

Ermittlung von Selbstentzündungstemperaturen

In der chemischen Industrie werden die meisten Feststoffe in Pulverform eingesetzt oder produziert. Diese Substanzen weisen große Oberflächen auf, an den schon bei Raumtemperatur Oxidationsprozesse ablaufen können. Aufgrund der schlechten Wärmeabfuhrleistung von Schüttungen kann sich der Stoff selbst erwärmen oder entzünden. In den entsprechenden Normen- und Regelwerken gilt eine um mehr als 60 K überschrittene Lagertemperatur als Selbstentzündung, andernfalls spricht man von einer Selbsterwärmung.

In der Regel wird die Selbstentzündungstemperatur durch mehrere isoperibole Warmlagerversuche (konstante Temperatur) bei verschiedenen Lagertemperaturen und Probengrößen bestimmt. Dieses Verfahren ist sehr zeitintensiv und mit einem großen Materialaufwand verbunden. Oftmals können uns unsere Kunden aber nur relativ wenig Material für die geforderten Untersuchungen zur Verfügung stellen.

Zur Zeit-, Kosten- und Materialeinsparung bieten wir unseren Kunden die Vorzüge einer adiabatischen Warmlagerung an. Hierbei wird die Probesubstanz in einen 400 ml-Drahtkorb gefüllt und zunächst für 24 Stunden isoperibol gelagert. Tritt in dieser Zeit keine Selbsterwärmung auf, wird die Ofentemperatur langsam erhöht. Es kann davon ausgegangen werden, dass zu jeder Zeit eine stationäre Temperaturverteilung in der Probe vorliegt. Sobald eine Probentemperatur registriert wird, die oberhalb der Ofentemperatur liegt, wird die Ofentemperatur der Probentemperatur nachgeregelt. Der Versuch läuft unter adiabatischen Bedingungen ab.

Abbildung 1 zeigt den in unserem Labor verwendeten Versuchsaufbau. Neben der Kerntemperatur der Probe werden auch die Temperaturen am Rand und in halber Entfernung vom Rand zur Mitte gemessen.

Ein typischer und kinetisch ausgewerteter Versuch ist in Abbildung 2 zu sehen. Die Probe wurde zunächst bei 50 °C getempert und anschließend 24 h bei 100 °C gelagert. Da keine Selbsterwärmung detektiert wurde, wird die Ofentemperatur mit 1 K/h erhöht. Bei einer Temperatur von etwa 152°C übersteigt die Probentemperatur die Ofentemperatur und es kommt zur Selbstentzündung.

Die Vorteile für unsere Kunden bei dieser Art der Versuchsdurchführung ist dass Sie auf Grund der adiabaten Versuchsdurchführung die Aktivierungsenergie E_A , den Arrhenius-Vorfaktor k_0 (aus der linearisierten Steigung des Temperaturanstiegs der Selbstentzündung) und die Temperaturleitfähigkeit a erhalten. Die geforderte Selbstentzündungstemperatur wird aus diesen Größen und der Probengeometrie nach der „Theorie der stationären Wärmeexplosion“ von D. A. Frank-Kamenetskii iterativ bestimmt

Im Gegensatz zu den isoperibolen Versuchen kann die Selbstentzündungstemperatur für größere Gebinde sofort ermittelt werden und muss nicht extrapoliert werden. Sie ergibt sich aus den erhaltenen Messgrößen unter Berücksichtigung der Gebindegeometrie ebenfalls iterativ. Hierbei wird im Gegensatz zur Extrapolation auch die Aktivierungsenergie berücksichtigt. Die berechneten Temperaturen sind wesentlich zuverlässiger, was für unsere Kunden einen großen Sicherheitsgewinn bedeutet

Falls wir Sie bei einer ähnlichen Fragestellung unterstützen können, sprechen Sie uns an. Unsere Experten helfen Ihnen gerne.

