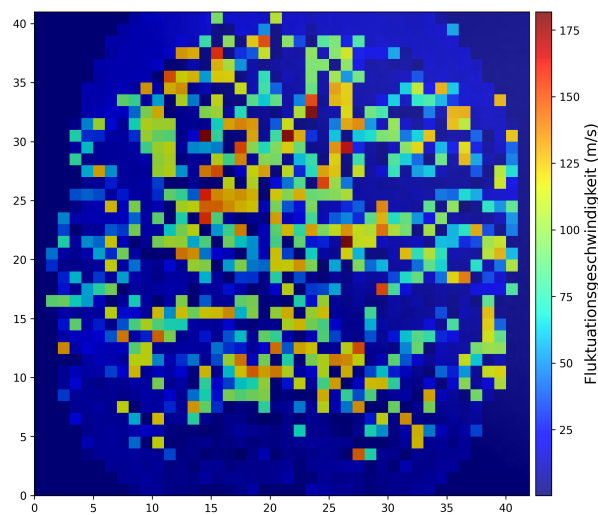




(a) FFT

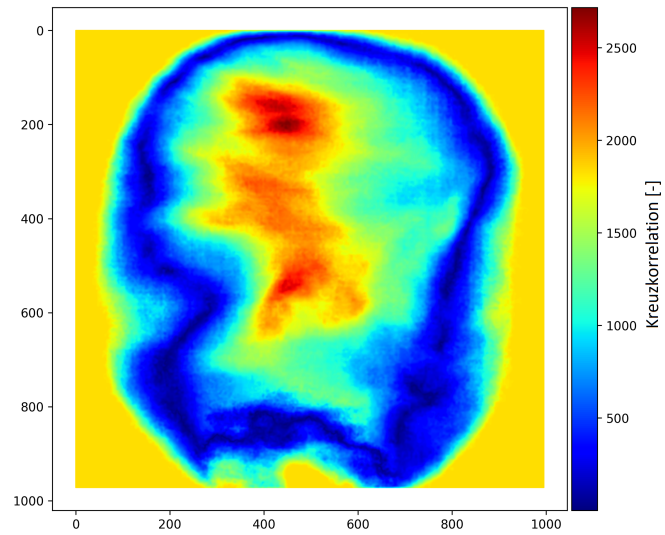


(b) PIV

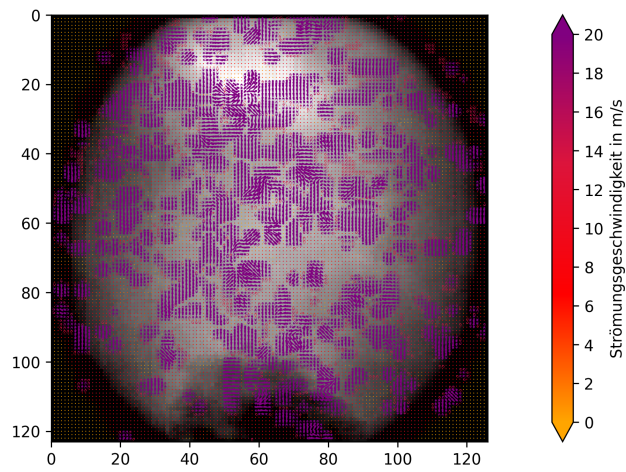


(c)  $v_{fluc}$

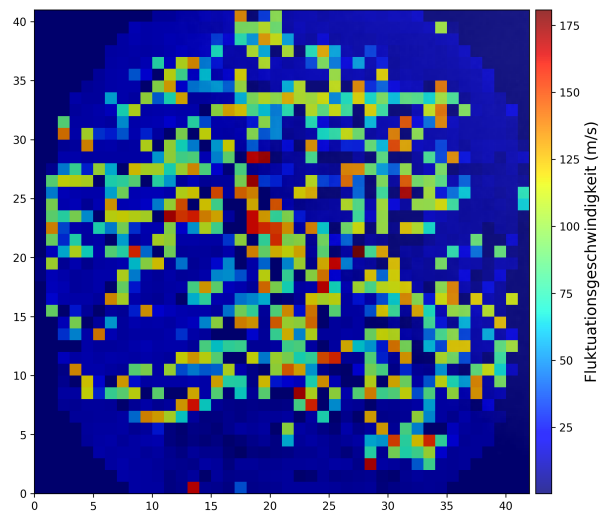
Abbildung 4.41.: FFT-, PIV-Auswertung sowie Fluktationsgeschwindigkeit von  $60 \text{ g/m}^3$  und 3 Vol.-% Aceton bei 60 ms nach Einblasen des Staubes



(a) FFT



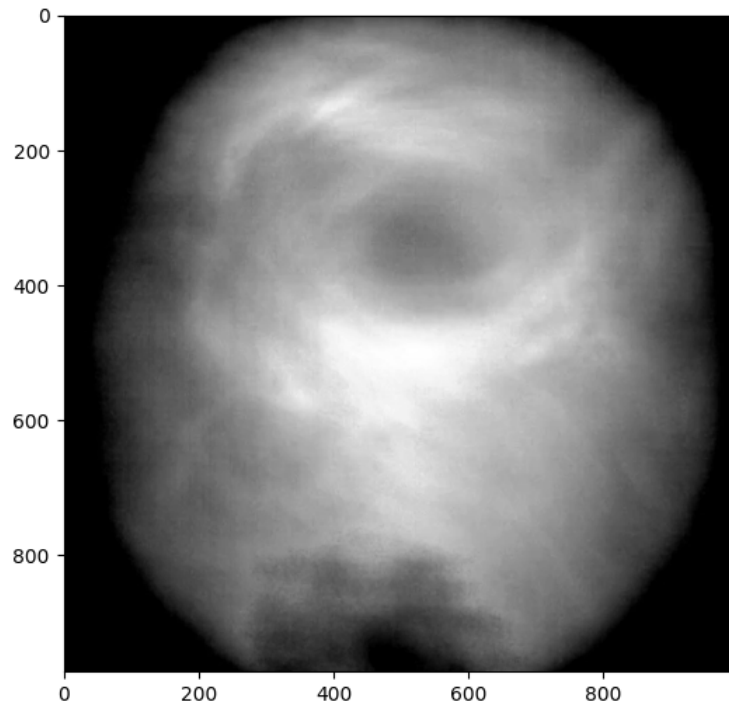
(b) PIV



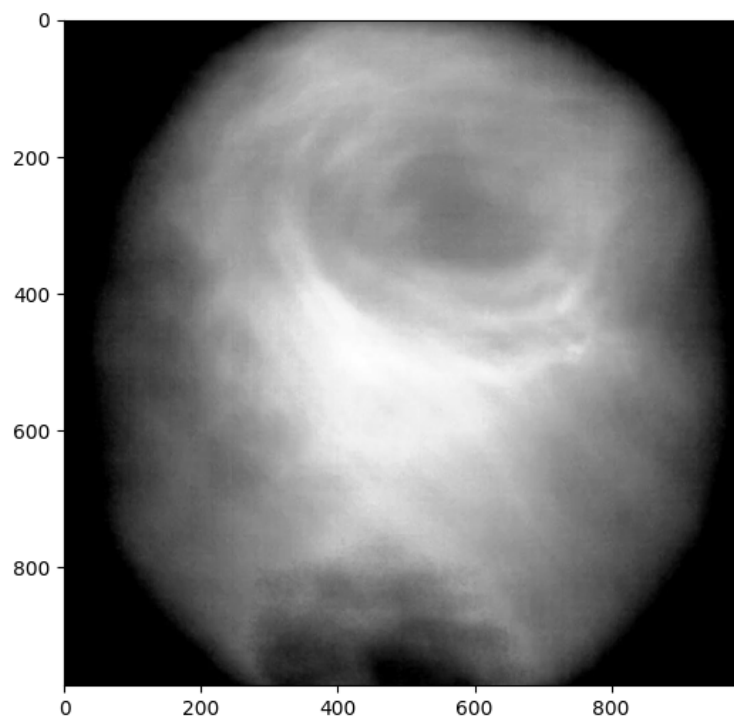
(c)  $v_{fluc}$

Abbildung 4.42.: FFT-, PIV-Auswertung sowie Fluktuationsgeschwindigkeit von  $60 \text{ g/m}^3$  und 3 Vol.-% Aceton bei 80 ms nach Einblasen des Staubes



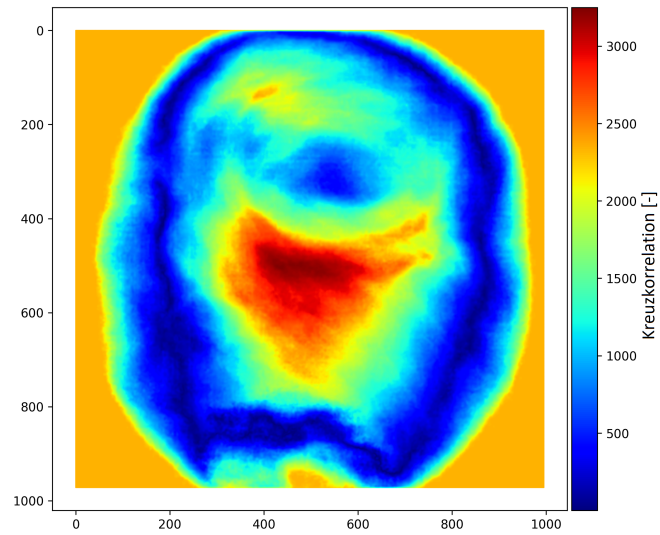


(a) Originalbild 1 100 ms nach Einblasen von hybridem Gemisch

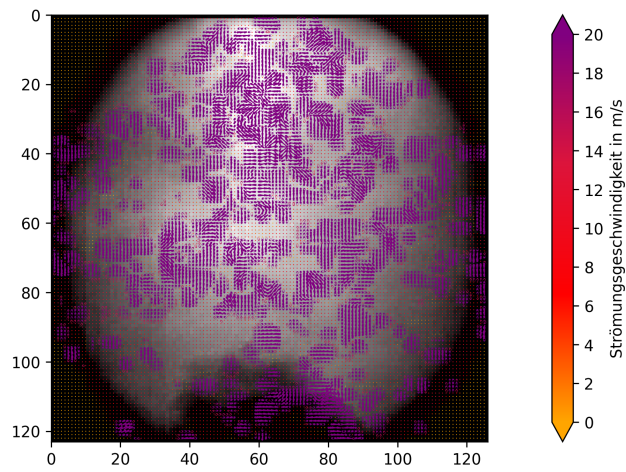


(b) Originalbild 2 102 ms nach Einblasen von hybridem Gemisch

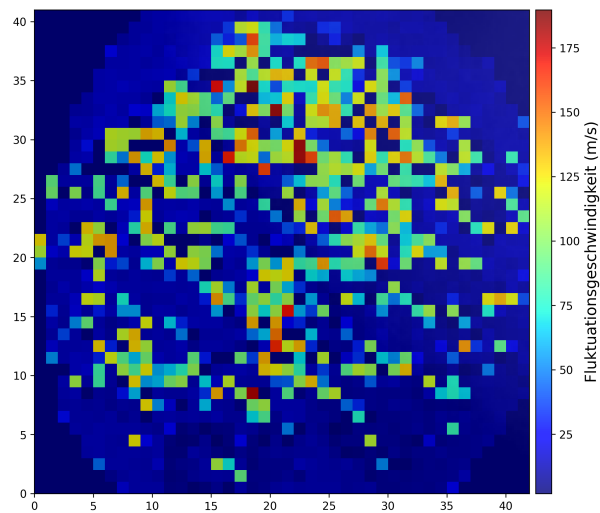
Abbildung 4.43.: Originalbilder aus dem Inneren der 20-l-Kugel nach dem Einblasen von  $60 \text{ g/m}^3$  Staub mit 3 Vol.-% Aceton



(a) FFT

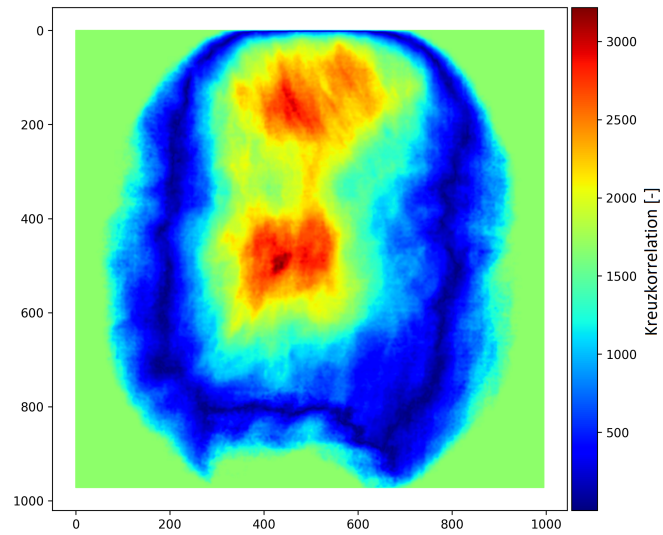


(b) PIV

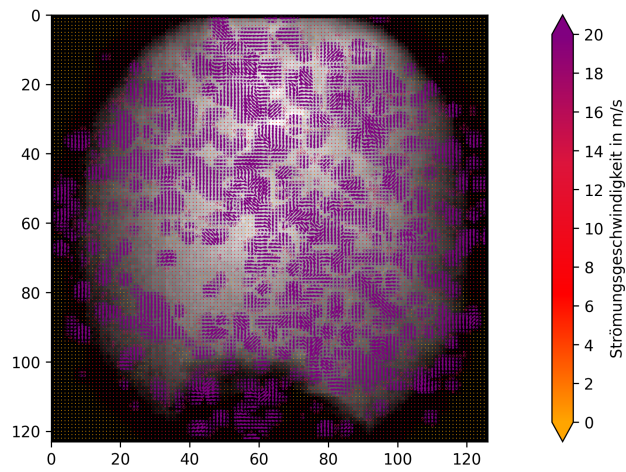


(c)  $v_{fluc}$

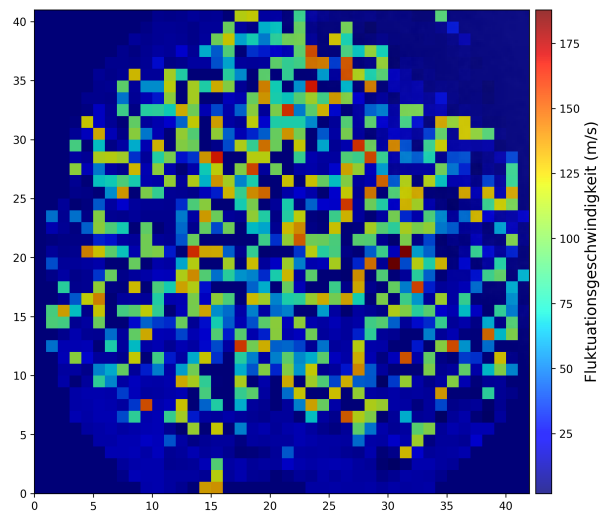
Abbildung 4.44.: FFT-, PIV-Auswertung sowie Fluktationsgeschwindigkeit von  $60 \text{ g/m}^3$  und 3 Vol.-% Aceton bei 100 ms nach Einblasen des Staubes



(a) FFT



(b) PIV



(c)  $v_{fluc}$

Abbildung 4.45.: FFT-, PIV-Auswertung sowie Fluktationsgeschwindigkeit von  $60 \text{ g/m}^3$  und 3 Vol.-% Aceton bei 200 ms nach Einblasen des Staubes

Die visuellen Untersuchungen der Strömungsverhältnisse lieferten Erkenntnisse über die Verwirbelungen im Inneren der 20-l-Kugel zu unterschiedlichen Zeitpunkten nach dem Einblasen des Staubes. Es zeigten sich starke Schwankungen beim Anteil an Staub, der sich zum Zeitpunkt der Zündung im Bereich der Zünder aufhielt. Dadurch ergaben sich Zweifel an den angegebenen Staubkonzentrationen für die Messung von Explosionsdruck und zeitlicher Druckanstiegsrate in der 20-l-Kugel. Aufgrund der starken Turbulenzen konnte im Bereich um den Zünder keine reproduzierbar verlässliche Staub-Dampf-Konzentration sichergestellt werden. Zudem kam es während der Verwirbelung innerhalb der Versuchsvorrichtung zu einer deutlichen Rotationsbewegung, die anhand von Wirbeln zu erkennen war, und damit zu einer inhomogenen Verteilung des Staubes im Inneren der Kugel führen konnte. Beispielsweise könnten schwerere Partikel durch die Rotationsbewegung nach außen gedrängt werden. Deshalb ist die Vergleichbarkeit mit dem tatsächlichen realen Explosionsverhalten von hybriden Staub-Dampf-Luft-Gemischen unabhängig von einem begrenzten Volumen kritisch zu betrachten.

#### **4.4.2. Strömungsgeschwindigkeiten**

Die mittleren maximalen Strömungsgeschwindigkeiten, berechnet als Mittelwerte aus mindestens acht Wiederholungsmessungen, sind in Abbildung 4.46 in Abhängigkeit von der Zeit nach dem Einblasen des Staubes dargestellt. Es zeigt sich, dass das reine Staubgemisch ohne Zugabe von Aceton-Dampf seine maximale Strömungsgeschwindigkeit bei 60 ms erreicht. Im Gegensatz dazu weisen die hybriden Gemische bereits nach 40 ms ihre höchsten Strömungsgeschwindigkeiten auf. Bei 20 ms wird das Staub-Dampf-Luft-Gemisch zunächst in Richtung des Behälterdeckels beschleunigt, bevor es beginnt, sich im Volumen der Kugel zu verteilen. Ab einem Zeitpunkt von 60 ms lässt sich durch eine Erhöhung des Dampfanteils kein signifikanter Unterschied in den Strömungsgeschwindigkeiten mehr feststellen. Ein Vergleich zwischen dem reinen Staub-Luft-Gemisch und den hybriden Gemischen zeigt keine eindeutige Abhängigkeit der Strömungsgeschwindigkeiten innerhalb der 20-l-Kugel von der Zugabe des Acetondampfes.

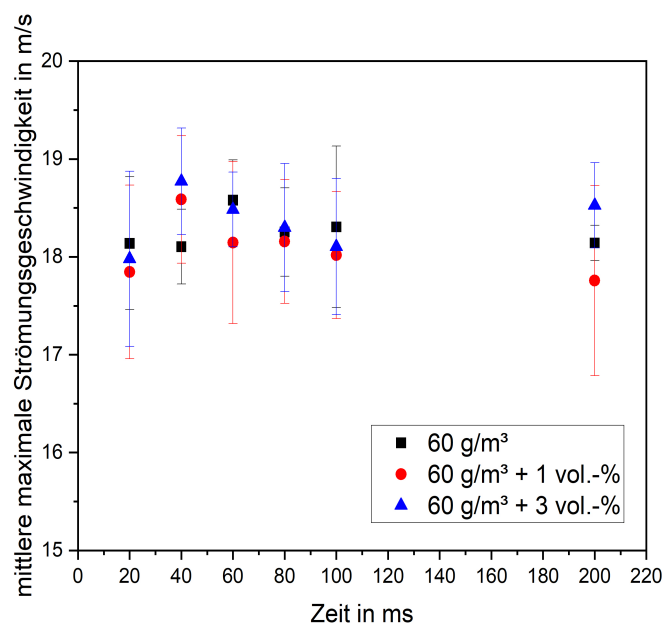


Abbildung 4.46.: mittlere maximale Strömungsgeschwindigkeit in Abhängigkeit der Zeit für Maisstärke-Aceton-Luft-Gemische unterschiedlicher Konzentrationen

## 5. Zusammenfassung

In dieser Arbeit wurde ein Verfahren zur Bestimmung sicherheitstechnischer Kenngrößen hybrider Staub-Dampf-Luft-Gemische entwickelt und erprobt. Ausgangspunkt waren die etablierten Messmethoden für reine Stäube auf Basis der 20-l-Kugel, die bislang für hybride Systeme nicht normgerecht anwendbar waren. Ziel war es, die Methodik so anzupassen, dass auch hybride Stoffgemische zuverlässig charakterisiert werden können.

Die Untersuchungen zeigen deutlich, dass hybride Gemische ein höheres Gefahrenpotenzial besitzen als ihre entsprechenden Reinstoffe. Schon geringe Dampfanteile führten zu einer merklichen Erhöhung des maximalen Explosionsdrucks und der zeitlichen Druckanstiegsrate. Besonders kritisch ist, dass hybride Gemische auch unterhalb der unteren Explosionsgrenze der Einzelstoffe explosionsfähig sind. Da sich bestehende Regelwerke in der Regel auf die sicherheitstechnischen Kenngrößen von Reinstoffen beziehen, verdeutlicht dieses Ergebnis die Notwendigkeit, die UEG für hybride Gemische spezifisch zu bestimmen, auch wenn die 20-l-Kugel hierfür nicht in allen Fällen das geeignete Verfahren darstellt.

Die im Rahmen von Ringversuchen erzielten Ergebnisse belegen die grundsätzliche Eignung des entwickelten Verfahrens auf Basis der 20-l-Kugel, zeigen jedoch gleichzeitig eine teilweise erhebliche Streuung. Daraus folgt, dass die Standardisierung dieser Messmethoden dringend weiterentwickelt werden muss, um die Vergleichbarkeit der Ergebnisse zu gewährleisten.

Besondere Aufmerksamkeit galt der Zündverzögerungszeit. Die in Normen für Stäube vorgegebene Verzögerung von 60 ms war für hybride Gemische nicht durchgängig geeignet. Abweichungen bei unterschiedlichen Zusammensetzungen zeigen, dass fluiddynamische Effekte berücksichtigt werden müssen.

Die ergänzende Strömungsvisualisierung verdeutlichte, wie stark Turbulenz und Parti-

kelverteilung die Messergebnisse beeinflussen. Damit wurde deutlich, dass die 20-l-Kugel zwar ein praktikables Messsystem im Labormaßstab darstellt, ihre physikalischen Grenzen jedoch kritisch zu berücksichtigen sind und sie reale Staub- und Hybridexplosionen möglicherweise nicht vollständig abbilden kann.

Zusammenfassend konnte gezeigt werden, dass das entwickelte Verfahren einen wichtigen Beitrag zur sicherheitstechnischen Bewertung hybrider Gemische leistet. Es liefert belastbare sicherheitstechnische Kenngrößen, weist aber zugleich auf methodische Grenzen hin. Die Arbeit macht deutlich, dass weitere Forschung insbesondere zur Rolle fluiddynamischer Effekte und zur Standardisierung von Messmethoden erforderlich ist, um hybride Systeme zuverlässig erfassen zu können.

## 6. Literaturverzeichnis

- [1] Henrikus Steen, Hrsg. *Handbuch des Explosionsschutzes*. Wiley-VCH, 2000.
- [2] DIN EN 14034-1. *Bestimmung der Explosionskenngrößen von Staub/Luft-Gemischen - Teil 1: Bestimmung des maximalen Explosionsdruckes  $p_{max}$  von Staub/Luft-Gemischen*. deutsch. EN 14034-1:2004+A1:2011. Apr. 2011.
- [3] DIN EN 14034-2. *Bestimmung der Explosionskenngrößen von Staub/Luft-Gemischen - Teil 2: Bestimmung des maximalen zeitlichen Druckanstiegs  $(dp/dt)_{max}$  von Staub/Luft-Gemischen*. deutsch. EN 14034-2:2006+A1:2011. Apr. 2011.
- [4] DIN EN 15967. *Verfahren zur Bestimmung des maximalen Explosionsdruckes und des maximalen zeitlichen Druckanstiegs für Gase und Dämpfe*. deutsch. EN 15967:2011. Okt. 2011.
- [5] M. Beck und U. Hesener. »Hybride Gemische«. In: *Technische Sicherheit* 6.4 (2016), S. 32–35.
- [6] W. Bartknecht. *Staubexplosionen*. Springer, 1987.
- [7] U. Hesener und M. Beck. *Sicherheitstechnische Kenngrößen von hybriden Gemischen*. Forschungsbericht. Dekra, 2016.
- [8] D. Wu, P. Zhao, S. Spitzer und A. Krietsch. »A review on hybrid mixture explosions: Safety parameters, explosion regimes and criteria, flame characteristics«. In: *Journal of Loss Prevention in the Process Industries* 82.104969 (2023).
- [9] E. K. Addai. »Investigation of Explosion Characteristics of Multiphase Fuel Mixtures with Air«. Diss. Otto von Guericke Universität Magdeburg, 2016.



- [10] R. K. Eckhoff. *Dust explosions in the process industries*. Butterworth-Heinemann, 1991.
- [11] Frank Engelmann, Sabrina Herbst, Thorsten Arnold und Clife Hermanowski. *Nicht-elektrischer Explosionsschutz*. Hrsg. von Springer-Verlag. 2023.
- [12] VDI 3790 Blatt 1. *Emmissionen von Gasen, Gerüchen und Stäuben aus diffusen Quellen*.
- [13] U. Krause. *Ein Beitrag zur mathematischen Modellierung des Ablaufs von Explosionen*. Forschungsbericht. Bundesanstalt für Materialforschung und -prüfung (BAM), 1993.
- [14] P. R. Amyotte und R. K. Eckhoff. »Dust explosion causation, prevention and mitigation: An overview«. In: *Journal of chemical health and safety* 17.1 (2010), S. 15–28.
- [15] R. Goedecke. *Fluid-Verfahrenstechnik*. Wiley-VCH, 2011.
- [16] D. Bjerketvedt, J. R. Bakke und K. van Wingerden. »Gas explosion handbook«. In: *Journal of Hazardous Materials* 52 (1 1997), S. 1–150.
- [17] T. Echekki. *Turbulent Combustion modeling: advances, new trends and perspectives*. 2011.
- [18] *GESTIS-Stoffdatenbank*. Institut für Arbeitsschutz der Deutschen Gesetzlichen Unfallversicherung. URL: [http://gestis.itrust.de/nxt/gateway.dll/gestis\\_de/000000.xml?f=templates%5C&fn=default.htm%5C&vid=gestisdeu:sdbdeu](http://gestis.itrust.de/nxt/gateway.dll/gestis_de/000000.xml?f=templates%5C&fn=default.htm%5C&vid=gestisdeu:sdbdeu).
- [19] E. K. Addai. »Investigation of Explosion Characteristics of Multiphase Fuel Mixtures«. Diss. Otto von Guericke Universität Magdeburg, 11. Aug. 2016.
- [20] E. K. Addai, H. Ali, P. Amyotte und U. Krause. »Experimental and theoretical investigation of the lower explosion limit of multiphase hybrid mixtures«. In: *Process Safety Progress* (2019).
- [21] A. Garcia-Agreda, A. Di Benedetto, P. Russo, E. Salzano und R. Sanchirico. »Dust/gas mixtures explosion regimes«. In: *Powder Technology* 205 (2011), S. 81–86.

- [22] C. Cloney, R. Ripley, M. Pegg und P. Amyotte. »Evaluating regime diagrams for closed volume hybrid explosions«. In: *Journal of Loss Prevention in the Process Industries* 49 (2017), S. 912–918.
- [23] Verein deutscher Ingenieure. »Staubbrände und Staubexplosionsgefahren - Gefahren- Beurteilung- Schutzmaßnahmen- Sicherheitstechnische Kenngrößen von Schüttgü- tern«. In: *VDI 2263 Blatt 1* (2022).
- [24] DIN EN 14034-3. *Bestimmung der Explosionskenngrößen von Staub/Luft-Gemischen- Teil 3: Bestimmung der unteren Explosionsgrenze UEG von Staub/Luft-Gemischen*; EN 14034-3:2006+A1:2011. 2011.
- [25] D. Vizcaya, A. Pinilla, M. Amin, N. Ratkovich und F. Munoz. »CFD as an Approach to Understand Flammable Dust 20 L Standard Test: Effect of the Ignition Time on the Fluid Flow«. In: *American Institute of Chemical Engineers Journal* 64.1 (2018), S. 42–54.
- [26] W. Bartknecht. *Explosionen*. Springer, 1980.
- [27] A.E. Dahoe, R.S. Cant und B. Scarlett. »On the decay of turbulence in the 20-Liter Explosion Sphere«. In: *Flow, Turbulence and Combustion* (2001).
- [28] M. Raffel, C. Willert und J. Kompenhans. *Particle Image Velocimetry. A practical guide*. Springer Verlag, 1998.
- [29] R. Gonzalez und R. Woods. *Digital Image Processing*. Pearson Verlag, 2018.
- [30] A. Klippel, M. Schmidt und U. Krause. »Dustiness in workplace safety and explosion protection-Review and outlook«. In: *Journal of Loss Prevention in the Process Industries* 34 (2015), S. 22–29.
- [31] A. Krietsch, T.-M. Romahn, M. Scheid und U. Krause. »Modified Setup of 20-l- Sphere for the Determination of Safety Characteristics of Nano Powders«. In: *Chemical Engineering Transactions* 31 (2013), S. 805–810.
- [32] O. Dufaud, Traore; M., L. Perrin, S. Chazelet und D. Thomas. »Experimental investigation and modelling of aluminum dusts explosions in the 20 L sphere«. In: *Journal of Loss Prevention in the Process Industries* 23 (2010), S. 226–236.

- [33] D. Castellanos, V. Carreto-Vazquez, Mashuga C., R. Trottier, A. Mejia und Mannan M. »The effect of particle size polydispersity on the explosibility characteristics of aluminum dust«. In: *Powder Technology* 254 (2014), S. 331–337.
- [34] P. Bagaria, J. Zhang, E. Yang, A. Dasidar und C. Mashuga. »Effect of dust dispersion on paricle integrity and explosion hazards«. In: *Journal of Loss Prevention in the Process Industries* 44 (2016), S. 424–432.
- [35] M. Scheid, A. Geißler und U. Krause. »Experiments on the influence of pre-ignition turbulence on vented gas and dust explosions«. In: *Journal of Loss Prevention in the process Industries* 19 (2006), S. 194–199.
- [36] A.E. Dahoe, K. van der Nat, M. Braithwaite und B. Scarlett. »On the sensitivity of the maximum explosion pressure of a dust deflagration to turbulence«. In: *KONA Powder and Particle Journal* 19 (2001).
- [37] R. Amyotte, S. Chippett und M. Pegg. »Effects of turbulence on dust explosions«. In: *Progress in Energy and Combustion Science* 14 (1989), S. 293–310.
- [38] G. Zhen und W. Leuckel. »Effects of ignitors and turbulence on dust explosions«. In: *Journal of Loss Prevention in the Process Industries* 10.5-6 (1997), S. 317–324.
- [39] G. Zhen und W. Leuckel. »Determination of Dust-Dispersion-Induced Turbulence and its Influence on Dust Explosions«. In: *Combustion Science and Technology* 113-114 (1996), S. 629–639.
- [40] D. Castellanos, V. Carreto, T. Skjold, S. Yuan, P. Chaudhari, S. Mannan und C. Mashuga. »Construction of a 36 L dust explosion apparatus and turbulence flow field comparison with a standard 20L dust explosion vessel«. In: *Journal of Loss Prevention in the Process Industries* 55 (2018), S. 113–123.
- [41] K: Chatrathi. »Dust and hybrid explosibility in a 1 m<sup>3</sup> spherical chamber«. In: *Process Safety Progress* 13 (4 1994), S. 183–189.
- [42] J. Ren, C. Chang, G.g Rao, C. Bai, Q. Jing und X. Peng. »Experimental and numerical simulation study on the effect of ignition delay time on dust explosion in

- the 1 m<sup>3</sup> vessel«. In: *Journal of Loss Prevention in the Process Industries* 78.104801 (2022).
- [43] O. Kalejaiye, P. I. R. Amyotte, M. J. Pegg und K. L. Cashdollar. »Effectiveness of dust dispersion in the 20L-Siwiek chamber«. In: *Journal of Loss Prevention* 23 (2010), S. 46–59.
- [44] I. Khalili, O. Dufaud, M. Poupeau, N. Cuervo-Rodriguez und L. Perrin. »Ignition sensitivity of gas-vapor/dust hybrid mixtures«. In: *powder technology* 217 (2012), S. 199–206.
- [45] L. Britton und K. B. Harrison. »Minimum Explosible Concentrations of Mist and Dust Clouds«. In: *Process Safety Progress* 37.1 (2018), S. 4–17.
- [46] A. Denkevits und B. Hoess. »Hybrid H<sub>2</sub>/Al dust explosions in Siwiek sphere«. In: *Journal of Loss Prevention in the Process Industries* 36 (2015), S. 509–521.
- [47] S. Song, Y. Cheng, X. Meng, H. Ma und H. Dai. »Hybrid CH<sub>4</sub>/coal dust explosions in a 20-L spherical vessel«. In: *Process Safety and Environmental Protection* 122 (2019), S. 281–287.
- [48] Y. Wang, Y. Qi, X. Gan, B. Pei, X. Wen und W. Ji. »Influences of coal dust components on the explosibility of hybrid mixtures of methane and coal dust«. In: *Journal of Loss Prevention in the Process Industries* 67.104222 (2020).
- [49] W. Ji, X. Yan, H. Sun, X. Yu und J. Yu. »Comparative analysis of the explosibility of several different hybrid mixtures«. In: *Powder Technology* 325 (2018), S. 42–48.
- [50] M. Scheid, C. Kusche, V. Schröder und U. Barth. »Test on Suitability of the Ignition Source "Exploding Wire" for the Determination of Explosion Characteristics of Combustible Dusts in the 20-L-Sphere«. In: *Chemical Engineering Transactions* 31 (2013).
- [51] S. Spitzer. »Influence of the ignition source on the safety characteristics of hybrid mixtures«. Diss. Otto von Guericke Universität Magdeburg, 2023.

- [52] O. Dufaud, L. Perrin, M. Traore, S. Chazelet und D. Thomas. »Hybrid Mixtures Explosions: When Vapours met Dusts«. In: *ICHEME Symposium Series No. 153* (2007).
- [53] O. Dufaud, L. Perrin und M. Traore. »Dust/vapour explosions: Hybrid behaviours?«. In: *Journal of Loss Prevention in the Process Industries* 21 (2008), S. 481–484.
- [54] Z. Abbas, D. Gabel, A. Krietsch und D. Gabel. »Quasi-static dispersion of dusts for the determination of lower explosion limits of hybrid mixtures«. In: *Journal of Loss Prevention in the Process Industries* 74.104640 (2022).
- [55] R. Sanchirico, A. Di Benedetto, A. Garcia-Agreda und P. Russo. »Study of the severity of hybrid mixture explosions and comparison to pure dust-air and vapour-air explosions«. In: *Journal of Loss Prevention in the Process Industries* 24 (2011), S. 648–655.
- [56] A. Di Benedetto, A. Garcia-Agreda, P. Russo und R. Sanchirico. »Combined Effect of Ignition Energy and Initial Turbulence on the Explosion Behavior of Lean Gas/Dust-Air Mixtures«. In: *Industrial and Engineering Chemistry Research* 51 (2012), S. 7663–7670.
- [57] M. Portarapillo, R. Sanchirico und A. Di Benedetto. »Dust particles sedimentation in the 20 L standard vessel for dust explosion tests«. In: *Journal of Loss Prevention in the Process Industries* 83.105016 (2023).
- [58] B.g Du, W. Huang, L. Liu, T. Zhang, H.o Li, Y. Ren und H. Wang. »Visualization and analysis of dispersion process of combustible dust in a transparent siwek 20-L chamber«. In: *Journal of Loss Prevention in the process Industries* 33 (2015), S. 231–221.
- [59] J. Serrano, P. Pico, M. Amin, A. Pinilla, D. Torrado, C. Murillo, N. Bardin-Monnier, N. Ratkovich, F. Munoz und O. Dufaud. »Experimental and CFD-DEM study of the dispersion and combustion of wheat starch and carbon-black particles during the standard 20L sphere test«. In: *Journal of Loss Prevention in the Process Industries* 63.103995 (2020).

- [60] F. Tamanini. »The role of turbulence in dust explosions«. In: *Journal of Loss Prevention in the Process Industries* 11 (1998), S. 1–10.
- [61] A. Islas, A. Rodriguez Fernandez, C. Betegon, E. Martinez-Paneda und A. Pandal. »Computational assessment of biomass dust explosions in the 20L sphere«. In: *Journal of Loss Prevention in the Process Industries* 165 (2022), S. 791–814.
- [62] V. Di Sarli, P. Russo, R. Sanchirico und A. Di Benedetto. »CFD Simulations of the effect of dust diameter on the dispersion in the 20 l bomb«. In: *Chemical Engineering Transactions* 31 (2013), S. 727–732.
- [63] V. Di Sarli, R. Sanchirico, P. Russo und A. Di Benedetto. »CFD modeling and simulation of turbulent fluid flow and dust disperison in the 20-l explosion vessel equipped with the perforated annular nozzle«. In: 38 (2015), S. 204–213.
- [64] W. Cao, Q. Qin, W. Cao, Y. Lan, T. Chen, S. Xu und X. Cao. »Experimental and numerical studies on the explosion severities of coal dust/air mixtures in a 20l-spherical vessel«. In: *Powder Technology* 310 (2017), S. 17–23.
- [65] H. Li, J. Deng, X. Chen, C. Shu, C. Kuo und X. Hu. »Influence of ignition delay on explosion severities of the methane- coal particle hybrid mixture at elevated injection pressures«. In: *Powder Technology* 367 (2020), S. 860–876.
- [66] V. Di Sarli, P. Russo, R. Sanchirico und A. Di Benedetto. »CFD simulations of dust dispersion in the 20 L vessel: Effect of nominal dust concentration«. In: *Journal of Loss Prevention in the Process Industries* (2014).
- [67] A.r Klippel, M. Schmidt, O. Muecke und U. Krause. »Dust concentration measurements during filling of a silo and CFD modeling of filling processes regarding exceeding the lower explosion limit«. In: *Journal of Loss Prevention in the process industries* 29 (2014), S. 122–137.
- [68] P. Kosinski, R. Nyheim, V. Asokan und T. Skjold. »Explosions of carbon black and propane hybrid mixtures«. In: *Journal of Loss Prevention in the Process Industries* 26 (2013), S. 45–51.

- [69] M. N. Hossain, P. Amyotte, M. Abuswer, A. Dastidar, F. Khan, R. Eckhoff und Y. Chunmiao. »Influence of Liquid and Vapourized Solvents on Explosibility of Pharmaceutical Excipient Dusts«. In: *Process Safety Progress* 33.4 (2014).
- [70] El-Zahlanieh. »Lifting the fog off fuel mist explosions: An new procedure to determine the ignitability and explosivity of mist releases«. Diss. Universite de lorraine, 4. Nov. 2022.
- [71] S. El-Zahlanieh, S. Sivabalan, I. Souza dos Santos, B. Tribouilloy, D. Brunello, A. Vignes und O. Dufaud. »A step toward lifting the fog of mist explosions: Comparative study of three fuels«. In: *Journal of Loss Prevention in the Process Industries* 74.104656 (2022).
- [72] S. El-Zahlanieh, I. Dos Santos, D. Brunello, B. Tribouilloy, C. Blanchard, C. Koenig, A. Vignes und O. Dufaud. »Mist Can Explode, but Still No Standard! Proposal of a Combustible Sprays Test Method«. In: *Chemical Engineering Transactions* 90 (2022), S. 79–84.
- [73] DIN EN ISO 1666. *Bestimmung des Feuchtegehaltes von Stärke mittels Wärmeschränkverfahren*. deutsch. EN ISO 1666. 1997.
- [74] P. Atkins und J. de Paula. *Atkins' physical chemistry*. 8 th. Oxford, University Press, 2006.
- [75] National Institut of Standards und Technology - U.S. Departement of commerce. *NIST-chemistry webbook*. 2022. URL: <https://webbook.nist.gov/chemistry/>.
- [76] Verein deutscher Ingenieure. *VDI-Wärmeatlas*. Springer-Verlag, 2010.
- [77] S. H. Spitzer, E. Askar, A. Benke, C. Cloney, S. D'Hyon, O. Dufaud, Z. Dyduch, D. Gabel, P. Geoerg, V. Heilmann, V. Jankuj, W. Jian, U. Krause, A. Krietsch, M. Mynarz, F. Norman, J. Skrinsky, J. Taveau, A. Vignes, S. Zakel und S. Zhong. »1st international round robin test on safety characteristics of hybrid mixtures«. In: *Journal of Loss Prevention in the Process Industries* (2023).

- [78] Y. Ge, H.-H. Ma und L.-Q. Wang. »On the smoothing explosion pressure curves using Savitzky-Golay method«. In: *Journal of Loss Prevention in the Process Industries* 80.104929 (2022).
- [79] G. Merziger und T. Wirth. *Repetitorium der höheren Mathematik*. Hrsg. von Binomi Verlag. 5. 2006.
- [80] K. Bergmann. *Elektrische Meßtechnik*. Viewegs Fachbücher der Technik, 1993.
- [81] T. Krause, M. Meier und J. Brunzendorf. »Influence of thermal shock of piezoelectric pressure sensors on the measurement of explosion pressures«. In: *Journal of Loss Prevention in the Process Industries* 71.104523 ().
- [82] D. Surek und S. Stempin. *Technische Strömungsmechanik*. 2. Springer Vieweg, 2014.
- [83] H. Budzikiewicz und M. Schäfer. *Massenspektrometrie*. Wiley-VCH Verlag, 2012.
- [84] T. Allen. *Particle Size Measurement*. 5th. Bd. 1. Chapman und Hall, 1997.
- [85] Cesana AG. *Kalibrier-Ringversuch CaRo 13*. deutsch/english. 2018. URL: <http://www.cesana-ag.ch/Calibration.shtml>.
- [86] Chemsafe. 2022. URL: <https://www.chemsafe.ptb.de/>.
- [87] Cesana AG. *Kalibrier-Ringversuch CaRo13*. Schlussbericht. Adolf Kühner AG.
- [88] DIN EN 1893. *Bestimmung der Explosionsgrenzen von Gasen und Dämpfen und Bestimmung der Sauerstoffgrenzkonzentration (SGK) für brennbare Gase und Dämpfe*. 2017.
- [89] S. H. Spitzer, E. Askar, A. Benke, B. Janovsky, U. Krause und A. Krietsch. »Influence of pre-ignition pressure rise on safety characteristics of dusts and hybrid mixtures«. In: *Fuel* 311.122495 (2022).
- [90] S. Spitzer, E. Anskar, A. Krietsch und V. Schröder. »Comparative study on standardized ignition sources used for explosion testing«. In: *Journal of Loss Prevention* 71 (Juli 2021), S. 104516.
- [91] T. Skold. »Selected aspects of turbulence and combustion in 20-Litre Explosion vessels«. Magisterarb. Universität Bergen, 2003.



- [92] International Organization for Standardization. *Guide to the expression of uncertainty in measurement. ISO/IEC*. 2018.
- [93] K. Weise und W. Wöger. *Messunsicherheit und Messdatenauswertung*. Wiley-A John Wiley und Sons.Inc, 2005.
- [94] EURACHEM/CITAC. *Quantifying Uncertainty in Analytical Measurement*. 2. Eurachem, 2000.
- [95] DIN 1319-3. *Grundlagen der Meßtechnik- Teil 3: Auswertung von Messungen einer einzelnen Meßgröße, Meßunsicherheit*.
- [96] R. Siwek. »20l-Apparatur für die Bestimmung von Explosionskenngrößen brennbarer Stäube«. Diplomarbeit. Technikum Winterthur Ingenieurschule, 1977.
- [97] T. Luhmann. *Nahbereichsphotogrammetrie*. 3. Berlin: Wichmann, 2003.
- [98] S. Scharnowski und C. J. Kähler. »Particle image velocimetry- Classical operating rules from today's perspective«. In: *Optics and Lasers in Engineering* 135.106185 (2020). DOI: [doi.org/10.1016/j.optlaseng.2020.106185](https://doi.org/10.1016/j.optlaseng.2020.106185)..

# A. Anhang

## A.1. Konzentrationstabellen

Tabelle A.1.: Umrechnungstabelle Maisstärke 20l - 1 m<sup>3</sup>

Konzentration [g/m <sup>3</sup> ]	Masse [g]
30	0,6
60	1,2
125	2,5
250	5,0
500	10
750	15
1000	20
1250	25

Tabelle A.2.: Konzentrationstabelle Aceton

Konzentration [Vol.-%]	Masse [g]	Volumen [ml]	Konzentration [mol.-%]
100	48,3	61,1	
1,0	0,48	0,6	0,51
1,2	0,58	0,7	0,62
1,4	0,68	0,9	0,72
1,6	0,77	1,0	0,82
1,8	0,87	1,1	0,93
2,0	0,97	1,2	1,03
2,2	1,06	1,3	1,13
2,4	1,16	1,5	1,24
2,6	1,26	1,6	1,34
2,8	1,35	1,7	1,41
3,0	1,45	1,8	1,54
3,2	1,55	2,0	1,65
3,4	1,64	2,1	1,75
3,6	1,74	2,2	1,85
3,8	1,84	2,3	1,96
4,0	1,93	2,4	2,06
4,2	2,03	2,6	2,16
4,4	2,13	2,7	2,27

Tabelle A.3.: Konzentrationstabelle 2-Propanol

Konzentration [Vol.-%]	Masse [g]	Volumen [ml]	Konzentration [mol.-%]
100	49,96	64,1	
1,0	0,5	0,64	0,51
1,2	0,6	0,77	0,62
1,4	0,7	0,9	0,72
1,6	0,8	1,02	0,82
1,8	0,9	1,15	0,93
2,0	1,0	1,28	1,03
2,2	1,1	1,4	1,13
2,4	1,2	1,5	1,23
2,6	1,3	1,7	1,34
2,8	1,4	1,8	1,44
3,0	1,5	1,9	1,54
3,2	1,6	2,0	1,65
3,4	1,7	2,2	1,75
3,6	1,8	2,3	1,85
3,8	1,9	2,4	1,96
4,0	2,0	2,6	2,06
4,2	2,1	2,7	2,16
4,4	2,2	2,8	2,27

## A.2. Konzentrationsberechnungen

Berechnung des verfügbaren Sauerstoffs in der 20-l-Kugel bei 1 atm und 20°C :

$$V_{O_2} = V_K \cdot x(O_2 \text{ in Luft}) = 4,21 \text{ l} \quad (\text{A.1})$$

$$n(O_2) = \frac{V_{O_2}}{V_m} \approx 0,1754 \text{ mol } O_2 \quad (\text{A.2})$$

Zur Berechnung des Sauerstoffbedarfs ausgehend aus der Reaktionsgleichung (vgl. Gleichungen 2.2, 2.3) des jeweiligen Brennstoffs, werden für die Verbrennung von 1 mol Brennstoff  $a$  mol Sauerstoff benötigt:

$$n(O_2 \text{ Dampf}) = \frac{V_K \cdot c(\text{Dampf})}{V_m} \cdot a(\text{Verhältnis Brennstoff zu Sauerstoff}) = 0,081 \text{ mol } O_2 \quad (\text{A.3})$$

Sauerstoffbedarf für Maisstärke: Anhand der Reaktionsgleichung der Verbrennungsreaktion (vgl. Gleichung 2.1) wird für die Verbrennung von 1 mol Maisstärke 6 mol Sauerstoff benötigt. Die Stoffmenge bei der maximal verfügbaren Menge an Sauerstoff beträgt demnach:

$$n(\text{Maisstärke}) = \frac{n(O_2) - n(O_2 \text{ Dampf})}{a(\text{Maisstärke zu } O_2)} \quad (\text{A.4})$$

$$n(\text{Maisstärke}) = n(\text{Maisstärke}) \cdot M(\text{Maisstärke}) \approx 2,55 \text{ g}. \quad (\text{A.5})$$

Dies entspricht einer Masse an Maisstärke für eine vollständige Verbrennung von ca. 125 g/m<sup>3</sup> in der 20-l-Kugel unter der Näherung, dass 20 l Luft in der Kugel vorgelegt werden. Die Werte für die Maisstärke-Konzentrationen in Anwesenheit anderer Dämpfe und Dampfkonzentrationen sind in Tabelle A.4 dargestellt.

### **A.3. Messunsicherheitsbudgets**

**Unsicherheit Explosionsdruck**

Autor: Physikalisch-Technische Bundesanstalt

**Modellgleichung:**

$$p_{\text{ex}} = (((p_1 \cdot V_1) + (p_2 \cdot V_2)) / (V_1 + V_2)) + p_{\text{Zünder}} + p_{\text{pureExplosion}}$$

**Liste der Größen:**

Größe	Einheit	Definition
$p_{\text{ex}}$	bar	Explosionsdruck
$p_1$	bar	Vorevakuierungsdruck
$V_1$	m <sup>3</sup>	Volumen Sphäre
$p_2$	bar	Druck Staubtüte
$V_2$	m <sup>3</sup>	Volumen Staubtüte
$p_{\text{Zünder}}$	bar	Druckanstieg durch Zünder
$p_{\text{pureExplosion}}$	bar	Explosionsdruck verursacht durch Verbrennungsreaktion

**$p_1$ :** Typ B Rechteckverteilung  
Wert: 0.400 bar  
Halbbreite der Grenzen: 0.008 bar

**$V_1$ :** Typ A  
Methode der Beobachtung: Direkt  
Anzahl der Beobachtungen: 3

Nr.	Beobachtung
1	20.05 m <sup>3</sup>
2	19.9 m <sup>3</sup>
3	20 m <sup>3</sup>

Arithmetischer Mittelwert: 19.9833 m<sup>3</sup>  
Standardabweichung der Einzelbeobachtung: 0.076 m<sup>3</sup>  
Standardabweichung des Mittelwerts: 0.0441 m<sup>3</sup>

**$p_2$ :** Typ B Rechteckverteilung  
Wert: 21.3 bar  
Halbbreite der Grenzen: 0.0138 bar

**$V_2$ :** Typ A  
Methode der Beobachtung: Direkt  
Anzahl der Beobachtungen: 3

Nr.	Beobachtung
1	0.61 m <sup>3</sup>
2	0.58 m <sup>3</sup>
3	0.6 m <sup>3</sup>

Arithmetischer Mittelwert: 0.59667 m<sup>3</sup>  
Standardabweichung der Einzelbeobachtung: 0.015 m<sup>3</sup>  
Standardabweichung des Mittelwerts:  $8.82 \cdot 10^{-3}$  m<sup>3</sup>

**p<sub>Zünder</sub>:**

Typ A

Methode der Beobachtung: Direkt

Anzahl der Beobachtungen: 6

Nr.	Beobachtung
1	0.08 bar
2	0.39 bar
3	0.104 bar
4	0.206 bar
5	0.0916 bar
6	0.238 bar

Arithmetischer Mittelwert: 0.1849 bar

Standardabweichung der Einzelbeobachtung: 0.12 bar

Standardabweichung des Mittelwerts: 0.0488 bar

Nur bei 2x 1 kJ Zündern

**p<sub>pureExplosion</sub>:**

Typ B Rechteckverteilung

Wert: 9 bar

Halbbreite der Grenzen: 1.8 bar

Explosionsdruck ist Konzentrationsabhängig und wurde mit 20% abweichung geschätzt.

**Messunsicherheits-Budgets:****p<sub>ex</sub>:****Explosionsdruck**

Größe	Wert	Std.-Mess-unsicherheit	Verteilung	Sensitivitäts-koeffizient	Unsicherheitsbeitrag	Index
p <sub>1</sub>	0.40000 bar	4.62 · 10 <sup>-3</sup> bar	Rechteck	1.0	4.6 · 10 <sup>-3</sup> bar	0.0 %
V <sub>1</sub>	19.9833 m <sup>3</sup>	0.0441 m <sup>3</sup>	Normal	-0.032	-1.4 · 10 <sup>-3</sup> bar	0.0 %
p <sub>2</sub>	21.30000 bar	7.97 · 10 <sup>-3</sup> bar	Rechteck	0.030	240 · 10 <sup>-6</sup> bar	0.0 %
V <sub>2</sub>	0.59667 m <sup>3</sup>	8.82 · 10 <sup>-3</sup> m <sup>3</sup>	Normal	2.1	0.018 bar	0.0 %
p <sub>Zünder</sub>	0.1849 bar	0.0488 bar	Normal	1.0	0.049 bar	0.2 %
p <sub>pureExplosion</sub>	9.00 bar	1.04 bar	Rechteck	1.0	1.0 bar	99.7 %
p <sub>ex</sub>	10.82 bar	1.04 bar				

**Ergebnisse:**

Größe	Wert	Erw.-Mess-unsicherheit	Erweiterungsfaktor	Überdeckungswahrscheinlichkeit
p <sub>ex</sub>	10.8 bar	2.1 bar	2.00	95% (Normal)

## Messungssicherheit Kugel Staub

### Modellgleichung:

$$c = (m_{\text{einwaage}} - m_{\text{Rückwaage}}) \cdot (V_{\text{qm}} / V_K)$$

### Liste der Größen:

Größe	Einheit	Definition
c	g/m <sup>3</sup>	Ergebniss
m <sub>einwaage</sub>	g	Einwaage Staub
m <sub>Rückwaage</sub>	g	Rückwaage Staubschippe
V <sub>qm</sub>	l	Volumen m <sup>3</sup> -Behälter
V <sub>K</sub>	l	Volumen Kugel

**m<sub>einwaage</sub>:** Typ B Rechteckverteilung  
Wert: 20 g  
Halbbreite der Grenzen: 0.01 g

**m<sub>Rückwaage</sub>:** Typ B Rechteckverteilung  
Wert: 0.0001 g  
Halbbreite der Grenzen: 0.00000001 g

**V<sub>qm</sub>:** Konstante  
Wert: 1000 l

**V<sub>K</sub>:** Typ A  
Methode der Beobachtung: Direkt  
Anzahl der Beobachtungen: 3

Nr.	Beobachtung
1	20.05 l
2	19.9 l
3	20 l

Arithmetischer Mittelwert: 19.9833 l  
Standardabweichung der Einzelbeobachtung: 0.076 l  
Standardabweichung des Mittelwerts: 0.0441 l

### Messunsicherheits-Budgets:

**c:** **Ergebniss**

Größe	Wert	Std.-Mess-unsicherheit	Verteilung	Sensitivitäts-koeffizient	Unsicher-heitsbeitrag	Index
m <sub>einwaage</sub>	20.00000 g	$5.77 \cdot 10^{-3}$ g	Rechteck	50	0.29 g/m <sup>3</sup>	1.7 %
m <sub>Rückwaage</sub>	$100.00000 \cdot 10^{-6}$ g	$5.77 \cdot 10^{-9}$ g	Rechteck	-50	$-290 \cdot 10^{-9}$ g/m <sup>3</sup>	0.0 %
V <sub>qm</sub>	1000.0 l					
V <sub>K</sub>	19.9833 l	0.0441 l	Normal	-50	-2.2 g/m <sup>3</sup>	98.3 %
c	1000.83 g/m <sup>3</sup>	2.23 g/m <sup>3</sup>				



**Ergebnisse:**

Größe	Wert	Erw.-Mess-unsicherheit	Erweiterungsfaktor	Überdeckungswahrscheinlichkeit
c	1000.8 g/m <sup>3</sup>	4.5 g/m <sup>3</sup>	2.00	95% (Normal)

**Messunsicherheitsbudget (dp/dt)<sub>ex</sub>**

Autor: Physikalisch-Technische Bundesanstalt

Betrachtung der Messunsicherheiten bei der Bestimmung von (dp/dt)<sub>ex</sub> an der 20l-Kugel**Modellgleichung:**

$$dpdt = (p_{\text{pureExplosion}} + p_{\text{Zünder}} + (p_1 \cdot V_1 + p_2 \cdot V_2) / (V_1 + V_2)) / (t_{\text{gemessen}} + (\delta t_R + \delta t_{MV}) / 2)$$

**Liste der Größen:**

Größe	Einheit	Definition
dpdt	bar/s	zeitliche Druckanstiegsrate
$p_{\text{pureExplosion}}$	bar	Explosionsdruck verursacht durch Verbrennungsreaktion
$p_{\text{Zünder}}$	bar	Druckanstieg durch den Zünder
$p_1$	bar	Vorevakuierungsdruck
$V_1$	m <sup>3</sup>	Volumen Sphäre
$p_2$	bar	Druck Staubtüte
$V_2$	m <sup>3</sup>	Volumen Staubtüte
$t_{\text{gemessen}}$	s	Messzeit
$\delta t_R$	s	Schaltzeit Relais
$\delta t_{MV}$	s	Zeit bis zur Reaktion des Messverstärkers

$p_{\text{pureExplosion}}$ : Typ B Rechteckverteilung  
Wert: 9 bar  
Halbbreite der Grenzen: 1.8 bar

$p_{\text{Zünder}}$ : Typ A  
Methode der Beobachtung: Direkt  
Anzahl der Beobachtungen: 6

Nr.	Beobachtung
1	0.08 bar
2	0.39 bar
3	0.104 bar
4	0.206 bar
5	0.0916 bar
6	0.238 bar

Arithmetischer Mittelwert: 0.1849 bar  
Standardabweichung der Einzelbeobachtung: 0.12 bar  
Standardabweichung des Mittelwerts: 0.0488 bar

$p_1$ : Typ B Rechteckverteilung  
Wert: 0.4 bar  
Halbbreite der Grenzen: 0.008 bar

**V<sub>1</sub>:**

Typ A

Methode der Beobachtung: Direkt

Anzahl der Beobachtungen: 3

Nr.	Beobachtung
1	20.05 m <sup>3</sup>
2	19.9 m <sup>3</sup>
3	20 m <sup>3</sup>

Arithmetischer Mittelwert: 19.9833 m<sup>3</sup>Standardabweichung der Einzelbeobachtung: 0.076 m<sup>3</sup>Standardabweichung des Mittelwerts: 0.0441 m<sup>3</sup>**p<sub>2</sub>:**

Typ B Rechteckverteilung

Wert: 21.3 bar

Halbbreite der Grenzen: 0.0138 bar

**V<sub>2</sub>:**

Typ A

Methode der Beobachtung: Direkt

Anzahl der Beobachtungen: 3

Nr.	Beobachtung
1	0.61 m <sup>3</sup>
2	0.58 m <sup>3</sup>
3	0.6 m <sup>3</sup>

Arithmetischer Mittelwert: 0.59667 m<sup>3</sup>Standardabweichung der Einzelbeobachtung: 0.015 m<sup>3</sup>Standardabweichung des Mittelwerts: 8.82 · 10<sup>-3</sup> m<sup>3</sup>**t<sub>gemessen</sub>:**

Typ B Rechteckverteilung

Wert: 0.0125 s

Halbbreite der Grenzen: 0.0000007 s

Zeit von der Zündung bis zum maximalen Explosionsdruck- Ansprechzeit des Drucksensors ist in diesem Wert erhalten

**δt<sub>R</sub>:**

Typ B Rechteckverteilung

Wert: 0.000001 s

Halbbreite der Grenzen: 0.00000025 s

Halbbreite der Grenzen: Unsicherheitsgrenzen/2 Wegen Differenz kürzt sich Hauptwert raus

**δt<sub>MV</sub>:**

Typ B Rechteckverteilung

Wert: 0.000001 s

Halbbreite der Grenzen: 0.0000005 s

siehe Datenblatt: Wert der Grenzen halbieren Wegen Differenz kürzt sich Hauptwert raus

**Messunsicherheits-Budgets:****dpdt:** zeitliche Druckanstiegsrate

Größe	Wert	Std.-Mess-unsicherheit	Verteilung	Sensitivitäts-koeffizient	Unsicherheitsbeitrag	Index
$p_{\text{pureExplosion}}$	9.00 bar	1.04 bar	Rechteck	80	83 bar/s	99.0 %
$p_{\text{Zünder}}$	0.1849 bar	0.0488 bar	Normal	80	3.9 bar/s	0.2 %
$p_1$	0.40000 bar	$4.62 \cdot 10^{-3}$ bar	Rechteck	1600	7.4 bar/s	0.8 %
$V_1$	19.9833 m <sup>3</sup>	0.0441 m <sup>3</sup>	Normal	30	1.3 bar/s	0.0 %
$p_2$	21.30000 bar	$7.97 \cdot 10^{-3}$ bar	Rechteck	2.3	0.018 bar/s	0.0 %
$V_2$	0.59667 m <sup>3</sup>	$8.82 \cdot 10^{-3}$ m <sup>3</sup>	Normal	80	0.71 bar/s	0.0 %
$t_{\text{gemessen}}$	0.012500000 s	$404 \cdot 10^{-9}$ s	Rechteck	$-110 \cdot 10^3$	-0.046 bar/s	0.0 %
$\delta t_R$	$1.000 \cdot 10^{-6}$ s	$144 \cdot 10^{-9}$ s	Rechteck	-57000	$-8.2 \cdot 10^{-3}$ bar/s	0.0 %
$\delta t_{MV}$	$1.000 \cdot 10^{-6}$ s	$289 \cdot 10^{-9}$ s	Rechteck	-57000	-0.016 bar/s	0.0 %
dpdt	1423.6 bar/s	83.6 bar/s				

**Ergebnisse:**

Größe	Wert	Erw.-Mess-unsicherheit	Erweiterungsfaktor	Überdeckungswahrscheinlichkeit
dpdt	1420 bar/s	170 bar/s	2.00	95% (Normal)

**Unsicherheit Dampfkonzentration**

Autor: Physikalisch-Technische Bundesanstalt

$$c = (m/M \cdot V_m) \cdot (100/V_K)$$

**Modellgleichung:**

$$c = (m/M \cdot V_m) \cdot (100/V_K)$$

**Liste der Größen:**

Größe	Einheit	Definition
c	Vol.-%	Volumenanteil an Gesamtvolumen
m	g	Einwaage Flüssigkeit
M	g/mol	molare Masse
$V_m$	l/mol	Molvolumen Gase bei 20°C (24l)
$V_K$	l	Volumen Kugel

**m:** Typ B Rechteckverteilung  
Wert: 2 g  
Halbbreite der Grenzen: 0.0005 g

**M:** Konstante  
Wert: 60.1 g/mol

Molare Masse 2-Propanol

**$V_m$ :** Konstante  
Wert: 24 l/mol

**$V_K$ :** Typ A  
Methode der Beobachtung: Direkt  
Anzahl der Beobachtungen: 3

Nr.	Beobachtung
1	20.05 l
2	19.98 l
3	20 l

Arithmetischer Mittelwert: 20.0100 l  
Standardabweichung der Einzelbeobachtung: 0.036 l  
Standardabweichung des Mittelwerts: 0.0208 l

Durch Auslitern ermitteltes Volumen

**Messunsicherheits-Budgets:****c:                    Volumenanteil an Gesamtvolumen**

Größe	Wert	Std.-Mess-unsicherheit	Verteilung	Sensitivitäts-koeffizient	Unsicherheitsbeitrag	Index
m	2.000000 g	$289 \cdot 10^{-6}$ g	Rechteck	2.0	$580 \cdot 10^{-6}$ Vol.-%	1.9 %
M	60.1 g/mol					
$V_m$	24.0 l/mol					
$V_K$	20.0100 l	0.0208 l	Normal	-0.20	$-4.2 \cdot 10^{-3}$ Vol.-%	98.1 %
c	3.99135 Vol.-%	$4.19 \cdot 10^{-3}$ Vol.-%				

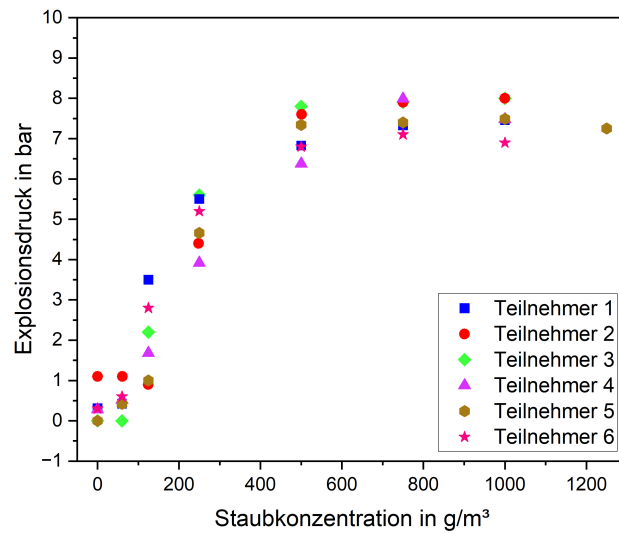
**Ergebnisse:**

Größe	Wert	Erw.-Mess-unsicherheit	Erweiterungsfaktor	Überdeckungswahrscheinlichkeit
c	3.9913 Vol.-%	$8.4 \cdot 10^{-3}$ Vol.-%	2.00	95% (Normal)

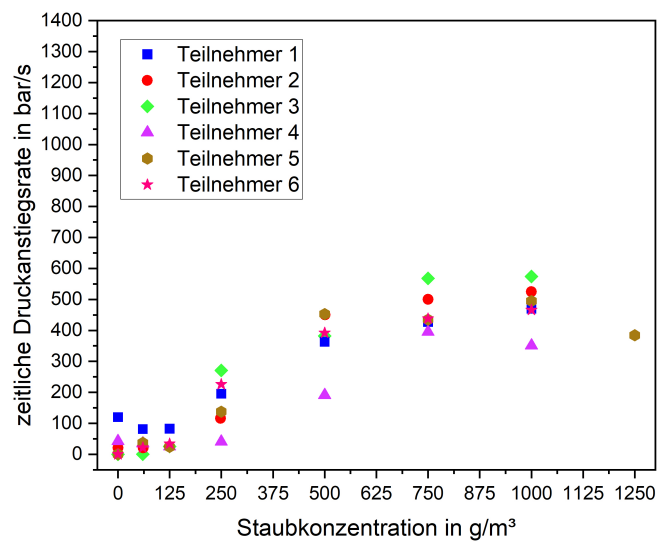
Tabelle A.4.: Berechnung der Menge an Maisstärke in Anwesenheit verschiedener Dampfkonzentrationen im Fall von vollständiger Verbrennung

Stoff	Sauerstoffbedarf [mol]	maximale Menge an Maisstärke [mol]	Masse pro 20l [g]	Masse pro 1 m <sup>3</sup> [g]
2-Propanol 2 Vol.-%	0,075	0,0167	2,71	135,6
2-Propanol 4 Vol.-%	0,015	0,0043	0,68	34,3
Aceton 2 Vol.-%	0,0667	0,0181	2,94	146,9
Aceton 4 Vol.-%	0,133	0,0070	1,14	56,84

#### A.4. Daten Ringvergleich aller Versuchsteilnehmer



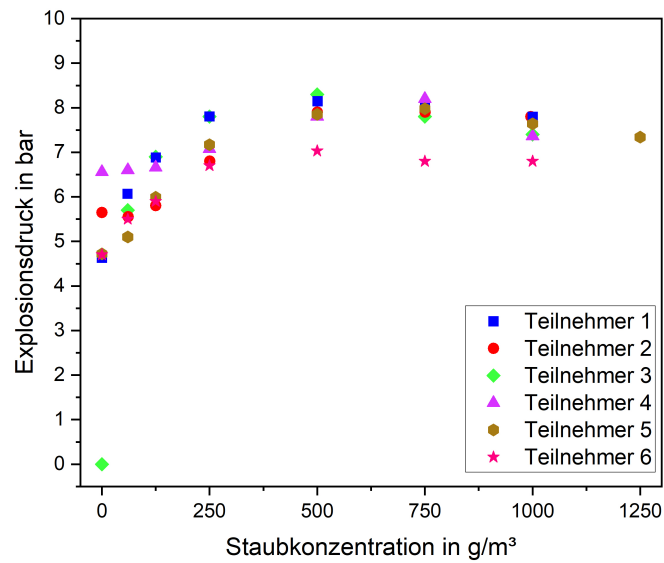
(a) Explosionsdruck



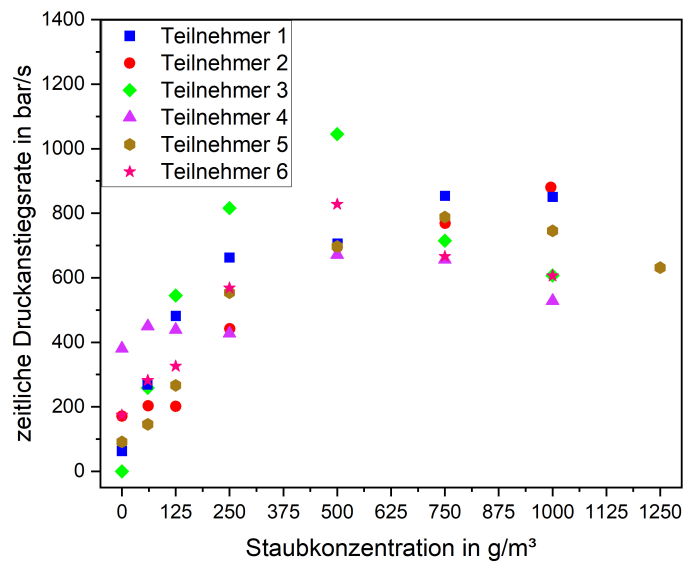
(b) Zeitliche Druckanstiegsrate

Abbildung A.1.: Ergebnisse der Einzelteilnehmer des Ringversuchs für hybride Staub-Dampf-Luft-Gemische bei 0 Vol.-% Dampfanteil



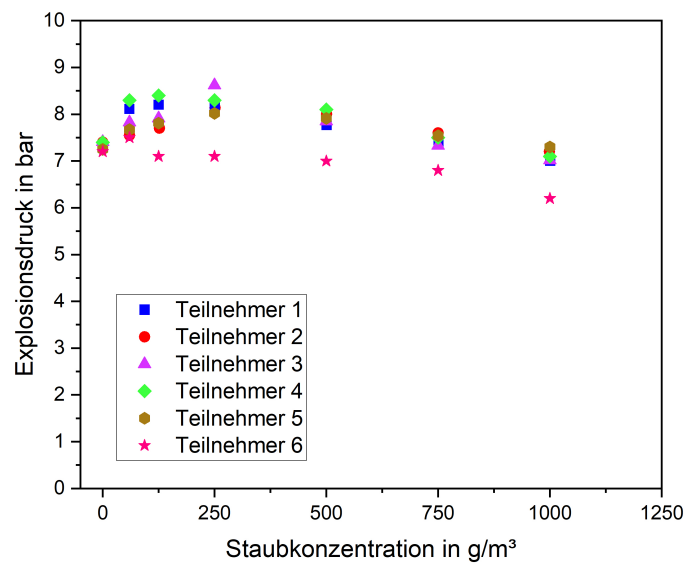


(a) Explosionsdruck

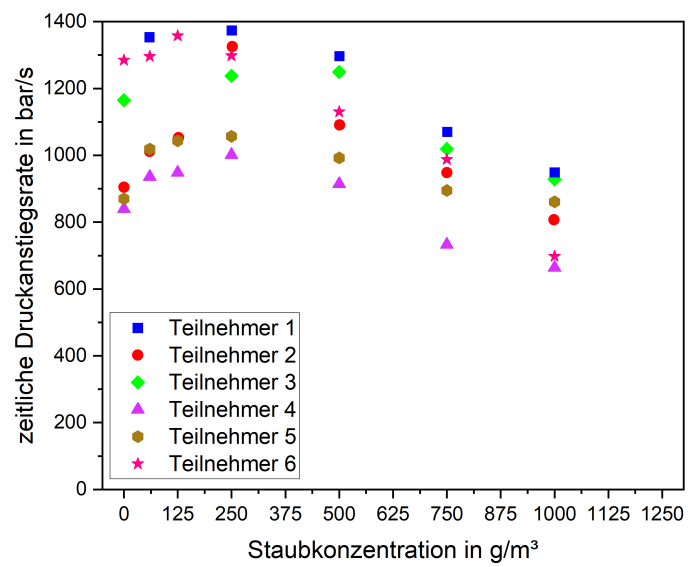


(b) Zeitliche Druckanstiegsrate

Abbildung A.2.: Ergebnisse der Einzelteilnehmer des Ringversuchs für hybride Staub-Dampf-Luft-Gemische bei 2 Vol.-% Dampfanteil



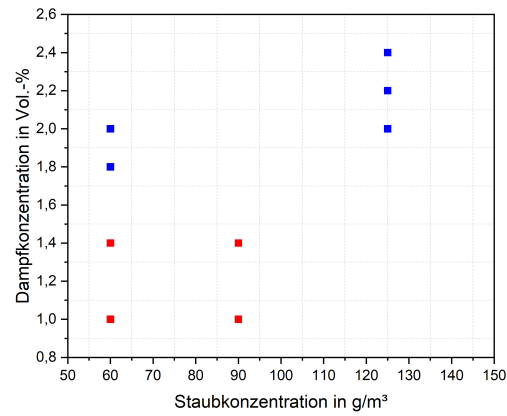
(a) Explosionsdruck



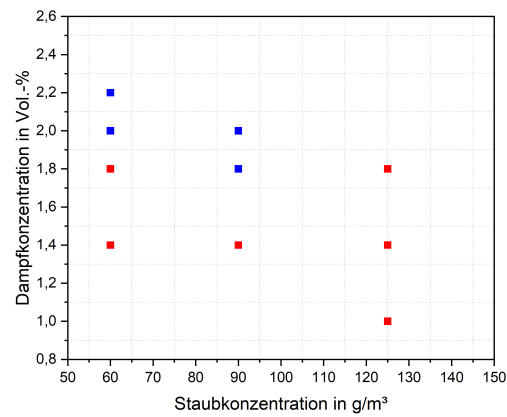
(b) Zeitliche Druckanstiegsrate

Abbildung A.3.: Ergebnisse der Einzelteilnehmer des Ringversuchs für hybride Staub-Dampf-Luft-Gemische bei 4 Vol.-% Dampfanteil

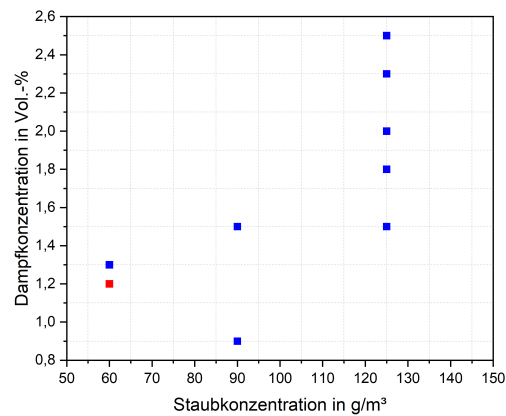
## **A.5. Daten UEG 100J**



(a) erste Zündercharge



(b) zweite Zündercharge



(c) dritte Zündercharge

Abbildung A.4.: Einzelergebnisse der Bestimmung der unteren Explosionsgrenze bei einer Zündenergie von 2x 100 J

## A.6. Mathematische Modellgleichungen zur Bildverarbeitung

Folgende mathematische Gleichungen wurden zur Bildanalyse verwendet.

Subtraktion von Bildern [97]:

$$C(x, y) = |A(x, y) - B(x, y)| \quad (\text{A.6})$$

Rauschreduzierung der Bilder auf Basis einer Faltung (Gleichung A.7) nach Gauß (Gleichung A.8)[97]:

$$S'(x, y) = \frac{1}{f} \sum_{i=-k}^k \sum_{j=-k}^k S(x-i, y-j) \cdot h(i, j) \quad (\text{A.7})$$

mit

$$f(x, y) = \frac{1}{2\pi\sigma^2} \exp\left(-\frac{x^2 + y^2}{2\sigma^2}\right) \quad (\text{A.8})$$

Die Bestimmung der Kreuzkorrelation als Bestandteil der OpenPIV-Analyse erfolgte nach Gleichung A.9 [98]:

$$I(a, b) = \frac{\sum_{x,y} (A'(x, y) \cdot B'(x+a, y+b))}{\sqrt{\sum_{x,y} A'^2(x, y) \cdot \sum_{x,y} B'^2(x, y)}} \quad (\text{A.9})$$

Die Berechnung der Geschwindigkeitsvektoren erfolgte nach Gleichung A.10[98]:

$$\vec{v} = \frac{1}{N} \cdot \frac{\Delta \vec{x}}{\Delta t} \quad (\text{A.10})$$

## Ehrenerklärung

Ich versichere hiermit, dass ich die vorliegende Arbeit vollständig ohne unzulässige Hilfe Dritter und ohne Benutzung anderer als der angegebenen Hilfsmittel angefertigt habe.

Alle verwendeten fremden und eigenen Quellen sind als solche kenntlich gemacht und im Falle einer Ko-Autorenschaft, insbesondere im Rahmen einer kumulativen Dissertation, ist der Eigenanteil richtig und vollständig ausgewiesen. Insbesondere habe ich nicht die Hilfe einer kommerziellen Promotionsberaterin/eines kommerziellen Promotionsberaters in Anspruch genommen. Dritte haben von mir weder unmittelbar noch mittelbar geldwerte Leistungen für Arbeiten erhalten, die im Zusammenhang mit dem Inhalt der vorgelegten Dissertation stehen.

Ich habe insbesondere nicht wissentlich:

- Ergebnisse erfunden oder widersprüchliche Ergebnisse verschwiegen,
- statistische Verfahren absichtlich missbraucht, um Daten in ungerechtfertigter Weise zu interpretieren,
- fremde Ergebnisse oder Veröffentlichungen plagiiert,
- fremde Forschungsergebnisse verzerrt wiedergegeben.

Mir ist bekannt, dass Verstöße gegen das Urheberrecht Unterlassungs- und Schadensersatzansprüche der Urheberin/des Urhebers sowie eine strafrechtliche Ahndung durch die Strafverfolgungsbehörden begründen können.

Ich erkläre mich damit einverstanden, dass die Dissertation ggf. mit Mitteln der elektronischen Datenverarbeitung auf Plagiate überprüft werden kann.

Die Arbeit wurde bisher weder im Inland noch im Ausland in gleicher oder ähnlicher Form als Dissertation eingereicht und ist als Ganzes auch noch nicht veröffentlicht.

Braunschweig, 23.12.2024

(Vanessa Heilmann )

## Danksagung

Ich möchte mich bei allen bedanken, die mich während der Anfertigung meiner Dissertation unterstützt haben. Zunächst möchte ich meinem Doktorvater Prof. Dr. Ulrich Krause vom Institut für Apparate- und Umwelttechnik der Otto-von-Guericke Universität Magdeburg für seine herausragende Unterstützung, wertvollen Einsichten und Ideen während des gesamten Forschungsprozesses danken. Seine Ermutigung war von unschätzbarem Wert für den erfolgreichen Abschluss dieser Arbeit. Ebenso danke ich der Physikalisch-Technischen Bundesanstalt und Dr. Michael Beyer für die Möglichkeit der Durchführung und Unterstützung dieser Arbeit.

Ein besonderer Dank gebührt auch meinen ehemaligen Kollegen, die mich während dieser Zeit unterstützt haben. Insbesondere Dr. Werner Hirsch, der mir die ersten Jahre zur Seite stand. Carsten Weihe, Mario Rösler und Michael Hau, die mich durch ihren fachlichen und menschlichen Support unterstützt haben. Katharina Dittler, mit der ich viel Zeit zur Automatisierung der Anlage verbracht habe, und Gerald Riesner und Thomas Stolz, die mir in Fachfragen stets zur Seite standen und mich im Labor motiviert haben. Dr. Lena Ruwe, Dr. Frank Stolpe und Dr. Dieter Gabel danke ich für die Diskussionen und die fachliche Unterstützung auf Konferenzen und beim Schreiben von Veröffentlichungen. Als Leiterin der Arbeitsgruppe möchte ich Dr. Sabine Zakel für ihre Unterstützung danken. Zusätzlich möchte ich mich noch für die herausragende Unterstützung aus dem Fachbereich 3.5. bedanken. Alle haben dazu beigetragen, die Herausforderungen zu meistern und meine Doktorandenzeit unvergesslich zu machen.

Meiner Familie danke ich von Herzen für ihre bedingungslose Unterstützung. Vor allem meine Eltern und mein Ehemann Robin haben immer an mich geglaubt und mich ständig motiviert. Meinem Mann danke ich zudem in besonderem Maße für die Geduld, die Aufmunterungen, die herzlichen Umarmungen und den nötigen Freiraum bei der Kinderbetreuung. Nur dadurch konnte ich diese Arbeit überhaupt erfolgreich abschließen. Auch meine Kinder Enno und Keno haben mich durch ihre kindlichen Fragen auf den richtigen Weg gebracht und dadurch tolle Anregungen geschaffen.

Letztlich möchte ich all jenen danken, die in irgendeiner Weise dazu beigetragen haben,

diese Arbeit zu ermöglichen. Ihre Beiträge waren von unschätzbarem Wert und haben maßgeblich dazu beigetragen, diesen Meilenstein zu erreichen.



## Publikationsliste

### Konferenzbeiträge

- V. Heilmann, T. Adeyemi, W. Hirsch, H. Großhans, S. Zakel, U. Krause (2020); Prenormative study on the safety characteristics of explosion protection for hybrid mixtures of dust and vapours, 13th International Symposium on Hazards, Prevention and Mitigation of Industrial Explosions (ISHPMIE), online.
- Stefan H. Spitzer, Enis Askar, Vanessa Heilmann, Olivier Dufaud et.al.(2022); 1st international round robin test on safety characteristics of hybrid mixtures, 14th International Symposium on Hazards, Prevention and Mitigation of Industrial Explosions (ISHPMIE), Braunschweig.
- V. Heilmann, S. Zakel, U. Krause (2023); Flow Conditions During the Formation of Hybrid Mixtures in the 20L-Sphere, 29th International Colloquium on the Dynamics of Explosions and Reactive Systems (ICDERS), Siheung (Südkorea).

### Zeitschriftenartikel

- V. Heilmann, S. Spitzer, O. Dufaud et. al. (2024); European Round Robin on Safety Characteristics of Hybrid Mixtures from Vapors and Dusts, Journal of Loss Prevention in the Process Industries, Volume 88, 2024, 105273, ISSN 0950-4230, <https://doi.org/10.1016/j.jlp.2024.105273>.
- V. Heilmann, S. Zakel, D. Gabel, U. Krause (2023); Influence of different ignition delay times on the pressure rise rate in hybrid mixture explosions in the 20-L sphere, Journal of Loss Prevention in the Process Industries, Volume 84, 2023, 105106, ISSN 0950-4230, <https://doi.org/10.1016/j.jlp.2023.105106>.
- Stefan H. Spitzer, Enis Askar, Vanessa Heilmann, Olivier Dufaud et.al.(2023); 1st international round robin test on safety characteristics of hybrid mixtures, Journal of Loss Prevention in the Process Industries, Volume 81, 2023, 104947, ISSN 0950-4230, <https://doi.org/10.1016/j.jlp.104947>.

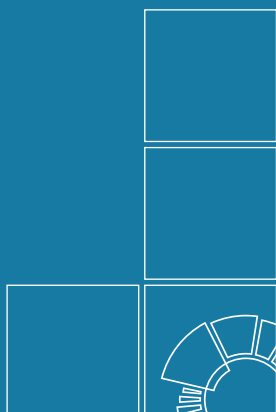
## **Vorträge ohne schriftliche Veröffentlichung**

- V.Heimann (2020); Safety characteristics of explosion protection for vapour/dust mixtures, 6. Doktoranden-Symposium der Abteilung 3 vom 13. bis 14.01.2020, Physikalisch-Technische Bundesanstalt, Braunschweig
- V.Heimann (2022); Safety Characteristics of explosion protection for hybrid mixtures, 7. Doktoranden-Symposium der Abteilung 3 vom 12. bis 13.01.2022, Physikalisch-Technische Bundesanstalt, Braunschweig
- V. Heilmann, S. Zakel, U. Krause (2022); Investigation of lower explosionlimit of hybrid mixtures in a 20 l sphere, 28th International Colloquium on the Dynamics of Explosions and Reactive Systems (ICDERS), Neapel (Italien).
- V. Heilmann, S. Zakel, U. Krause (2022); Influence of the pressure rise rate at different ignition delay times of hybrid mixtures in the 20 L-sphere, 14th International Symposium on Hazards, Prevention and Mitigation of Industrial Explosions (ISHPMIE), Braunschweig.
- S. Baxi, A. Islas, A. Rodriguez, S. Zakel, V. Heilmann et.al.(2022); Simulation of turbulence in the 20 l sphere for hybrid mixture explosions, 14th International Symposium on Hazards, Prevention and Mitigation of Industrial Explosions (ISHPMIE), Braunschweig.

## **Technische Spezifikation**

- DIN (Deutsches Institut für Normung e.V.). (2023). Bestimmungsverfahren für sicherheitstechnische Kenngrößen des Explosionsschutzes für hybride Stoffgemische – Dämpfe. E DIN/TS 31018 -2:2024-03





**Herausgeber:**

Physikalisch-Technische Bundesanstalt

ISNI: 0000 0001 2186 1887

Presse und Öffentlichkeitsarbeit

Bundesallee 100

38116 Braunschweig

Telefon: (05 31) 592-93 21

Telefax: (05 31) 592-92 92

[www.ptb.de](http://www.ptb.de)