

Widerstand von Staubschüttungen

Messverfahren und Einflussgrößen

K.-W. Stahmer, H.-J. Teske, M. Gerhold

Zusammenfassung Der elektrische Widerstand einer Staubschüttung ist eine wichtige Kenngröße im Explosionsschutz zur Bewertung von elektrostatischen Aufladungen als potenzielle Zündquellen. Um den Widerstand im Labor zu bestimmen, werden unterschiedliche Verfahren angewendet. Der Vergleich von drei Messzellen mit ausgewählten Standardstäuben zur Bestimmung des spezifischen elektrischen Widerstands von Staubschüttungen ergab gute Übereinstimmung zwischen der Rinnenmesszelle nach DIN EN 61241-2-2 und einer neuentwickelten konzentrischen Messzelle mit Ringelektroden. Die Streuung der Messwerte ist bedingt durch die stochastische Orientierung der Staubpartikel in der Messzelle. Bei der Stempelmesszelle nach IEC 93/TRBS 2153 ergibt sich als Folge des Elektrodengewichtes bei komprimierbaren Schüttungen ein systematischer Fehler, der eine Abweichung von den beiden anderen Verfahren um den Faktor 10 zur Folge haben kann. Der Einfluss der Luftfeuchtigkeit auf den spezifischen Widerstand während der Messung konnte in Langzeituntersuchungen eindeutig belegt werden. Die Kinetik dieser Prozesse ist abhängig von der Substratoberfläche des Staubes. Der zeitliche Verlauf des spezifischen Widerstands wird hierdurch maßgeblich beeinflusst. Messspannungen oberhalb von 100 V können chemische und physikalische Prozesse in der Staubschüttung auslösen, die eine Ausrichtung der Staubpartikel im elektrischen Feld bis hin zu einem Austrag bewirken.

Electrical resistance of dust in layers – measuring methods and factors

Abstract The electrical resistance of a layer of dust is an important parameter in explosion protection for the assessment of electrostatic charges as potential ignition sources. Different methods are used for measuring resistance in the laboratory. A comparison of three test cells with selected dust standards to determine the specific electrical resistance of dust in layers has yielded close concurrence between the channel test cell to DIN EN 61241-2-2 and a newly developed concentric test cell with ring electrodes. The scatter of the measured values is due to the stochastic orientation of the dust particles in the test cell. With the piston test cell to IEC 93/TRBS 2153, the weight of the electrode combined with compressible deposits gives rise to systematic error which can cause variation from the other two methods by a factor of 10. The effect of atmospheric humidity on specific resistance during measurement has been clearly demonstrated by long-time measurements. The kinetics of these processes depends on the substrate surface of the dust which has a considerable effect on the change in the specific resistance over time. Measurement voltages above 100 V can trigger chemical and physical processes in the dust layer that give rise to orientation of the dust particles in the electrical field and possibly even discharge.

Dr. rer. nat. Klaus-Werner Stahmer, Hans-Jörg Teske, Malte Gerhold,

Institut für Arbeitsschutz der Deutschen Gesetzlichen Unfallversicherung (IFA), Sankt Augustin.

1 Einführung

In der industriellen Fertigung, im Handwerk oder auch in der Forschung und Entwicklung werden häufig staubförmige Produkte hergestellt, verwendet oder im Verlauf von Herstellungsprozessen freigesetzt. Bei brennbaren Stäuben besteht die Gefahr, dass sich je nach Staubkonzentration und Volumen eine gefährliche explosionsfähige Atmosphäre (g. e. A.) bildet. Im Rahmen der Gefährdungsermittlung sind sowohl die Freisetzung der Stäube in der Luft am Arbeitsplatz als auch die Freisetzung in Anlagen und Anlagenbereichen sowie die Auswirkung möglicher betrieblicher Störungen zu betrachten. In einem zweiten Bewertungsschritt der Explosionsgefahren müssen die potenziellen Zündquellen und ihre Wirksamkeit bewertet werden. In Absaugleitungen, Fördersystemen, Mischern oder anderen Anlagenteilen können sich bewegte Staubschüttungen mit hohem spezifischem Widerstand elektrostatisch aufladen und bei ungenügender Ableitung der akkumulierten Ladungen Entladungsfunken auslösen. Eine Zündgefahr besteht auch im umgekehrten Fall für Staub mit geringem spezifischem Widerstand, der in elektrische Bauteile eindringt und hier einen Kurzschlussstrom bewirkt. Für beide Betrachtungen potenzieller Zündquellen ist das Wissen um die Größe des spezifischen elektrischen Widerstands zur Beurteilung des Risikos von größerer Bedeutung [1; 2].

2 Grundsätzliches zum elektrischen Widerstand in Stäuben

Wird an Probenmaterial eine äußere elektrische Spannung angelegt, werden Ladungsträger in der betrachteten Materie unter dem Einfluss des elektrischen Feldes gerichtet bewegt und transportieren damit elektrische Ladungen in der Zeiteinheit (Stromfluss). Die Stromstärke wird u. a. durch den elektrischen Widerstand des Materials begrenzt. Dieser ist abhängig von der angelegten Spannung, Länge und Querschnittsfläche des durchströmten Materials, aber auch von der spezifischen Beschaffenheit des Materials wie z. B. Kristallgitterstruktur, Art der Ladungsträger etc. In Festkörpern kann der Stromfluss durch freie Leitungselektronen oder durch bewegliche Ionen und Fehlstellen im Atomgitter erfolgen. In Flüssigkeit erfolgt der Ladungstransport in der Regel durch Ionen. Stäube bestehen im Kern aus fester Materie mit großer Oberfläche, häufig sogar poröser Struktur. Zusammensetzung und Struktur der Oberfläche sind in den meisten Fällen nicht identisch mit denen des Kernmaterials, sodass sich Unterschiede im spezifischen Widerstand der Staubschüttung im Vergleich zum homogenen Festkörpermaterial ergeben. Die Leitung des elektrischen Stroms kann durch das Kernmaterial, durch Kern- und Oberflächenmaterial, aber auch entlang der Oberfläche erfolgen. Theoretisch kann man zwischen spezifischem Oberflächenwiderstand und Substratwiderstand über das Kernmaterial differenzieren. Diese Trennung ist aber bei Staubschüttungen mess-

Tabelle 1. Einflussparameter von Staub und Messverfahren auf den spezifischen Widerstand.

Staubtypische Größen	Messverfahren	Sonstige
Chemische Zusammensetzung	Spannung, Feldstärke	Laborvorbehandlung des Staubes, z. B. Sieben, Mahlen
Korngrößenverteilung	Elektrodenabstände	Trocknung
Kornform und Oberfläche	Abschirmung	
Chemische Zusammensetzung der Oberfläche	Signalverstärkung	
Schüttdichte	Verwendete Materialien der Messzelle	
Materialfeuchte	Druck auf Staubschüttung	
	Temperatur	
	Zutritt von Außenluft	
	Klima (Raumluft)	

technisch nur schwer möglich und für die Praxis nicht relevant. Weiterhin können auf der Oberfläche der Staubpartikel Moleküle aus der umgebenden Luft oder aus Flüssigkeiten adsorbieren, sodass die Adsorbatphase eine zusätzliche Möglichkeit des Ladungstransportes ist. Allgemein gilt für den elektrischen Widerstand die folgende Beziehung:

$$R = \frac{U}{I} = \rho \cdot \frac{l}{A} \quad (1)$$

mit

R: Elektrischer Widerstand in Ω

U: Spannung in V

I: Stromstärke in A

ρ: spezifischer Widerstand in Ωcm

l: Abstand der Messelektroden in cm

A: Fläche der Messelektroden in cm²

Der spezifische Widerstand ρ eines Staubes ist aufgrund der oben erwähnten staubspezifischen Eigenschaften u. a. eine Funktion der angelegten Spannung, der Temperatur T, der Oberfläche und zahlreicher weiterer Parameter.

Grundsätzlich lassen sich die Einflussparameter bei der Bestimmung des elektrischen Widerstands einer Staubschüttung in zwei Kategorien unterteilen. Einerseits die staubtypischen Kennzahlen wie z. B. die Korngrößenverteilung, Porengröße und -form, Schüttdichte, Materialfeuchte, Oberflächenbeschaffenheit, chemische Zusammensetzung (Tabelle 1); diese sollten nach Möglichkeit durch die Probenahme und spätere Laboraufbereitung nicht verändert werden, damit die ermittelten Widerstandswerte direkt auf die Prozesssituation angewendet werden kann. Andererseits hat das Messverfahren selbst Einfluss auf die ermittelten Kennzahlen. Bei der Bestimmung des Durchgangswiderstands sind dies u. a. Bau und Konstruktion der Messzelle, die verwendeten elektrischen Feldstärken und das Klima.

3 Verfahren zur Bestimmung des spezifischen elektrischen Widerstands

Das Ziel normierter Laborverfahren ist es, mit hoher Präzision und Reproduzierbarkeit stoffspezifische Daten zu bestimmen. Dies ermöglicht den Vergleich unterschiedlicher Materialien unabhängig vom jeweiligen Analysenlabor. Dadurch

Tabelle 2. Daten der untersuchten Standardstäube unter Lagerbedingungen.

Bezeichnung	Korngröße, Median in µm	Restfeuchte in Masse-%	Schüttdichte in g/cm ³
Aluminiumoxid	< 10	0,8	1,41
Eisenstaub	< 10	0,2	2,95
Glasstrahlmittel	65	0,6	1,49
Kieselsäure (dispers)	17	5,6	0,24
Saccharose	450	0,2	0,89
XAD (Polystyrol)	> 500	1,8	0,39

können Stoffdaten in Datenbanken aufbereitet und Anwenden für die Gefährdungsbeurteilung zur Verfügung gestellt werden. Allerdings darf sich das Laborverfahren bei der Bestimmung sicherheitstechnischer Kennzahlen im Arbeitsschutz nicht allzu stark von den realen betrieblichen Gegebenheiten entfernen, damit die ermittelten Laborwerte auf die betriebliche Situation übertragen werden können.

Im deutschsprachigen Raum haben sich zwei Standardverfahren zur Bestimmung des Durchgangswiderstands etabliert. Das Verfahren nach DIN EN 61241-2-2 [3] ermittelt den elektrischen Widerstand eines Staubes in einer Schüttrinne (10 mm x 10 mm x 100 mm) mit einem Elektrodenabstand von 10 mm im Spannungsbereich von 110 bis 2 000 V. Etwas anders arbeitet das Verfahren auf der Grundlage der DIN IEC 60095 [4] und der Technischen Regel für Betriebssicherheit (TRBS) 2155 [5] mit zwei kreisförmigen Elektroden aus Edelstahl (Ø = 50 mm). Die Probe befindet sich vertikal zwischen den beiden Elektroden in einem Zylinder aus Isolationsmaterial. Die obere Elektrode hat die Form eines Zylinders von ca. 1 kg Masse und erzeugt einen reproduzierbaren Druck auf die Staubprobe. Neben der Spannung können auch unterschiedliche Staubhöhen eingestellt werden. Dieses Verfahren wurde ursprünglich zur Messung von festen Isolationsmaterialien entwickelt. Neben den beiden Standardverfahren wurde als drittes Verfahren in dieser Arbeit eine Messzelle verwendet, die aus drei Ringelektroden und einer mittleren Stabelektrode aufgebaut ist, wobei die untersuchte Staubschüttung nur durch die Ringelektroden begrenzt wird und keinen Kontakt zu anderen Isolatoroberflächen hat. Die Umrechnung des gemessenen elektrischen Widerstands in den spezifischen Widerstand für die Ringelektroden erfolgt mit Gl. 2 (Analogie: Zylinder-Kondensator).

$$R \cdot \frac{2 \cdot \pi \cdot l}{\ln(d_a/d_i)} = \rho \quad (2)$$

4 Vergleichende Betrachtung der Messverfahren

Die Messanordnung besteht aus dem Widerstandsmessgerät (Teraohmmeter M-1500 P, Fa. Sefelec) [6], den drei verschiedenen Messzellen und den Messleitungen mit Abschirmung. Das Teraohmmeter einschließlich der Messleitungen wurde vor Beginn der Messungen mit Normwiderständen von 100 TΩ, 1 TΩ, 1 GΩ und 1 MΩ kalibriert. Im Teraohmbereich liegen die bestimmten Abweichungen unterhalb von 5 % des Normwiderstands. Die Normwiderstände wurden ebenfalls zur regelmäßigen Überprüfung der Versuchsanordnung während der Messung verwendet.

Alle Messungen wurden bei Raumtemperatur im Bereich von 22 bis 24 °C und einer relativen Luftfeuchte von 50 bis 60 % durchgeführt. Es wurden sechs chemisch einheitliche Prüfstäube verwendet (Tabelle 2), die einen möglichst großen Widerstandsbereich abdecken. Die Stäube wurden in dicht verschlossenen Lagergefäßen aufbewahrt und für die Messung direkt daraus entnommen. Leitfähige Stäube wurden nicht untersucht. Pro Staub und Zelle wurden jeweils 18 Einzelwerte bestimmt. Nach jeder Messung wurde die Messzelle neu befüllt. Die Messspannung betrug bei dieser Untersuchung 1 000 V (Ausnahme Eisenstaub: 100 V); dadurch war es möglich, für Stäube mit Isolatoreigenschaften noch Widerstandswerte im Bereich von 200 TΩ zu bestimmen. Der Messwert wurde 500 s nach Anlegen der Messspannung abgelesen. Der Abstand der Elektroden betrug bei der Rinnen-

und konzentrischen Messzelle 1 cm, bei der Stempelzelle wurde ein Abstand von ca. 1 bis 1,5 cm eingestellt.

Der mittlere spezifische Widerstand der untersuchten Standardstäube liegt im Bereich von 10⁸ bis 10¹⁵ Ωcm (Bild 1, Tabelle 5). Die mittlere Streuung der Messwerte (Varianz) über alle Standardstäube beträgt für die konzentrische Messzelle 26 %, für die Stempelzelle 38 % und für die Rinnenmesszelle 33 %. Die Streuung der Messwerte wird verursacht durch das Ohmmeter einschließlich der Kabelzuführungen (ca. 2 bis 5 % nach Herstellerangaben), Veränderungen der Schüttung und Kornoberflächen während der Messung und durch die Konstruktion der Messzelle selbst.

Die charakteristischen Merkmale einer Messzelle zur Prüfung von Staubschüttungen sind die Abstände und die Oberflächen der Elektroden, die Homogenität des elektrischen

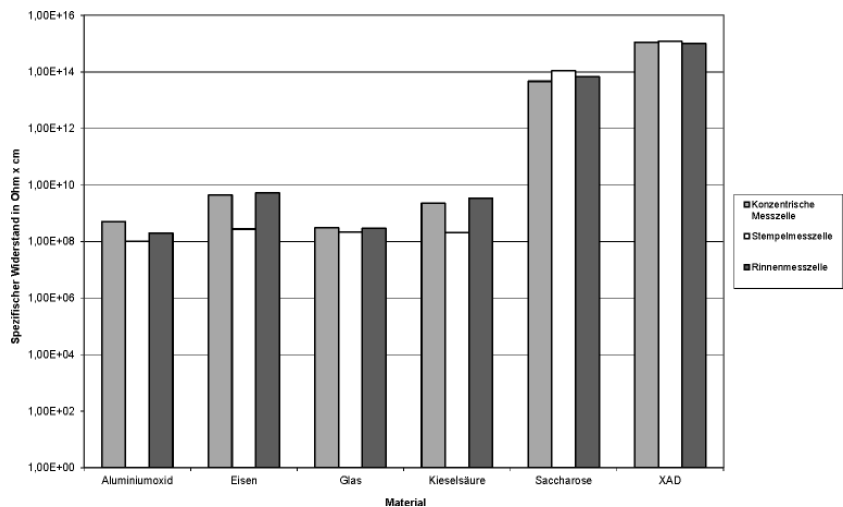


Bild 1. Übersicht über die spezifischen Widerstände der Standardstäube.

Tabelle 3. Mittelwerte, Standardabweichung und Variationskoeffizient des spezifischen Widerstands der Standardstäube.

		Konzentrische Messzelle	Stempelzelle	Rinnenmesszelle
Aluminiumoxid	x _{Mittel} in Ωcm	4,98E+08	9,99E+07	1,97E+08
	σ	1,33E+08	1,20E+07	4,01E+07
	v	0,27	0,12	0,20
Eisen	x _{Mittel} in Ωcm	4,40E+09	2,75E+08	5,26E+09
	σ	7,86E+08	1,62E+08	9,79E+08
	v	0,18	0,59	0,19
Glas	x _{Mittel} in Ωcm	3,03E+08	2,15E+08	2,92E+08
	σ	3,83E+07	4,60E+07	7,18E+07
	v	0,13	0,21	0,25
Kieselsäure	x _{Mittel} in Ωcm	2,23E+09	2,09E+08	3,39E+09
	σ	2,93E+08	3,46E+07	6,65E+08
	v	0,13	0,17	0,20
Saccharose	x _{Mittel} in Ωcm	4,62E+13	1,1E+14	6,73E+13
	σ	3,4E+13	1,17E+14	6,41E+13
	v	0,74	1,06	0,95
XAD	x _{Mittel} in Ωcm	1,11E+15	1,19E+15	1,02E+15
	σ	1,28E+14	1,54E+14	1,7E+14
	v	0,12	0,13	0,17
Mittlerer Variationskoeffizient		0,26	0,38	0,33

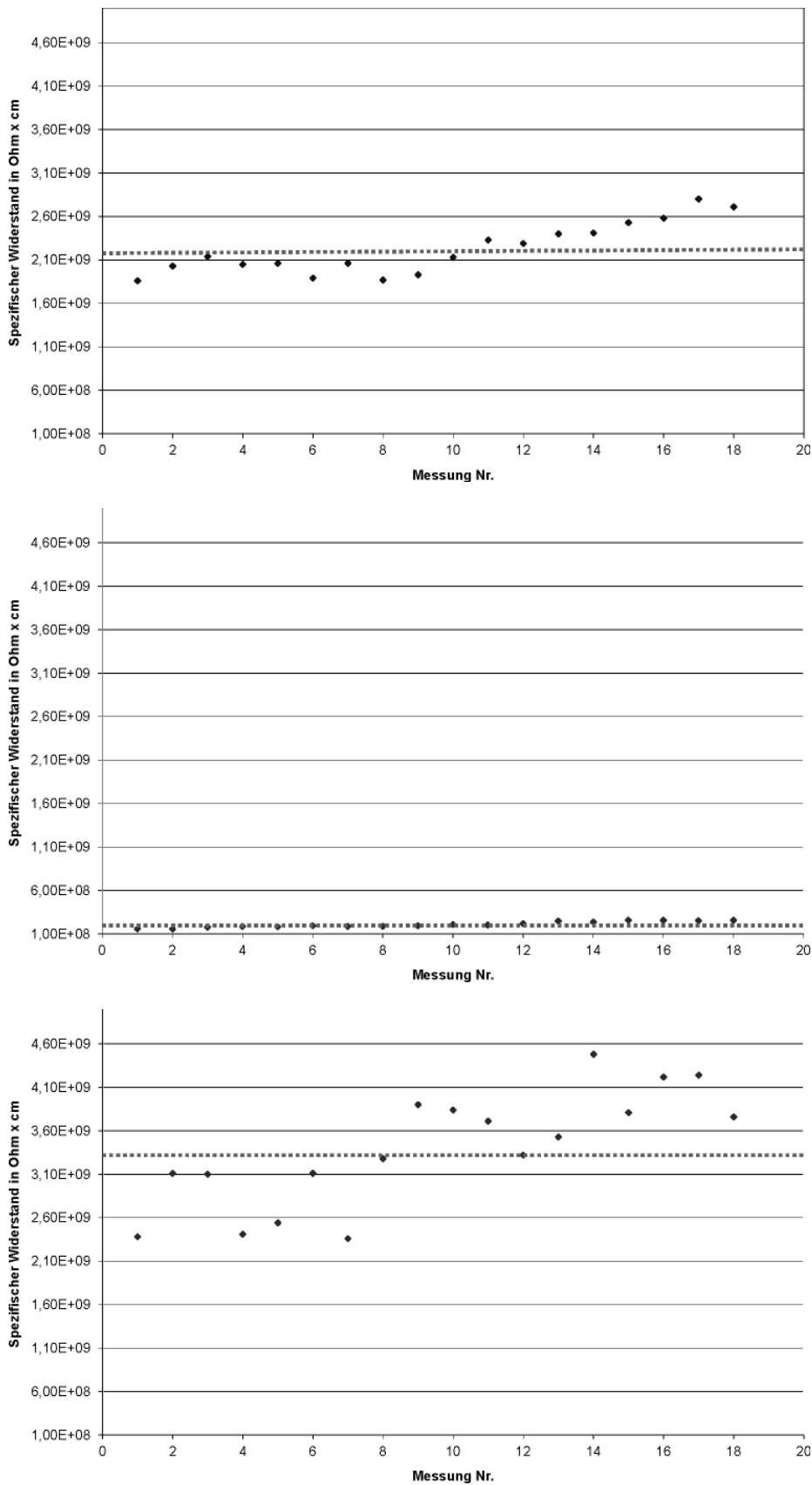


Bild 2. Darstellung der 18 Messwerte für Kieselsäure in den drei Messzellen; oben: konzentrische Messzelle, Mitte: Stempelmesszelle, unten: Rinnenmesszelle.

Feldes und die Reproduzierbarkeit der Schüttung. Zusätzlich können im Laboralltag sicherlich noch andere Aspekte von Bedeutung sein, wie z. B. Reinigung, mechanische Stabilität usw. Diese werden im Folgenden nicht betrachtet.

Für Aluminiumoxid, Eisen und Kieselsäure ergeben sich in der Stempel-messzelle um den Faktor ca. 10 niedrigere spezifische Widerstände als mit den beiden anderen Verfahren. Bei diesen Stäuben bewirkt der zusätzliche Druck durch das Eigengewicht der Stempелеlektrode (910 g) eine Verdichtung der Schüttung. Hierdurch werden innerhalb der Schüttung und zur Elektrodenoberfläche mehr Kontaktstellen erzeugt, die den spezifischen Widerstand verringern. Bei Schüttgütern, die sich unter Druck nur wenig verdichten lassen (Glasstrahlmittel, XAD, Saccharose), tritt dieser Effekt im Rahmen der Fehlergenauigkeit nicht auf.

Weiterhin besteht bei der Stempel-messzelle die Möglichkeit, dass feine Stäube zwischen die Stempелеlektrode und den begrenzenden Teflonzylinder gelangen. Hierdurch wird die stromdurchflossene Fläche verändert und als Folge der zusätzlichen Reibung variiert der Auflagedruck der Stempелеlektrode. Dieser Effekt wurde insbesondere beim Eisenstaub beobachtet (Tabelle 3).

Isolatoroberflächen als Begrenzung des Messraums sind besonders bei hochohmigen Staubschüttungen von Nachteil. Dabei ist in der Regel nicht das Isolatormaterial kritisch zu bewerten, sondern die Güte der Oberfläche und deren Vorbehandlung und Reinigung. Unter ungünstigen Bedingungen kann hierüber parallel ein konkurrierender Strom fließen und das Messergebnis verfälschen. Deshalb fordert DIN EN 61241-2-2, dass die Messobergrenze der Staubschüttung maximal 10 % des Widerstands der ungefüllten Messzelle (hier: Rinne) nicht überschreiten soll. Weiterhin können sich große Isolatoroberflächen durch wiederholte Füllprozesse elektrostatisch aufladen und durch Influenz in der Messelektrode einen geringfügigen Entladestrom induzieren, der sich bei der Bestimmung hoher spezifischer Widerstände störend auswirkt. Die elektrostatische Aufladung muss in jedem Fall

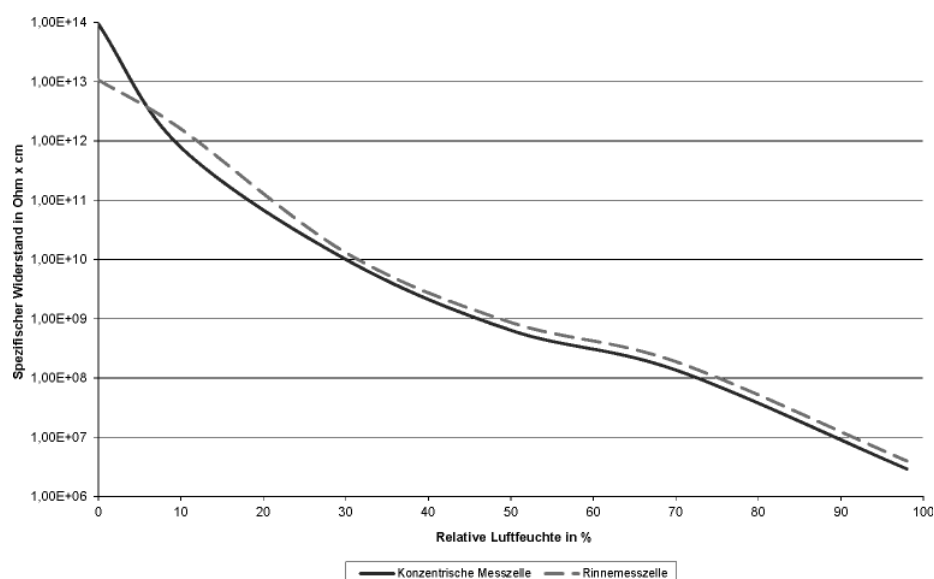


Bild 3. Spezifischer Widerstand von Kieselsäure bei unterschiedlichen relativen Luftfeuchten.

vor Beginn der Messung durch geeignete Verfahren von der Oberfläche entfernt werden.

Der Oberflächenwiderstand der Partikel wird beeinflusst durch den Oxidationsgrad der Oberfläche und durch adsorbierte Fremdstoffe. Hierzu zählen in erster Linie Wassermoleküle aus der Raumluft (siehe Abschnitt 5.1).

Auffällig ist, dass bei allen drei Verfahren die Saccharose die höchste Messwertstreuung von 100 % aufweist. Die Zahl der Kristallecken und -kanten mit Kontakt zur Elektrodenoberfläche und untereinander ist durch die grobkristalline Schüttung geringer und folgt einer stochastischen Verteilung mit hohen Schwankungsbreiten. Bei einer feinkristallinen Schüttung sind die Kontaktstellen im Mittel homogen verteilt und ergeben ein statistisch einheitliches Kollektiv. Zusätzlich treten im zeitlichen Verlauf des spezifischen Widerstands der Saccharose unregelmäßige Spitzen und Senken (Spikes) auf, die mit Ausnahme der XAD-Probe bei den anderen Proben nicht beobachtet wurden. Dies ist ebenfalls eine Folge der grobkörnigen Kristallstruktur. Auch der höhere Anpressdruck in der Stempelzelle verringert die Schwankungsbreite nicht.

Die Rinnenmesszelle und die konzentrische Messzelle zeigen gute Übereinstimmungen, wobei die Streuung der Messwerte bei der konzentrischen Messzelle um ca. 7 bis 10 % geringer ist (Bild 2). Der Unterschied der Stempelzelle zu den beiden anderen Verfahren wird auch durch eine Signifikanzanalyse nach *Kruskal-Wallis* bestätigt. Dieser systematische Fehler führt bei komprimierbaren Staubschüttungen zu Widerstandswerten, die nicht einer losen Schüttung entsprechen. Für bestimmte Fragestellungen im Betrieb kann dies eine sinnvolle Ergänzung sein (z. B. Filteranbackungen), führt aber bei Fragen zur elektrostatischen Aufladung bei Schütt- und Transportprozessen nicht zum richtigen Ergebnis.

Unter der Voraussetzung, dass am Tag der Messung die Stäube eine konstante Oberflächenbelegung mit Wasser und anderen Substanzen aus der Umgebungsluft besitzen, muss als primäre Ursache für die Streuung der Messwerte die Schüttung angesehen werden. Streng genommen ist die Schüttung kein intrinsischer Bestandteil der Messzelle, allerdings wird sie durch Aufbau, Konstruktion und Befüllung des Messraums vorgegeben. Dies wird durch den Ver-

gleich der Stempelzelle zu den anderen beiden Verfahren verdeutlicht (Bild 2). Der kleine Messraum in der Rinnenzelle und das Abstreifen des überschüssigen Gutes bewirkt eine Veränderung der Schüttung mit einer entsprechenden Erhöhung der Varianz. Eine Angabe von Widerstandswerten für Staubschüttungen auf Kommastellen genau ist daher nur eingeschränkt möglich. Hier würde sich eher eine Angabe der Messwerte in Zehnerpotenzen als Bandbreite anbieten.

5 Einflussfaktoren auf den Durchgangswiderstand

5.1 Luftfeuchtigkeit

Die Untersuchung wurde mit Kieselsäurestaub und XAD-Sorbens im Klimaschrank (Fa. Vötsch, Modell VC 4018) durchgeführt. Die zuvor getrockneten Staubproben (50 °C, Vakuum) wurden bei 25 °C durch offene Lagerung im Klimaschrank bei 10, 30, 50, 70 und 98 % relativer Luftfeuchte ins Feuchtegleichgewicht gebracht. Anschließend wurden die Staubproben in die konzentrische Messzelle bzw. in die Rinnenmesszelle eingefüllt und wieder einige Stunden bei der eingestellten Luftfeuchte gelagert. Parallel wurden 5 g Staubprobe offen im Klimaschrank mitgelagert. Die Gewichtszunahme in Masse-% gibt Auskunft über den Feuchtegehalt der Probe. Die Widerstandswerte wurden nach der Vorbehandlung aus jeweils sieben Einzelwertbestimmungen nach einer Messzeit von drei Minuten bestimmt. Eine messbare Änderung der Masse durch Feuchtigkeitsaufnahme konnte für XAD nicht beobachtet werden.

In den **Bildern 3 bis 5** sind die Ergebnisse aus den Messungen grafisch dargestellt. Für Kieselsäure ergibt sich im Bereich von 20 bis 70 % relativer Luftfeuchte eine Änderung des spezifischen Widerstandes um den Faktor 1 000. Oberhalb von ca. 5 % Masseanteil der Feuchtigkeit verlieren Kieselsäurestäube ihre Isolatoreigenschaften. Selbst das hydrophobe XAD verändert durch geringste Aufnahme von Feuchtigkeit seine Isolatoreigenschaft um den Faktor 10⁴.

Die polare Oberfläche der Kieselsäure adsorbiert den Dipol Wasser unter Freisetzung von Adsorptionswärme. Die oberflächlich adsorbierten Wasserdipole und die Ionen aus dem Kieselsäuresubstrat bilden einen molekularen inhomogenen Oberflächenfilm, der den elektrischen Widerstand verringert. Eine einfache Abschätzung unter der Annahme einer Kieselsäureoberfläche von 700 m²/g und eine monomolekulare Adsorption von Wassermolekülen ergibt bei 10 Gew.-% Feuchteanteil eine monomolekulare Belegung der Kieselsäureoberfläche von ca. 0,3 bzw. 30 % einer Monolage. Der spezifische Widerstand von destilliertem Wasser beträgt 18,2 x 10⁶ Ωcm. Dieser Wert kann allerdings nicht als Grenzwert für eine vollständige Bedeckung der Oberfläche mit Wassermolekülen angenommen werden, da durch gelöste Ionen aus der Substratoberfläche zusätzliche Ladungsträger gebildet werden. Es ist anzunehmen, dass Wasserdipole Kontaktstellen von Staubpartikeln im Gesamtgefüge überbrücken und somit zu einer Verringerung des spezifischen Widerstands der Gesamtschüttung führen [7]. Für

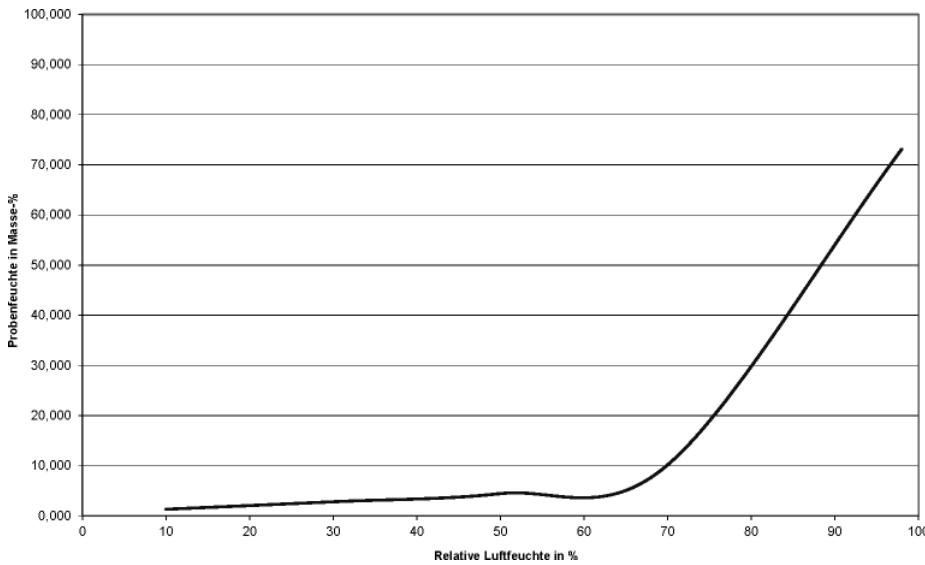


Bild 4: Probenfeuchte von Kieselsäure bei unterschiedlichen relativen Luftfeuchten.

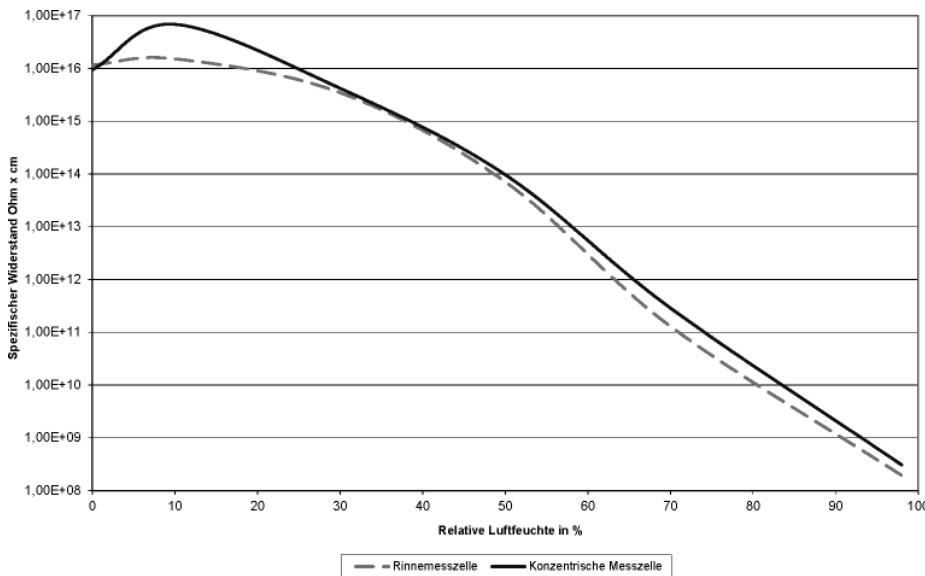


Bild 5. Spezifischer Widerstand von XAD bei unterschiedlichen relativen Luftfeuchten. Anmerkung: Bei XAD war keine Massenänderung nachweisbar.

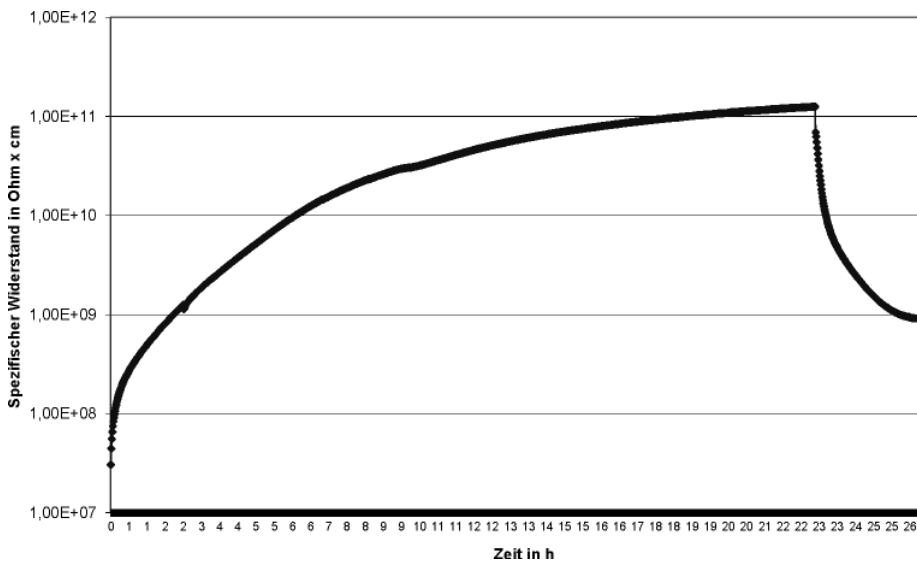


Bild 6. Zeitlicher Verlauf des spezifischen Widerstandes von Aluminiumoxid im Exsikkator in der konzentrischen Messzelle. Nach 23 h wurde die Messzelle der Raumluft ausgesetzt.

XAD konnte im Rahmen der Messgenauigkeit keine Zunahme der Masse beobachtet werden. Obwohl die Substratoberfläche deutlich geringer ist (ca. 30 m²/g), bewirken die adsorbierten Wassermoleküle eine Änderung des Widerstands im Hochohm-bereich. Hier reichen geringste Mengen von adsorbierten Wassermolekülen, um den Widerstand der Schüttung zu verringern.

Der Einfluss der Raumluftfeuchte auf den elektrischen Widerstand der Staubschüttung ist abhängig von Diffusionsprozessen, der Porosität der Staubpartikel und der chemischen Struktur der Kornoberfläche. Letztere bestimmt die Bindung und damit den Verlauf der Kinetik der Ad- und Desorption von Wasser. Um diese Prozesse im Labor nachstellen zu können, wurden Untersuchungen in einem geschlossenen Glasexsikkator durchgeführt. Nach frischer Befüllung mit Trockenperlen (AppliChem, SilicaGel Trockenperlen orange) wurde im Exsikkator eine relative Luftfeuchte von 3 bis 5 % bestimmt. Für die drei Messzellen wurde die Änderung des spezifischen Widerstands während der Lagerung im Exsikkator und danach an Raumluft aufgezeichnet. Die Raumtemperatur betrug 23 °C bei 45 % relativer Luftfeuchte. Die Aluminiumoxidschüttung in der konzentrischen Messzelle reagiert nach Herausnahme aus dem Exsikkator innerhalb von wenigen Minuten mit einer Abnahme des elektrischen Widerstands (Bild 6), obwohl die Messzone in der konzentrischen Messzelle durch 3 cm Aluminiumoxid (Median der Korngröße: 10 µm) vor Luftzutritt geschützt ist. Für das Glasstrahlmittel war die Einstellung des Gleichgewichtes in der konzentrischen Messzelle zeitlich so unmittelbar, dass Schwankungen der Luftfeuchte in der Raumluft direkt im Messsignal abgebildet wurden (Bild 7).

5.2 Einfluss der Schüttdichte auf den Durchgangswiderstand

Eine Verdichtung von Aluminiumoxid, Kieselsäure, Saccharose und Glas durch zusätzliches Rütteln und Stampfen in der konzentrischen Messzelle verändert den spezifischen Widerstand der Proben. Die ermittelten Widerstandswerte waren allerdings durch Strukturänderungen in der Staubschüttung und Zutritt von

Luftfeuchte uneinheitlich. Da Kieselsäurestaub die geringste Störung durch Luftfeuchte aufweist, war hier ein Vergleich der Dichtemessung mit der Widerstandsmessung am ehesten möglich.

In den **Bildern 8** und **9** sind der Verlauf der Dichte und des spezifischen Widerstands nach verschiedenen Verdichtungsprozessen dargestellt. Die größte Veränderung im spezifischen Widerstand von ca. 25 % entsprach der Dichteänderung nach 20-fachem Aufstampfen.

Um deutlichere Effekte zu erzielen, wurde mit einem speziellen Stempel in der konzentrischen Messzelle zusätzlicher Druck auf die Schüttung ausgeübt.

Die Abnahme des spezifischen Widerstands der Kieselsäure mit Zunahme des Druckes auf die Schüttung (**Bild 10**) bestätigt Ergebnisse aus früheren Arbeiten [7; 8]. Die Packungsdichte nimmt zu und damit auch die Zahl der Kontaktstellen zwischen Elektrodenoberfläche und Schüttung und auch innerhalb der Schüttung, sodass die Wahrscheinlichkeit für einen Stromfluss erhöht wird. Hierbei dürfte die Adsorption von Gas bzw. Wasserdipolen an den Staubpartikeln, insbesondere bei hochohmigen Stäuben, die primäre Ursache für den Stromfluss sein. Der Stempeldruck (910 g, $A = 20 \text{ cm}^2$) in der Stempelzelle entspricht 4 500 Pa. Durch diesen zusätzlichen Effekt wird der Bereich der Rüttel- bzw. Stampfdichte eindeutig verlassen.

5.3 Elektrische Feldstärke

Das elektrische Feld in der Messzelle ist gegeben durch die Messspannung und den Abstand der Messelektroden. Die Untersuchung von Staubschüttungen und Festkörpern wird in der Regel mit Gleichspannung durchgeführt. Als Messspannung gibt DIN EN 61241-2-2 Werte von 110 bis 2 000 V an. Bei der konzentrischen Messzelle und bei der Stempelzelle kann zusätzlich die Feldstärke durch Änderung des Elektrodenabstands variiert werden. Allgemein gilt, dass Messwerte, die bei höheren Spannungen ermittelt werden, eine geringere Streuung aufweisen. Bei Staubschüttungen sind allerdings zwei zusätzliche Effekte zu berücksichtigen.

Bei einigen Metall- oder metallhaltigen Stäuben kann es bei Überschreitung einer Grenzspannung zu einer plötzlichen Abnahme des spezifischen Widerstands kommen. Dieser Effekt ist in der Regel irreversibel, d. h. auch bei einer Verringerung der Messspannung bleibt der niedrigere spezifische Widerstand erhalten.

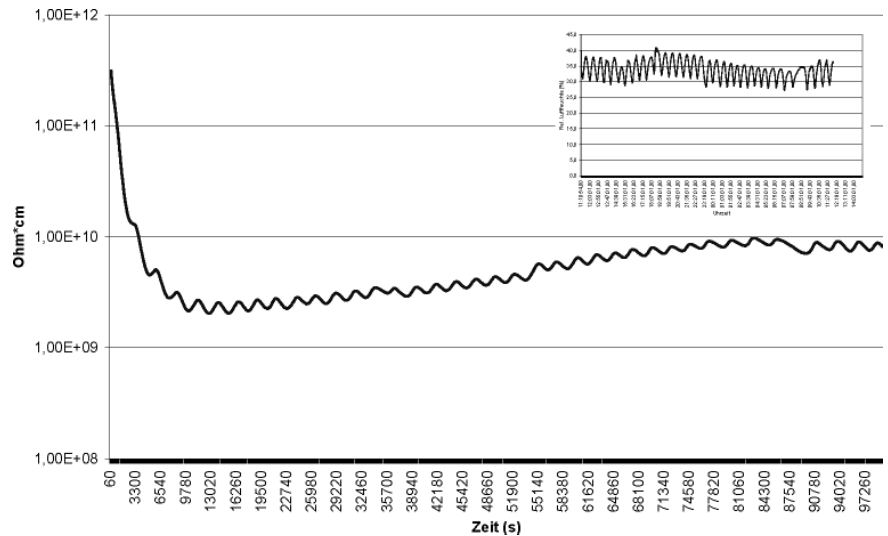


Bild 7. Spezifischer Widerstand von Glasstrahlmittel bei periodischer Schwankung der Luftfeuchte im Raumklima (kleines Bild).

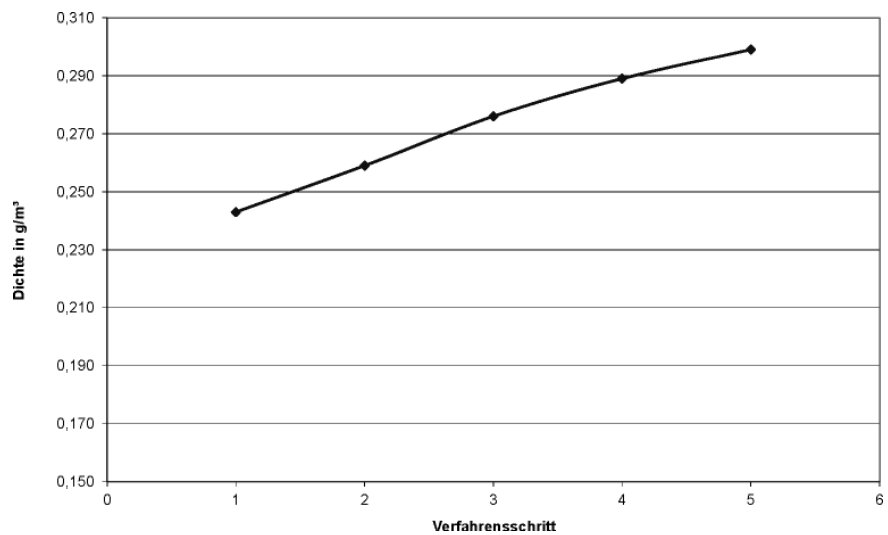


Bild 8. Änderung der Dichte von Kieselsäure, 1: lockere Schüttung, 2: 5-mal Stampfen der Messzelle, 3: 10-mal Stampfen, 4: 15-mal Stampfen, 5: 20-mal Stampfen.

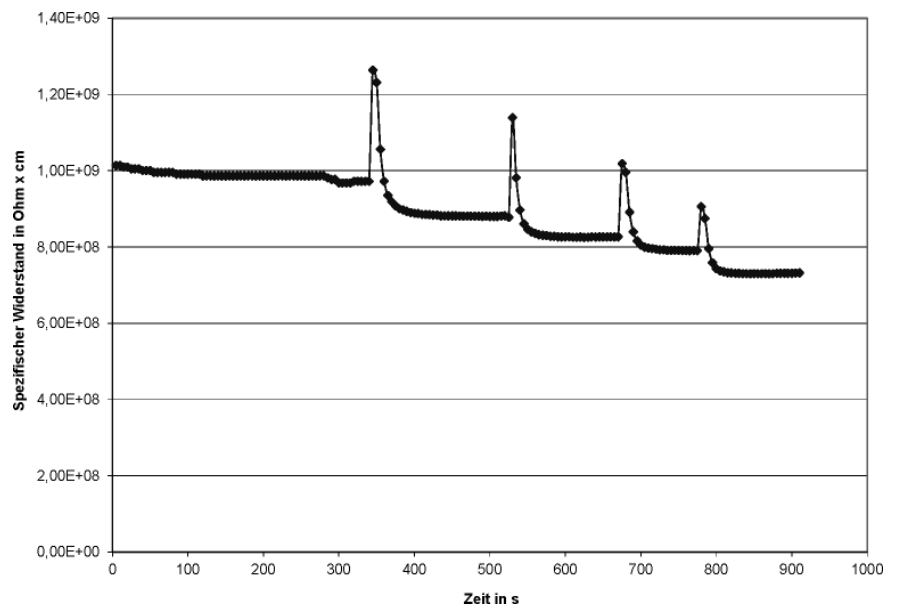


Bild 9. Spezifischer Widerstand von Kieselsäure nach den Verdichtungsprozessen aus Bild 8.

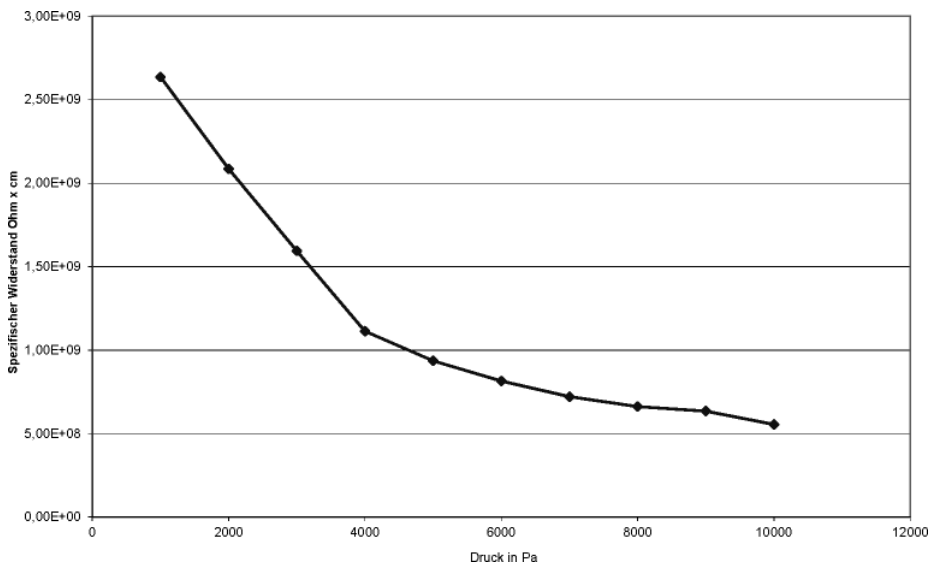


Bild 10. Spezifischer Widerstand von Kieselsäure in der konzentrischen Messzelle bei verschiedenen Drücken.

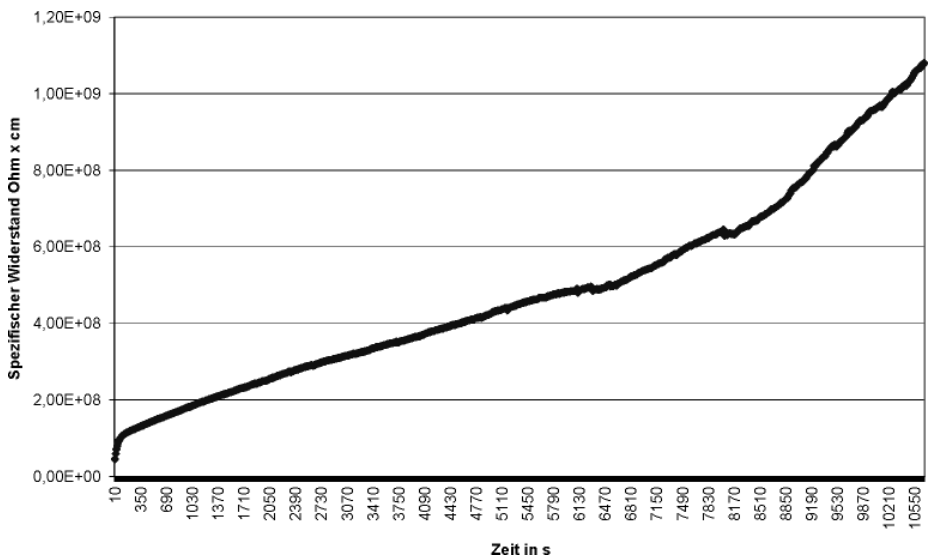


Bild 11. Auswurf von Aluminiumoxid in der Rinnenmesszelle bei 1 000 V Messspannung.

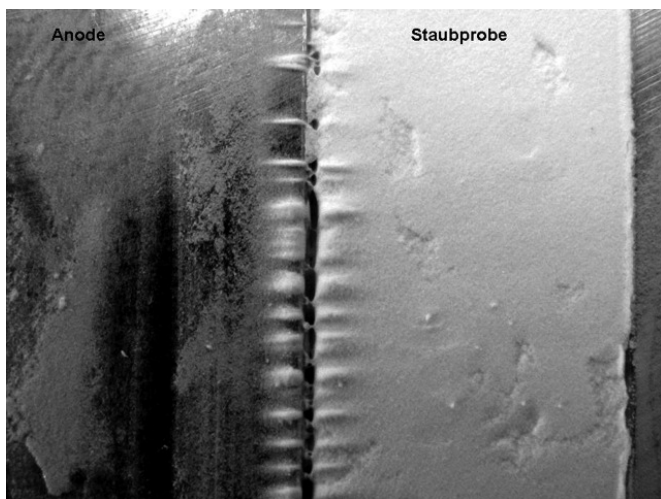


Bild 12. Auswurf von Aluminiumoxid in der Rinnenmesszelle bei 1 000 V Messspannung, links Metallelektrode, rechts Schüttung.

Solche Effekte konnten bei Aluminiumstäuben oder diversen Strahlstäuben beobachtet werden. Das außen angelegte elektrische Feld bewirkt innerhalb der Schüttung eine Ausrichtung der Staubpartikel. Der Stromfluss erfolgt dann über eine statistisch ausreichend hohe Anzahl an kleinen Strombrücken.

Dass im elektrischen Feld der Messzelle ausreichend Kraft auf die Staubpartikel wirkt, konnte in einem anderen Experiment mit Aluminiumoxid beobachtet werden. Im Verlauf einer Langzeitmessung in der Rinnenmesszelle über mehrere Stunden veränderte sich der spezifische Widerstand kontinuierlich, wobei der Kurvenverlauf nicht der üblich logarithmischen Ausprägung folgte (Bild 11). Optisch gut erkennbar war an der positiven Elektrode Staubmaterial aus der Messzelle ausgetragen worden, sodass sich der Kontakt Staub-Elektrodenoberfläche kontinuierlich verringerte (Bild 12).

Dieser Effekt konnte in den beiden anderen Messzellen aufgrund der Bauart nicht beobachtet werden. Allerdings lassen vergleichbare Kurvenverläufe im Widerstand-Zeit-Diagramm den Schluss zu, dass es in der konzentrischen Messzelle ebenfalls zu Umlagerungsprozessen gekommen ist.

Für Kieselsäure konnte bei 100 V in einer Langzeituntersuchung zwar kein Auswurf beobachtet werden, aber während der Messung bildete sich im unteren Teil der positiven Zentralelektrode Rost. Dies ist ein Hinweis auf chemische Transportvorgänge innerhalb der Kieselsäureschüttung als Folge der anstehenden Messspannung. Die chemische Reaktion konnte ebenfalls im Widerstand-Zeit-Diagramm beobachtet werden.

Hohe Messspannungen reduzieren zwar die Streuung der Messwerte, können aber physikalische und chemische Prozesse in der Schüttung auslösen. Insofern sind erhöhte Messspannungen nur dann sinnvoll, wenn in der betrieblichen Anwendung hierzu eine definierte Fragestellung besteht (z. B. Staub in elektrischen Schaltern, Motoren etc.).

6 Fazit

Der Vergleich der drei unterschiedlichen Messzellen mit ausgewählten Standardstäuben ergab gute Übereinstimmung zwischen der Rinnenmesszelle nach der Norm DIN EN 61241-2-2 und einer neuentwickelten konzentrischen Messzelle mit Ringelektroden. Die Streuung der Messwerte wird maßgeblich verursacht durch die zufällige Anordnung der Staubpartikel nach jedem Schüttvorgang. Bei der Stempelmeßzelle nach DIN IEC 60093/TRBS 2153 ergibt

sich als Folge des Elektrodengewichtes bei komprimierbaren Schüttungen ein systematischer Fehler, der eine Abweichung von den beiden anderen Verfahren um den Faktor 10 zur Folge haben kann.

Die Langzeituntersuchungen zum Einfluss von Luftfeuchtigkeit und Messspannung belegen, dass die eingestellten Parameter für die Prüfung von entscheidender Bedeutung sind und sorgfältig dokumentiert werden müssen.

Literatur

- [1] *Sugimoto, T.; Ishii, H.; Higashiyama, Y.*: Non contacting measurement of surface resistivity using Phi Type electrodes. In: Industry Applications Society (IAS) Annual Meeting, 5.-9. Oktober 2008, Edmonton, Alta. S. 1-6.
- [2] *Sugimoto, T.; Ishii, H.; Higashiyama, Y.*: Corona charging and current measurement using Phi-Type Corona electrodes. IEEE Transact. Ind. Applicat. 46 (2010) Nr. 3, S. 1175-1180.
- [3] DIN EN 61241-2-2: Elektrische Betriebsmittel zur Verwendung in Bereichen mit brennbarem Staub – Teil 2: Untersuchungsverfahren Hauptabschnitt 2: Verfahren zur Bestimmung des elektrischen Widerstandes von Staubschüttungen. Berlin: Beuth 1996.
- [4] DIN IEC 60093: Prüfverfahren für Elektroisierstoffe; Spezifischer Durchgangswiderstand und spezifischer Oberflächenwiderstand von festen, elektrisch isolierenden Werkstoffen. Berlin: Beuth 1993.
- [5] Technische Regel für Betriebssicherheit (TRBS) 2153: Vermeidung von Zündgefahren infolge elektrostatischer Aufladungen. GMBL (2009) Nr. 15/16, S. 278-326.
- [6] Gerätehandbuch Teraohm- und Picoamperemeter Typ M 1500 P. Hrsg.: Sefelec GmbH, Ottersweier 1998.
- [7] *Masuda, S.*: Einfluss von Temperatur und Feuchte auf die elektrische Leitfähigkeit hoch isolierender Stäube. Staub 25 (1965), S. 175-179.
- [8] *Lucas, J.*: Bestimmung des spezifischen elektrischen Widerstands mit einer speziellen Messzelle. TS (2011) Nr. 5, S. 33-36.