



# Diplomarbeit

## Sprüh- und Materialversuche für die Schlammeinbringung in einen PYROMARS-Röstreaktor

AUSGEFÜHRT ZUM ZWECKE DER ERLANGUNG DES AKADEMISCHEN GRADES EINES  
„DIPLOM-INGENIEUR“

UNTER DER LEITUNG VON

UNIV.PROF.I.R.DIPL.-ING.DR.TECHN. HERMANN HOFBAUER

INSTITUT FÜR VERFAHRENSTECHNIK, UMWELTECHNIK UND TECHNISCHE  
BIOWISSENSCHAFTEN

BETREUUNG:

DIPL.-ING. LUIS CORONADO, MBA

ING. DANIEL FUSSEK

VON

DAVID WAGNER, BSc

MATR.-Nr. 01526595

WIEN AM 5. AUGUST 2021

Ich nehme zur Kenntnis, dass ich zur Drucklegung dieser Arbeit nur mit Bewilligung der Prüfungskommission berechtigt bin.

## Eidesstattliche Erklärung

Ich erkläre an Eides statt, dass die vorliegende Arbeit nach den anerkannten Grundsätzen für wissenschaftliche Abhandlungen von mir selbstständig erstellt wurde. Alle verwendeten Hilfsmittel, insbesondere die zugrunde gelegte Literatur, sind in dieser Arbeit genannt und aufgelistet. Die aus den Quellen wörtlich entnommenen Stellen, sind als solche kenntlich gemacht. Das Thema dieser Arbeit wurde von mir bisher weder im In- noch Ausland einer Beurteilerin/einem Beurteiler zur Begutachtung in irgendeiner Form als Prüfungsarbeit vorgelegt. Diese Arbeit stimmt mit der von den Begutachterinnen/Begutachtern beurteilten Arbeit überein. Ich nehme zur Kenntnis, dass die vorgelegte Arbeit mit geeigneten und dem derzeitigen Stand der Technik entsprechenden Mitteln (Plagiat-Erkennungssoftware) elektronisch-technisch überprüft wird. Dies stellt einerseits sicher, dass bei der Erstellung der vorgelegten Arbeit die hohen Qualitätsvorgaben im Rahmen der geltenden Regeln zur Sicherung guter wissenschaftlicher Praxis „Code of Conduct“ an der TU Wien eingehalten wurden. Zum anderen werden durch einen Abgleich mit anderen studentischen Abschlussarbeiten Verletzungen meines persönlichen Urheberrechts vermieden.

Wien, 5. August 2021

---

Unterschrift

## Danksagung

Mein Dank gilt Dipl.-Ing.(FH) Stefan Mitterecker, Dipl.-Ing. Stefan Denk und Dipl.-Ing. Luis Coronado, MBA für die Ermöglichung einer praxis- und industrienahen Diplomarbeit in Kooperation mit der Andritz AG.

Für die firmenseitige Betreuung möchte ich mich ausdrücklich bei Herr Dipl.-Ing. Luis Coronado, MBA und Herr Ing. Daniel Fussek bedanken, welche mich stets und ohne Zögern bei den auftretenden Herausforderungen unterstützt und beraten haben.

Weiters gilt mein Dank Herrn Univ.Prof.i.R. Dipl.-Ing. Dr.techn. Hermann Hofbauer, welcher mit dem Institut für Verfahrenstechnik, Umwelttechnik und technische Biowissenschaften die Betreuung von der Seite der Technischen Universität Wien übernommen hat.

# Kurzfassung

Die Anforderungen der Industrie an Beizlinien und deren Säureregenerationsanlagen nehmen wegen des immer größer werdenden Umweltbewusstseins und dem Ziel der besseren Wirtschaftlichkeit zu. Durch das Vermischen von Zunder, Abwässern und Beizchemikalien im Metallverarbeitungsprozess entsteht Beizschlamm. Demnach besteht auch das Streben, diesen eisen-, chrom-, nickel- und fluoridhaltigen Schlamm wiederzuverwerten. Bereits praktizierende Aufbereitungsverfahren sind die Wirbelschichtröstung oder die Röstung mittels Drehrohr- oder Etagenofen, um dadurch Metalloxide in Pulverform zu gewinnen.

Das Vorhaben der Andritz AG ist es auch ein Röstverfahren mittels Sprühröstreaktor in die bereits etablierten PYROMARS Regenerationsanlagen zu integrieren. Demnach ist es Ziel dieser Diplomarbeit, die in der Literatur beschriebenen Eigenschaften von dem, in der Edelstahlverarbeitung anfallenden, Beizschlamm zusammenzufassen.

Weiters werden im Rahmen der Arbeit Sprühversuche im Labormaßstab durchgeführt und im Zuge dessen wird eine geeignete Feststoffkonzentration für eine optimale Schlamm-einbringung bestimmt.

Außerdem soll durch eine Analyse der zur Verfügung gestellten Beizschlamm- und Zunderprobe eine Vergleichbarkeit mit zukünftigen Proben hergestellt werden.

Für die industrielle Auslegung von Rührwerken ist die Kenntnis der Viskosität der eingesetzten Fluide unabdingbar. Demnach wird zusätzlich zu den Sprühversuchen und den Probenanalysen untersucht, ob mittels eines nachgestellten Kugelfallviskosimeters ein kostengünstiges und leicht durchführbares Verfahren zur Viskositätsbestimmung etabliert werden kann.

Die Ergebnisse der Arbeit zeigen, dass die Schlammeinbringung in den Sprühröstreaktor mit einer Feststoffkonzentration von bis zu 250 g/L unter Erzeugung eines stabilen Sprühbilds erfolgen kann.

Des Weiteren hat sich gezeigt, dass das Probenmaterial aufgrund seiner hohen Feststoffdichte von 3,34 g/cm<sup>3</sup> zum schnellen Absetzen im Sprühsystem neigt. Bei der industriellen Umsetzung ist dieses schnelle Absetzverhalten zu berücksichtigen.

Die Resultate der Viskositätsmessung machen ersichtlich, dass das nachgestellte Kugelfallviskosimeter zum Bestimmen einer ersten Größenordnung der dynamischen Viskosität eines Fluids geeignet ist. Jedoch ist die Ungenauigkeit des erhaltenen Ergebnisses für eine industrielle Rührwerksauslegung zu groß.

# Abstract

The demands of the industry on pickling lines and their acid regeneration plants are increasing due to the ever-growing environmental awareness and the goal of better economic efficiency. Pickling sludge is produced by mixing scale, wastewater and pickling chemicals in the metalworking process. Accordingly, there is also a drive to recycle this sludge, which contains iron, chromium, nickel and fluoride. Treatment processes already in practice include fluidized bed roasting or roasting by means of rotary kilns or deck furnaces, thereby recovering metal oxides in powder form.

The project of Andritz AG aims to integrate a roasting process by means of a spray roasting reactor into the already established PYROMARS regeneration plants. Accordingly, the aim of this diploma thesis is to summarize the properties of the pickling sludge produced in stainless steel processing as described in the literature.

Furthermore, spray tests are carried out on a laboratory scale in the course of which a suitable solids concentration for optimum sludge incorporation is determined.

In addition, an analysis of the pickling sludge and scale sample provided will establish comparability with future samples.

Knowledge of the viscosity of the fluids used is essential for the industrial design of agitators. Accordingly, in addition to the spray tests and the sample analysis, it is being investigated whether a cost-effective and easily feasible method for viscosity determination can be established by means of a replicated falling sphere viscometer.

The results of the work show that slurry introduction into the spray oil reactor can be carried out with a solids concentration of up to 250 g/L, while producing a stable spray pattern.

Furthermore, it has been shown that the sample material tends to settle rapidly in the spray system due to its high solid density of 3.34 g/cm<sup>3</sup>. This rapid settling behavior must be taken into account during industrial implementation.

The results of the viscosity measurement make it evident that the replicated falling sphere viscometer is suitable for determining an initial order of magnitude of the dynamic viscosity of a fluid. However, the inaccuracy of the result obtained is too high for an industrial agitator design.

# Inhaltsverzeichnis

<b>1</b>	<b>Einleitung, Problemstellung und Zielsetzung</b>	<b>1</b>
1.1	Übersicht Beizprozess . . . . .	1
1.2	Übersicht Beizlinien . . . . .	1
1.3	Übersicht Regenerationsanlagen . . . . .	2
1.3.1	PYROMARS Regenerationsanlage . . . . .	3
1.3.2	ZEMAP Anlage . . . . .	3
1.4	Problemstellung und Zielsetzung . . . . .	4
<b>2</b>	<b>Stand der Technik</b>	<b>5</b>
2.1	Beizschlamm: Übersicht, Charakterisierung und Behandlungsmöglichkeiten	5
2.1.1	Entstehung . . . . .	6
2.1.2	Chemische Zusammensetzung . . . . .	6
2.1.3	Physikalische und thermische Charakterisierung . . . . .	9
2.2	Schlammhandhabung . . . . .	12
2.2.1	Sedimentation . . . . .	14
2.2.1.1	Sinkgeschwindigkeit . . . . .	14
2.2.1.2	Sedimentationsgeschwindigkeit ohne Flockung . . . . .	17
2.2.1.3	Sedimentationsgeschwindigkeit mit Flockung . . . . .	17
2.2.1.4	Sedimenter und Lamellenklärer . . . . .	19
2.3	Schlammeinbringung mittels Zerstäuber . . . . .	21
2.3.1	Dimensionslose Kennzahlen in der Zerstäubungstechnik und laminarer Strahlenzerfall . . . . .	21
2.3.2	Flüssigkeitslamellen und deren Zerfall . . . . .	24
2.3.3	Tangential-Düsen . . . . .	27
<b>3</b>	<b>Schlammanalyse</b>	<b>30</b>
3.1	Aufgabenstellung und Zielsetzung . . . . .	30
3.2	Outokumpu Beizschlamm- und Zunderlieferung . . . . .	30
3.3	Analyse der Beizschlammprobe . . . . .	32
3.3.1	Bestimmung der Dichte . . . . .	32
3.3.2	Bestimmung der Partikelgrößenverteilung . . . . .	32
3.3.3	Trocknung und optische Analyse . . . . .	35
3.4	Analyse der Zunderprobe . . . . .	37
3.4.1	Trocknung . . . . .	37
3.4.2	Optische Analyse der Zunderprobe . . . . .	40
3.4.3	Herstellung einer repräsentativen Probe für die Sprühversuche . . . . .	42
3.5	Sprühversuche . . . . .	46
3.5.1	Versuchsaufbau Sprühversuche . . . . .	47
3.5.2	Versuchsdurchführung . . . . .	49
3.5.2.1	Sprühversuch 1 - 25 g/L Zunderkonzentration . . . . .	51
3.5.2.2	Sprühversuch 2 - 85 g/L Zunderkonzentration . . . . .	52
3.5.2.3	Sprühversuch 3 - 125 g/L Zunderkonzentration . . . . .	53

3.5.2.4	Sprühversuch 4 und 5 - 205 g/L Zunderkonzentration . .	53
3.5.2.5	Sprühversuch 6 - 255 g/L Zunderkonzentration . . . . .	57
3.5.2.6	Sprühversuch 7 - 300 g/L Zunderkonzentration . . . . .	58
3.5.2.7	Sprühversuch 8 - Ablagerungen im Düsenstock . . . . .	59
3.5.2.8	Sprühversuch 9 - 350 g/L Zunderkonzentration . . . . .	60
3.5.3	Zusammenfassung der Ergebnisse der Sprühversuche . . . . .	62
3.5.3.1	Begrenzte Sprühdauer . . . . .	63
3.5.3.2	Verwendetes Rührwerk . . . . .	63
3.5.3.3	Richtigkeit der Feststoffkonzentration und Verluste . . .	63
3.6	Bestimmung der Sedimentationsgeschwindigkeit . . . . .	64
3.6.1	Versuchsaufbau und Durchführung . . . . .	65
3.6.2	Ergebnisse des Sedimentationsversuchs . . . . .	67
3.7	Zunder-Dichtebestimmung . . . . .	69
3.7.1	Ermittlung der Zunderdichte . . . . .	70
3.7.2	Schüttdichte Zunder . . . . .	71
<b>4</b>	<b>Viskositätsmessung</b>	<b>74</b>
4.1	Aufgabenstellung . . . . .	74
4.2	Abbeize . . . . .	74
4.3	Dichtebestimmung Abbeize . . . . .	75
4.4	Ansätze für die Viskositätsmessung . . . . .	75
4.4.1	Ansatz A . . . . .	76
4.4.2	Ansatz B . . . . .	77
4.4.3	Ansatz C . . . . .	78
4.5	Versuchsaufbau und Durchführung . . . . .	78
4.5.1	Durchführung mit Wasser . . . . .	79
4.5.2	Auswertung Wasser - Partikeldurchmesser . . . . .	80
4.5.3	Auswertung Wasser - Charakteristische Länge . . . . .	82
4.5.4	Auswertung Aceton - Charakteristische Länge . . . . .	84
4.5.5	Auswertung Isopropanol - Charakteristische Länge . . . . .	86
4.5.6	Auswertung Abbeize - Charakteristische Länge . . . . .	88
4.6	Zusammenfassung der Ergebnisse der Viskositätsmessung . . . . .	89
<b>5</b>	<b>Ein Ausblick auf die Industrielle Umsetzung</b>	<b>92</b>
	<b>Literaturverzeichnis</b>	<b>95</b>
	<b>Abbildungsverzeichnis</b>	<b>99</b>
	<b>Tabellenverzeichnis</b>	<b>101</b>
	<b>Anhang</b>	<b>102</b>

# 1 Einleitung, Problemstellung und Zielsetzung

Um die Aufgabenstellung zu verdeutlichen, sollen zuerst die Grundlagen des Stahlbehandlungs-, Beiz-, und Regenerationsprozesses beschrieben werden, auf welchen die Produkte und Anlagen der Andritz AG Sparte Metals basieren.

## 1.1 Übersicht Beizprozess

Der Beizprozess ist ein chemisches Metalloberflächenbehandlungsverfahren und wird genutzt, um die am Stahlband vorhandene Zunderoxidschicht, Rost, andere durch Korrosion entstandenen Schichten, aber auch einen geringen Anteil der Metalloberfläche zu entfernen. Als Zunder bezeichnet man Metalloxide, welche bei erhöhter Temperatur durch die Reaktion zwischen Metallen und Luftsauerstoff entstehen. [21]

Als Beizmedium werden in der Regel verdünnte Säuren verwendet, die Aufbringung des Mediums wird durch Tauchen oder Aufspritzen gewährleistet. Auch das Streichbeizverfahren mit entsprechenden Beizpasten findet in der Edelstahlverarbeitung Anwendung. Die Beizwirkung kann durch mechanische Behandlung, wie Strecken, Biegung oder durch elektrolytische Vorbearbeitung, verbessert werden. [21] [9]

Aktuell eingesetzte Beizverfahren für Edelstahl beruhen herkömmlich auf einer elektrolytischen Vorbeize mittels einer neutralen Lösung wie Natriumsulfat  $Na_2SO_4$ , gefolgt von einer Beizsektion mit chemischer Behandlung durch eine Mischung von Flußsäure  $HF$  und Salpetersäure  $HNO_3$ . Beim Beizen ist es unabdingbar, alle Parameter, unter anderem Säurekonzentration, Beizdauer und Temperatur, exakt einzuhalten, um unerwünschte Nebeneffekte wie Korngrenzenangriffe und interkristalline Korrosion zu unterbinden. [42] [9]

## 1.2 Übersicht Beizlinien

Zu Beginn wird das unbearbeitete Stahlband mittels eines oft automatisierten Bandtransportwagens zu den Abwickelmaschinen befördert, nach entsprechendem Abrollen wird das Stahlband in eine Abflachungs- und Glättungsvorrichtung gelenkt. Das abgeflachte Band wird anschließend durch Zentrierrollen auf die Mitte der Prozesslinie eingestellt und zu einem Laserschweißer weitertransportiert. Das Schweißgerät fügt das Ende und den Anfang des nachfolgenden Stahlbandes zusammen. Das zusammengefügte Produkt wird schleifenartig in ein Rollensystem weitergeleitet, um Bandgeschwindigkeitsunterschiede zwischen Eintritts- und Prozesssektion auszugleichen. Dadurch kann sicherge-



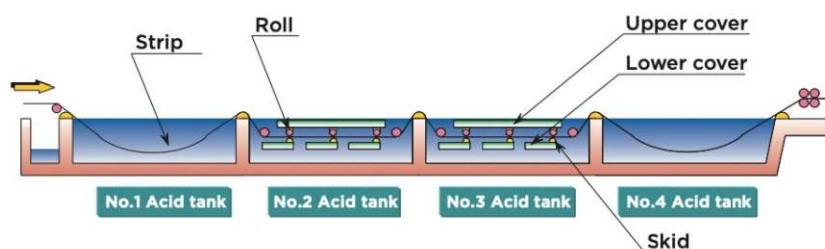


Abbildung 1: Schematische Darstellung der Beizsektion [27]

stellt werden, dass während die Enden zusammengeschweißt werden, die Prozesslinie mit einer konstanten Geschwindigkeit arbeiten kann. [2] [3]

Nach dem Eintrittsbereich wird das Stahlband in die Beizsektion geführt. Bei den meist verwendeten Säuren handelt es sich um Fluss- und Salpetersäure. Je nach Anforderung kann die Turbulenzbeize noch durch Sprühbeizabschnitte verbessert werden. Die für den Beizprozess wesentlichen Parameter wie Temperatur, Bandgeschwindigkeit und Säurekonzentration, sind von dem Ausgangszustand des Stahlbandes abhängig. Die vorgewärmte Säure wird mittels Düsen in den Beiztank, durch welchen das Stahlband läuft, eingebracht. Durch richtige Dimensionierung der Düsen entsteht im Beiztank ein turbulentes Strömungsfeld, welches gewährleistet, dass das Band durchgehend mit frischer Beize in Kontakt tritt. Nach dem Beizen wird das Produkt in einer Spüle von Restsäure befreit und anschließend in einem Lufttrockner getrocknet.[2] [3]

Eine mögliche schematische Darstellung der Beizbottiche ist in Abbildung 1 zu sehen. Weiter wird das Band in ein Dressiergerüst geleitet, in welchem Oberflächeneigenschaften wie Rauheit und Banddicke eingestellt werden. Je nach Ausführung der Beizlinie können als weitere Teile der Prozesskette eine Verzinkungssektion mit einem zusätzlichen Dressierwalzwerk oder ein Bandspeicher, um Wartungs- und Inspektionszeiten zu überbrücken, folgen.[2] [3]

Das fertig bearbeitete Produkt wird in einem Qualitätsinspektionsstand überprüft und zum Oberflächenschutz eingeölt. Am Ende der Stahlbearbeitungslinie wird das Band zerteilt und durch Haspeln auf Rollen aufgewickelt.[2] [3]

### 1.3 Übersicht Regenerationsanlagen

In den Beizlinien fallen eine große Menge an Abfallsäure, kontaminiertes Industrierwasser und Beizschlamm an.[4] [3]

### 1.3.1 PYROMARS Regenerationsanlage

Die Abfallsäure wird in der PYROMARS Anlage (Pyrolytical Mixed Acid Recovery System) regeneriert und die beinhaltenden Metalle, wie Eisen, Chrom und Nickel, werden zurückgewonnen.[4] [3]

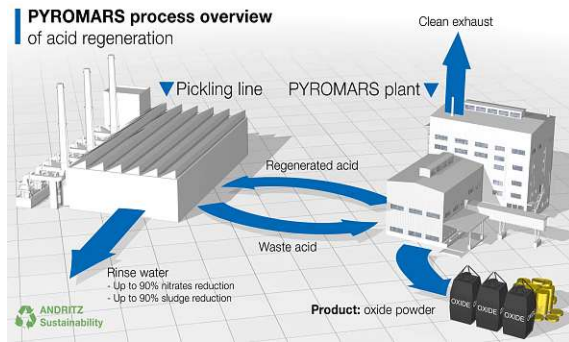
Die verbrauchte Säure wird von der Beizsektion in einen in der PYROMARS Anlage befindlichen Separator befördert. Dort wird der Massenstrom aufgetrennt und aufkonzentriert. Der metallhaltige Stoffstrom wird mittels Pumpen zu einem Röstreaktor transportiert und durch Düsen zerstäubt und eingebracht. Durch einen mit Erdgas betriebenen Brenner erfährt der Stoff eine Röstoxidation und fällt pulverartig aus. Eine Abzugsvorrichtung befördert das Produkt in einen Oxidbehälter, in welchem das entstandene Pulver in Big-Bags abgefüllt wird.[4] [3]

Der säurehaltige und gasförmige Stoffstrom wird nach dem Separator in einen Gaswäscher geleitet. In dieser Absorptionskolonne wird die kontaminierte Säure wiedergewonnen, die regenerierte Säure wird in die Beizsektion zurückgeleitet. Das Abgas aus der Kolonne wird in einem Strahlwäscher erneut gereinigt. Danach wird das Gas in einem Sprühkühler abgekühlt und in eine Oxidationskolonne weitergeleitet. Hier oxidieren die im Abgas enthaltenen NO<sub>x</sub>-Gase zu Salpetersäure. Die restlich verbliebenen NO<sub>x</sub>-Gase werden in einer Enstickungsanlage reduziert und danach in die Atmosphäre abgegeben.[4] [3]

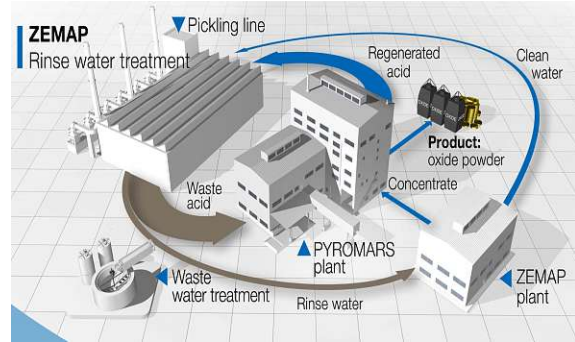
### 1.3.2 ZEMAP Anlage

Eine herkömmliche PYROMARS Anlage regeneriert Abfallsäure bis zu 99%, jedoch benötigt das in der Beize entstehende Spül- oder Industrierwasser eine gesonderte Abwasserbehandlung.[4] [3]

Um diese individuelle Abwasserbehandlung zu vermeiden, wurde das ZEMAP Prinzip (Zero-Effluent Mixed Acid Pickling) entwickelt. Beim ZEMAP Prozess wird das säurehaltige Abwasser mittels Ammoniak neutralisiert. Das neutralisierte Wasser wird in einen speziellen mit Lamellenblech bestückten Verdampfer eingebracht. Durch den besonderen Aufbau des Verdampfers wird das Wasser kondensiert und die Säure fließt als dünner Film die Lamellen hinunter und kann dadurch abgetrennt werden. Der Prozess kann als eine Reihenschaltung mehrerer Verdampfer ausgeführt werden. Der gewonnene Wasserdampf wird kondensiert und danach in die Beizlinie zurückgeführt. [4] [3] In Abbildung 2 ist der Vergleich zwischen einer Regenerationsanlage, mit und ohne Zemap Abwasserbehandlung zu erkennen.



(a) PYROMARS Prozessüberblick [3]



(b) ZEMAP Prozessüberblick [3]

Abbildung 2: Säure und Abwasser Management mittels PYROMARS und ZEMAP

## 1.4 Problemstellung und Zielsetzung

Wie bereits in Unterabschnitt 1.3 beschrieben, fallen in herkömmlichen Stahlband-Beizlinien Säuren und toxische Medien in großen Mengen an. Bei diesen Stoffen handelt es sich zusammengefasst um:

- Abfallsäure
- Industrie- bzw. Abwasser
- Beizschlamm

Die Säure wird in der Pyromars Anlage regeneriert und das Abwasser mittels Zemap Prozess wiederverwertet und in den Ursprungsprozess zurückgeleitet. Problematisch ist nun der in den Beiztanks entstehende Beizschlamm, welcher einen Störfaktor sowohl für die PYROMARS- als auch für die ZEMAP-Technologie darstellt. Der störende Beizschlamm ist der einzige Stoff der oben aufgelisteten Medien, für welchen als einziges noch keine Bearbeitungsmöglichkeit etabliert werden konnte. Um den Recyclingprozess der Mischsäuresektion vollständig schließen zu können, stehen nun intensive Überlegungen im Raum, wie man mit dem genannten Beizschlamm umgehen kann. Die aktuelle Betrachtung besteht darin, den Schlamm in den Pyromars Röstreaktor einzubringen, um die in dem Schlamm befindlichen Metalle zurückzugewinnen. Das grundlegende Konzept dieser Idee ist in Abbildung 3 skizziert.

Zielsetzung dieser Diplomarbeit ist es, sich genau mit den Möglichkeiten der Beizschlammeinbringung in den PYROMARS-Reaktor auseinanderzusetzen. Dafür wird eine Recherche über die aktuellen Beizschlammeigenschaften durchgeführt. Da die Schlammeinbringung in den Sprühröstreaktor mittels Spezialdüsen erfolgen soll, werden im Rah-

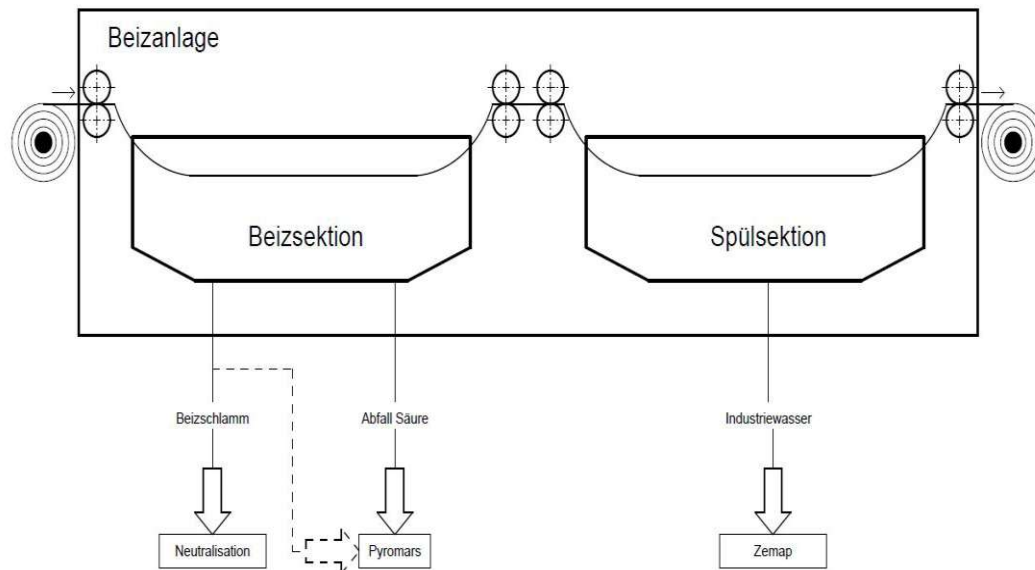


Abbildung 3: Grundkonzept Schlammbehandlung [3] [43]

men der Diplomarbeit Versuche im Labormaßstab durchgeführt. Um eine optimale Einbringung durch Düsen in den Reaktor zu gewährleisten, soll mittels Schlammproben eine geeignete Feststoffkonzentration und andere Parameter für ein zufriedenstellendes Sprühbild gefunden werden.

Im weiteren Zuge werden Versuche durchgeführt, ein kostengünstiges Kugelfallviskosimeter nachzustellen um die für die Rührwerksauslegung benötigte dynamische Viskosität des zu behandelnden Fluids verlässlich zu bestimmen.

## 2 Stand der Technik

### 2.1 Beizschlamm: Übersicht, Charakterisierung und Behandlungsmöglichkeiten

Edelstahl gehört aufgrund seiner Legierungsmöglichkeiten und den damit einhergehenden großen Einsatzbereichen zu den am meist verbreiteten Werkstoffen. Alleine im Jahr 2019 wurden in den Mitgliedstaaten der Europäischen Union 6,8 Millionen Tonnen Edelstahl hergestellt. Einer Schätzung zufolge fallen jährlich 2,5% - 5% der Stahlproduktion in Beizschlamm an, das sind mindestens 0,17 Millionen Tonnen Schlamm. [12] [43]

Zurzeit ist der noch weit verbreitetste Umgang, den metall- und säurehaltigen Schlamm zu verfestigen, stabilisieren und danach zu deponieren. Durch die Verfestigung und Sta-

Komponente	Massenprozent %wt
Fe	18
Cr	40
Ni	2,5
Fluoride	0,5
Nitrate	0,098

Tabelle 1: Beizschlamm Zusammensetzung [43]

bilisierung kann gewährleistet werden, dass die enthaltenen Problemstoffe, wie zum Beispiel Fluoridverbindungen oder Chrom, an Mobilität verlieren und in der Deponie besser gelagert und entsorgt werden können. Es ist ersichtlich, dass mit der Deponierung ein hoher technischer, aber auch finanzieller Aufwand einhergeht. [43]

### 2.1.1 Entstehung

Der Beizschlamm entsteht durch die Ausfällung von Oberflächenoxidzunder und durch die Entfernung von Rost auf dem Stahlband.  $Cr^{6+}$ -,  $Cr^{3+}$ -,  $Fe^{3+}$ - und  $Ni^{2+}$ -Ionen können sich in dem Beiztank bilden und dementsprechend im Beizschlamm vorhanden sein. Der Schlamm setzt sich am Boden des Beiztanks ab. Eine mögliche Zusammensetzung von nassen Beizschlamm, welcher in einer Beizsektion für die Behandlung von kaltgewalzten Edelstahlband entsteht, ist in Tabelle 1 zu sehen, bei den prozentualen Rest handelt es sich um den Beizsäureanteil. Welche Säure verwendet wird, ist vom zu beizenden Stahl abhängig ist. Aufgrund der toxischen und ätzenden Beschaffenheit, ist es für Edelstahlhersteller zurzeit unabdingbar, den entstehenden Abfall vor der Deponierung zu behandeln. Ein besonderes Augenmerk liegt hierbei darauf, das krebserregende sechswertige Chrom(VI) und dessen Verbindungen auf das dreiwertige Chrom(III) zu reduzieren. Vor allem Natriumdisulfit  $Na_2S_2O_5$  und Natriumhydrogensulfit  $Na_2HSO_3$  werden als spezifische Reduktionsmittel verwendet. Der Beizschlamm wird nach seiner Neutralisation in herkömmlichen Stahlwerken durch Filterpressen weiterverarbeitet und danach deponiert. [43]

### 2.1.2 Chemische Zusammensetzung

Im folgenden Unterkapitel werden die chemischen Zusammensetzungen verschiedenster Beizschlammproben aus unterschiedlichen Publikationen verglichen.

Eine aus der Literatur [43] entnommene und angepasste Auflistung ist in Tabelle 2 ersichtlich, welche die chemischen Zusammensetzung von neutralisiertem Beizschlamm aus

Proben Nummer	Fe	Cr	Ni	Mn	CaO	SiO <sub>2</sub>	CaF <sub>2</sub>	CaSO <sub>4</sub>	P	Na
1	18.90	2.69	1.08	-	18.75	1.54	15.57	11.04	-	-
2	15.10	2.01	0.82	-	31.30	1.71	25.07	4.63	-	1.02
3	12.25	3.47	2.50	0.35	7.95	1.15	42.70	8.50	-	-
4	15.20	2.10	0.30	0.23	7.20	0.60	26.09	36.09	-	-
5	15.36	4.72	0.65	-	8.37	3.32	23.40	10.32	0.06	-
6	13.13	2.02	0.90	-	14.32	2.48	1.34	50.15	-	-
7	18.36	3.22	1.13	1.54	1.74	0.79	0.58	57.20	0.03	0.72
8	19.60	4.11	2.67	-	11.00	1.90	51.00	0.50	-	-

Tabelle 2: Auflistung Beizschlamm, Zusammensetzung in Massenprozent %wt [43]

verschiedenen Edelstahlwerken in China zeigt.

Die genaue Zusammensetzung des Schlammes ist stark von dem verwendeten Stahlband, den eingesetzten Chemikalien in der Beize, aber auch von der Art des Neutralisierungsprozesses abhängig. Durch die Auflistung ist ersichtlich, dass der Hauptbestandteil die metallischen Elemente wie Eisen, Nickel, Chrom, aber auch zu geringem Anteil, auch andere Elemente wie Mangan sind. Zusammen machen diese einen Massenanteil von 16 - 26 %wt aus.

Das enthaltene Mangan ist auf bestimmte Stahltypen zurückzuführen. Es wird beispielsweise in Baustählen, zum Binden von Schwefel zu MnS verwendet. Damit wird die Bildung von niedrig schmelzenden FeS-Phasen unterdrückt. Damit verbunden kommt es zu einer betragsmäßigen Vergrößerung der Zugfestigkeit und Streckgrenze des Werkstoffs. Die Wirkung wird mit einem Mangangehalt von bis zu 1,7 % erreicht. [28]

Die stark schwankenden Calciumanteile und dessen Verbindungen lassen darauf schließen, dass der für die Neutralisation verwendete Kalk oft überdimensioniert verwendet wird. Die Herkunft von Schwefel kann aus vielen Quellen stammen. Sowohl vom zu bearbeitenden Stahlband selbst, durch das Verwenden von Natriumsulfatlösung  $Na_2SO_4$  in der elektrolytischen Beizsektion oder von der Verwendung von Natriumhydrogensulfat  $Na_2HSO_3$  als Neutralisierungsmittel für den Schlamm. Jedoch gibt es auch Beizlinien, welche zum Teil Schwefelsäure  $H_2SO_4$  als Beizmittel nutzen und somit eine weitere Herkunftsmöglichkeit für Schwefel schaffen. Die Verwendung von Flusssäure  $HF$  als Beizchemikalie lässt das Vorhandensein von Fluor herleiten. Silicium und Phosphor gelangen als Bestandteile des zu bearbeitenden Stahlbandes in die Beizsektion und dadurch auch in den darin entstehenden Abfallschlamm. [43] [34]

Tabelle 3 beinhaltet mögliche Verbindungsformen, in welchen die Elemente im Schlamm vorhanden sind.



Auftretende Verbindungen	
Fe	Fe Zunder, $\text{Fe}(\text{OH})_3$ , $(\text{Fe,Cr})_3\text{O}_4$ Zunder
Cr	Cr Zunder, $\text{Cr}(\text{OH})_3$ , $(\text{Fe,Cr})_3\text{O}_4$ Zunder, $\text{NiCr}_2\text{O}_4$ Zunder, $\text{Cr}_2\text{O}_3$ Zunder
Ni	Ni Zunder, $\text{Ni}(\text{OH})_2$ , $\text{NiCr}_2\text{O}_4$ Zunder
Ca	$\text{CaF}_2$ , $\text{CaSO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ , $\text{CaO}$ , $\text{Ca}(\text{OH})_2$ , $\text{CaCO}_3$
Si	$\text{SiO}_2$
F	$\text{CaF}_2$
S	$\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$

Tabelle 3: Auftretende Verbindungen der im Beizschlamm enthaltenen Elemente [43]

Fe	Cr	Ni	Ca	Si	F	S	Na	Mg	Al	C	O
13.6	3.37	1.5	22.8	2.063	22.2	1.96	0.269	0.352	0.25	0.936	30.7

Tabelle 4: Elementare Zusammensetzung Beizschlammprobe China [42]

Ein großer Teil der genannten Verbindungen fällt in Zunderform an. [43]

Der Recyclingprozess bzw. die Metallrückgewinnung aus dem entstandenen Beizschlamm wird durch das Aufkommen von Schwefel erschwert. Das Abtrennen von Schwefel kann mit Röstreduktionsverfahren bei  $1500^\circ\text{C}$  durchgeführt werden. [17]

Eine weitere Beizschlamm-Probenanalyse wurde in [42] veröffentlicht, die elementare Zusammensetzung, der aus einem chinesischen Stahlwerk stammenden Probe, ist in Tabelle 4 gezeigt. In Betrachtung der elementaren Bestandteile ist beim direkten Vergleich zu Tabelle 2 auffällig, dass Anteile von Magnesium, Aluminium und Kohlenstoff vorhanden sind. Dies kann auf die Zusammensetzung des gebeizten Stahls zurückgeführt werden. Die Verbindungen wurden mittels Röntgenbeugung analysiert, das Ergebnis ist in Abbildung 4 zu sehen. Ebenfalls bemerkenswert bei dieser neutralisierten Schlammprobe ist, dass neben den üblichen Kalkverbindungen wie  $\text{CaSO}_4$ ,  $\text{CaCO}_3$  und  $\text{CaF}_2$ , auch zusätzlich  $\text{CrF}_2$  nachgewiesen werden konnte.

Um eine größere Diversifikation in Bezug auf die Herkunft der Schlämme zu bekommen, werden die bisher angeführten Beispiele mit Proben aus indischen Stahlwerken verglichen, welche in [33] veröffentlicht wurden. Die Proben wurden jeweils aus dem mit Schwefelsäure betriebenen Vorbeizbecken von drei unterschiedlichen, in Wazipur, Delhi, befindlichen Edelstahlwerken gewonnen. Das Vorbeizbecken wurde mit einer Schwefelsäurekonzentration von 8,5% betrieben. Der wichtigste Unterschied zu den bisher betrachteten Schlammanalysen ist, dass der aus den indischen Werken gewonnene Beizschlamm ohne vorherige Neutralisation untersucht wurde. Beim Vergleich der Zusam-

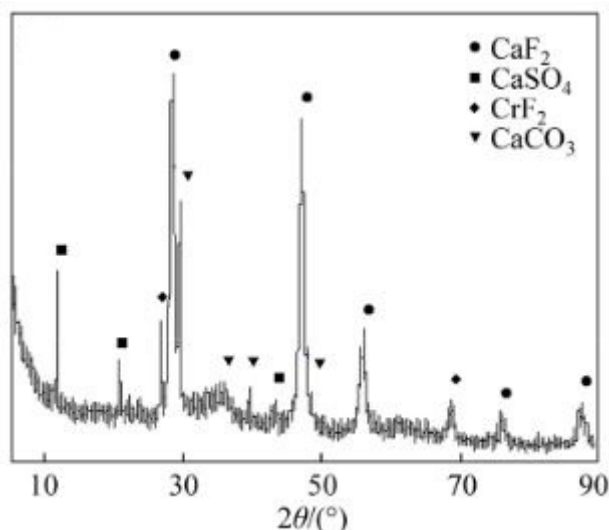


Abbildung 4: Röntgenbeugungsanalyse einer Beizschlammprobe [42]

Proben Nummer	Fe	Cr	Ni	Mn	Si	S	Cu
1	67.51	19.35	0.35	7.63	0.55	3.68	0.93
2	68.12	17.42	0.37	6.62	0.39	5.23	1.85
3	71.64	21.12	0.53	2.42	0.46	3.62	0.21

Tabelle 5: Elementare Zusammensetzung indischer Beizproben [33]

mensetzung der indischen Beizschlammproben, welche in Tabelle 5 ersichtlich sind, mit den chinesischen Proben (Tabelle 2 und Tabelle 4) ist zu erkennen, dass beim indischen Beizschlamm kein Calcium enthalten sind, was auf die nicht durchgeführte Neutralisation zurückzuführen ist.

Der hohe Schwefelgehalt ist durch das Beizen mit Schwefelsäure zu begründen.

Sowohl der Mangananteil als auch das enthaltene Kupfer sind durch die Bestandteile des gebeizten Stahlband, zu erklären. [34]

Die bestehenden Verbindungen des Beizschlammes wurden über eine Röntgenbeugungsanalyse bestimmt. Es treten neben elementarem Eisen, Chrom und Nickel auch  $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ ,  $\text{FeCr}_2\text{O}_4$ ,  $\text{NiCrO}_4$ ,  $\text{Cr}_2\text{O}_3$  und  $\text{NiCr}_2\text{O}_4$  auf, siehe Abbildung 5.

### 2.1.3 Physikalische und thermische Charakterisierung

In diesem Unterkapitel werden die in der Literatur beschriebenen physikalischen Eigenschaften von verschiedenen Beizschlammproben zusammengefasst und gegenübergestellt. Die Farbe des Schlammes variiert je nach Zusammensetzung und dessen Wassergehalt



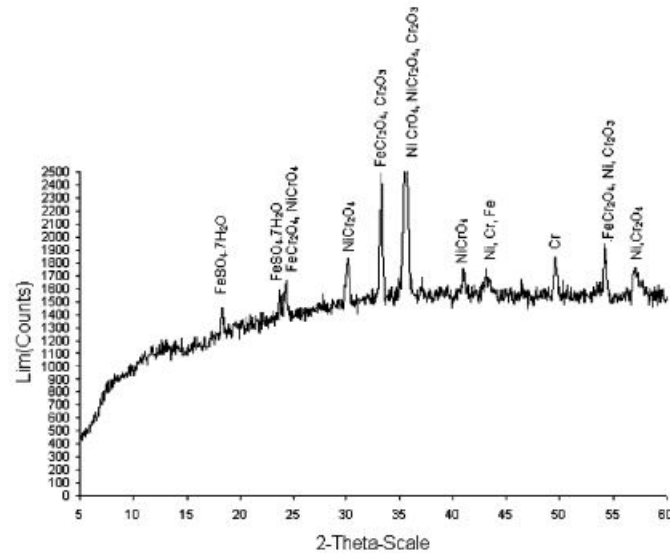


Abbildung 5: Röntgenbeugungsanalyse indische Beizschlammprobe [33]

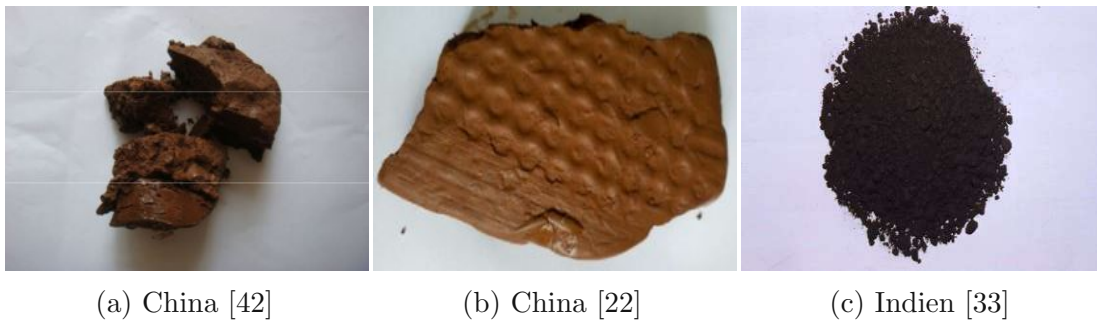


Abbildung 6: Optischer Vergleich verschiedener getrockneter Beizschlammproben

von dunkelbraun (Abbildung 6c) bis gelblich (Abbildung 6b).

Cong-cong Yang u. a. beschreiben in [43] die physikalischen und thermischen Eigenschaften verschiedener Beizschlammproben aus chinesischen Stahlwerken. Die Dichte von neutralisiertem Beizschlamm, welcher bei 105°C getrocknet wurde, beträgt  $1180 \text{ kg/m}^3 \pm 200 \text{ kg/m}^3$ . Der getrocknete Abfallschlamm besteht aus sehr kleinen Partikeln, 90% der Partikel sind kleiner als  $12 \mu\text{m}$  und die mittlere Partikelgröße entspricht  $3,7 \mu\text{m}$ .

Die Viskosität des geschmolzenen Beizschlamms beträgt bei 1375°C 0,205 Pas, sie sinkt bei steigender Temperatur und beträgt bei 1450°C nur noch 0,145 Pas. [43]

Die ungefähre Schmelztemperatur von herkömmlichen und neutralisiertem Beizschlamm liegt bei 1350°C, Abbildung 7 zeigt die Formänderung einer brikettförmigen Schlammprobe bei kontinuierlicher Temperaturerhöhung, bei 1350°C ist die Hälfte der Masse

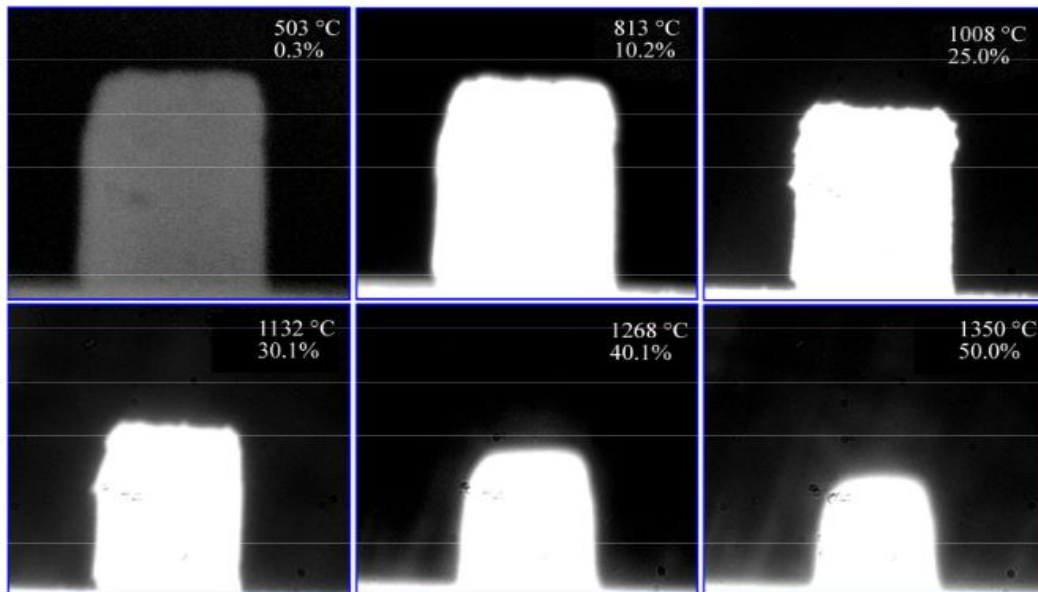


Abbildung 7: Formänderung von Beizschlamm bei Erhöhung der Temperatur [42]

geschmolzen. Wichtig zu wissen ist, dass die Schmelztemperatur vom Calciumfluoridgehalt  $\text{CaF}_2$  abhängig ist. Je höher der  $\text{CaF}_2$ -Anteil desto geringer fällt der Schmelzpunkt aus. [43]

Diese Schmelzpunkt mindernde Eigenschaft wird im Hochofenprozess zur Energieminimierung genutzt. Hüttenspat welches aus 85 % Calciumfluorid besteht, wird in der Stahlproduktion als Flussmittel verwendet. [7]

Anupam Singhal u. a. charakterisieren in [33] die Partikelgrößenverteilung und Dichte von nicht neutralisierten aus Indien stammenden Beizschlammproben. Die verschiedenen Werte für die Dichte von den Proben, welche schon in Tabelle 5 behandelt wurden, sind in Tabelle 6 aufgelistet. Beim Vergleich der Dichten zwischen chinesischen und indischen Schlammproben ist zu erkennen, dass die Werte um mehr als einen Faktor 2 voneinander unterschiedlich sind. Dies kann durch die sehr abweichende Zusammensetzung der verschiedenen Proben begründet sein. Aufgrund der Neutralisation des chinesischen Beizschlammes ist ein sehr hoher Anteil an Calcium vorhanden (Tabelle 2). In Abbildung 6 ist bereits ein großer Unterschied zwischen den Beizschlammproben zu erkennen. Während die chinesischen Proben wenige, große und gebundene Stück sind, besteht der indische getrocknete Beizschlamm aus einer Vielzahl von kleinen und ungebundenen Agglomeraten. Diese Beobachtung spiegelt auch die Partikelgrößenverteilung wieder, welche mittels Siebanalyse bestimmt wurde. Wie schon bei der Dichte ist auch bei der Korngrößenverteilung ein großer Unterschied zwischen den Proben zu erkennen.

Probennummer	Dichte [ $kg/m^3$ ]
1	2734
2	2644
3	2832

Tabelle 6: Dichte indischer Schlammproben [33]

Größe [ $\mu m$ ]	zurückgehaltene Partikel [%]		
	1	2	3
größer 178	51.1	44.2	53.5
178 bis 152	4.8	4.3	3.3
152 bis 124	8.9	3.7	2.4
124 bis 104	3.9	3.1	2.6
104 bis 89	6.2	9.4	9.9
89 bis 76	7.8	17.5	16.3
76 bis 66	8.3	9.7	6.2
66 bis 53	3.2	5.6	3.7
kleiner 53	5.8	2.5	2.1

Tabelle 7: Partikelgrößenverteilung [33]

Während bei den chinesischen Schlammproben 90% der Partikel kleiner als  $12 \mu m$  sind, ergibt die Analyse des indischen Beizschlamm, dass mindestens 44% der Partikel größer als  $178 \mu m$  sind. [33] [43]

## 2.2 Schlammhandhabung

Disperse Systeme beschreiben Mehrphasenkollektive, in welchen mindestens eine Phase in einen abgrenzbaren Partikelabschnitt untergeordnet werden kann. Dieses untergeordnete Kollektiv wird disperse Phase genannt, beim tragenden Medium spricht man von der kontinuierlichen Phase. [24]

Schlamm wird in der Verfahrenstechnik als ein disperses System von Festkörpern in einer Flüssigkeit, in welcher die Partikel unlöslich sind, definiert.[24] Demnach sollen diverse Grundbegriffe und Trennverfahren für die Flüssigkeitsabtrennung und Flüssigkeitsklärung behandelt werden. Die Sedimentation und die Filtration sind die am meist verbreitetsten mechanischen Trennprozesse und werden unterteilt in [32]:

- Sedimentation:
  - Sedimentation im Schwerkraftfeld

- Sedimentation im Zentrifugalkraftfeld
- Filtration von Flüssigkeiten:
  - Druck- und Vakuumfiltration
  - Pressfiltration
  - Schwerkraftfiltration
  - Zentrifugalfiltration
  - Querstromfiltration
  - Tiefenfiltration

Welches Trennverfahren eingesetzt wird, ist von den thermodynamischen und physikalischen Beschaffenheiten des dispersen Konglomerats abhängig. Die Auswahl des Verfahrens ist sowohl von den technischen als auch von den wirtschaftlichen Anforderungen an das Produkt ausschlaggebend. Eine Faustregel besagt, dass je kleiner die zu trennenden Partikel werden, desto größer wird der Trennaufwand. Diese Regel lässt sich darauf zurückführen, dass bei sehr geringen Partikelgrößen ( $< 0,5 \mu m$ ) diffusive Effekte und Wechselwirkungs- bzw. Haftkräfte nicht mehr vernachlässigbar sind. [32]

Wechselwirkungen in einer flüssigen Umgebung beschränken sich auf die van-der-Waals Kräfte und auf elektrostatische Abstoßung. [35]

Partikel in einer Suspension sind stark negativ geladen, wodurch auch die Stärke des Abstoßungspotentials definiert wird. Zum Ladungsausgleich bildet sich eine feste und adsorptive Schicht positiv geladener Ionen um das Partikel. Diese Adsorptionsschicht hat wiederum eine Ansammlung negativ geladener Teilchen zur Folge, es bildet sich eine diffusive Schicht. Je größer diese diffusive Schicht ausgeprägt ist, desto mehr wird die elektrostatische Abstoßung abgeschirmt. Folglich kann die van-der-Waals-Anziehung dominieren und es kommt im Partikelkollektiv zur Flockenbildung und Agglomeration. Abbildung 8 verbildlicht die Entstehung der diffusiven Schicht und zeigt den schematischen Zusammenhang zwischen elektrostatischer Abstoßung und der van-der-Waals-Anziehung und die daraus resultierende Potentialkurve. In Abbildung 8 sind die festen Partikel mit „s“ und das Fluid mit „f“ gekennzeichnet. [35]

Dieser Abschirmungseffekt kann bewusst durch Flockungszusätze ausgenutzt werden. Durch Beigabe von Mitteln kann die Stärke der abgrenzenden diffusiven Schicht gesteuert werden und so die disperse Phase gezielt zum Flocken und Agglomerieren gebracht werden. Dadurch kommt es zur Bildung von Partikelkollektiven und der Trennaufwand wird verringert. [35]

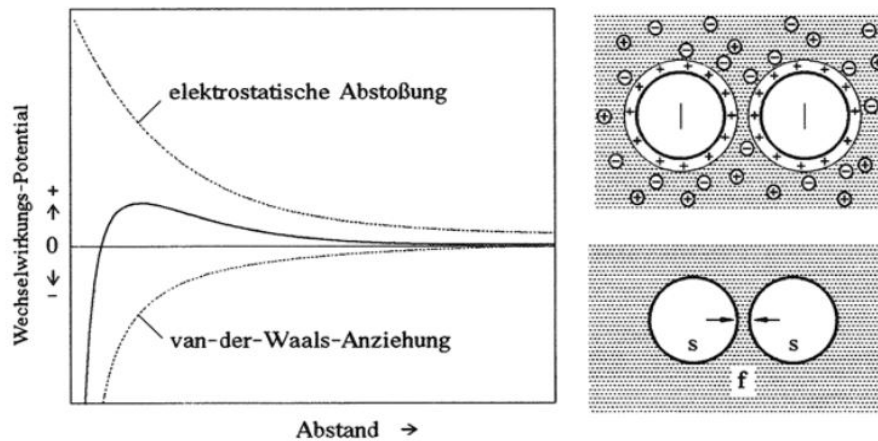


Abbildung 8: Potentialänderung durch Wechselwirkungen in einer Flüssigkeit [35]

## 2.2.1 Sedimentation

Ein zu testendes Konzept der Beizschlammeinbringung besteht darin, den Schlamm aus dem Dispergierbehälter über einen Schrägklärer aufzukonzentrieren und danach in den PYROMARS-Röstreaktor einzubringen. Deshalb werden im folgenden Unterabschnitt 2.2.1 die technischen Eigenschaften, Begriffe und Trennmöglichkeiten der Sedimentation behandelt.

Unter Sedimentation versteht man das Absetzen der festen und im Fluid unlöslichen Partikel in einer Suspension und eine dadurch entstehende Dickschicht am Boden des Absetzbehälters. Die treibende Kraft des Ablagevorgangs ist die Schwer- oder die Zentrifugalkraft. Maßgeblich für die Dauer der Sedimentation ist die Sinkgeschwindigkeit, welche in erster Linie vom Dichteunterschied zwischen dem umgebenen Fluid und den Festkörperpartikeln abhängt. Das einfache Grundkonzept eines Sedimentors besteht also darin, diesen Absetzvorgang zu nutzen und durch kontinuierlichen oder diskontinuierlichen Abtransport der Flüssigkeit eine Aufkonzentration des Dickschlammes und gleichzeitig eine Klärung der Flüssigkeit zu erzielen. [32]

### 2.2.1.1 Sinkgeschwindigkeit

Neben dem Dichteunterschied ist die Sinkgeschwindigkeit  $w_s$  noch von der Partikelgröße, der Partikelform und von der Viskosität des Fluids abhängig. Eine mathematische Herleitung der Geschwindigkeit erfolgt über die Erstellung eines Kräftegleichgewichts eines einzelnen Partikels, unter der Annahme, dass die Dichte des Teilchens größer ist als die der Flüssigkeit  $\rho_P > \rho_f$ . Da es sich bei den Kräften nur um Größen in vertikaler Richtung handelt, kann das Kräftegleichgewicht als skalare Gleichung aufgestellt werden. [24] [32]

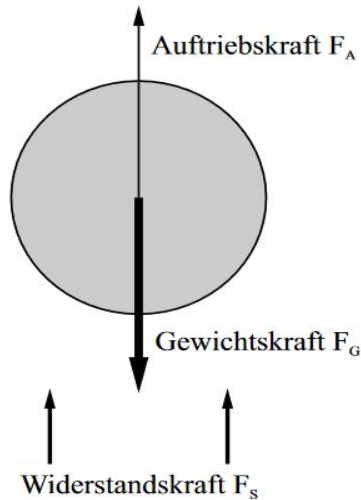


Abbildung 9: Kräftegleichgewicht ohne Trägheitskraft [24]

[35]

$$F_G - F_A = F_S + F_T \quad (1)$$

Da für Anwendungen in der Verfahrenstechnik die Beschleunigungszeiten bis zum Erreichen der tatsächlichen Sinkgeschwindigkeit vernachlässigbar klein sind, kann Gleichung 1 ohne die Trägheitskraft  $F_T$  geschrieben werden.[24] [32] [35]

Für die Gewichtskraft  $F_G$  gilt [24] [32] [35]:

$$F_G = m_P * g = \rho_P * V_P * g \quad (2)$$

Die Auftriebskraft  $F_A$ , welche auf den Festkörper wirkt, entsteht durch den Druckgradienten der Flüssigkeit. Sie kann durch Gleichung 3 beschrieben werden. [24] [32] [35]

$$F_A = V_P * \rho_f * g \quad (3)$$

In der Strömungsmechanik werden Druck- und Reibungskräfte, welche Einfluss auf das Sinkverhalten eines Partikels haben, zusammengefasst als Widerstandskraft  $F_S$ , betrachtet. [24] [32] [35]

$$F_S = c_W(Re) * A * \frac{\rho_f}{2} * w_S^2 \quad (4)$$



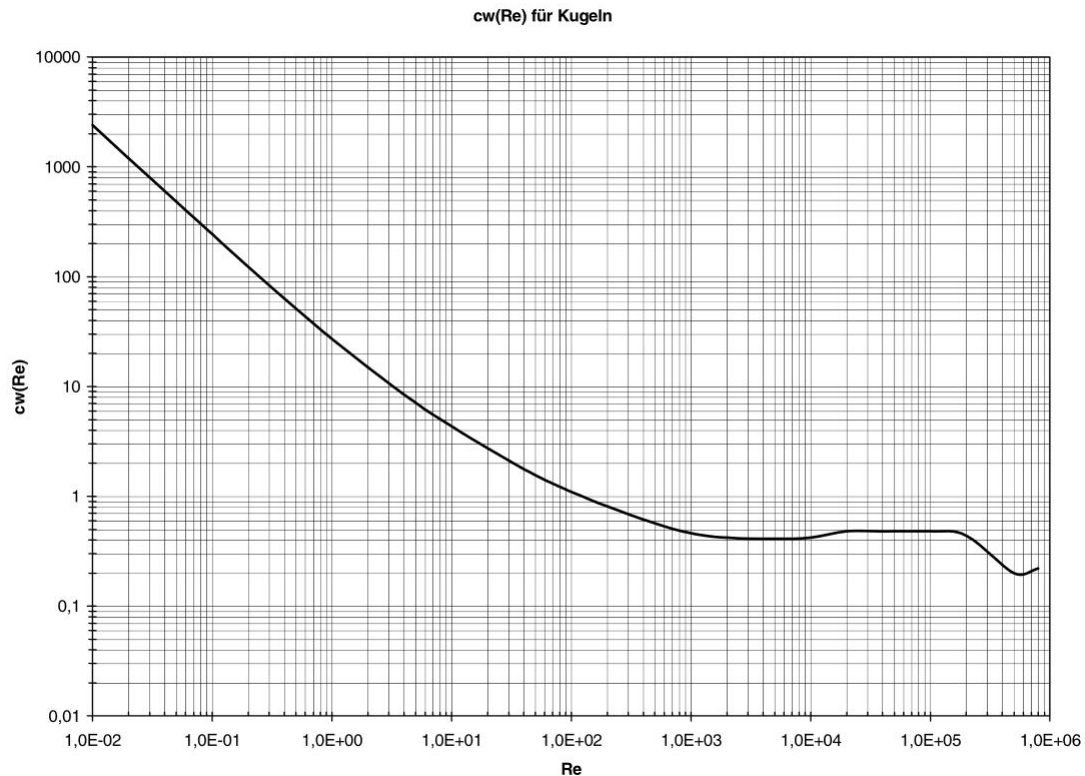


Abbildung 10: Widerstandszahldiagramm  $c_W$  für Kugeln [35]

In Gleichung 4 handelt es sich bei  $A$  um die Anströmfläche, bei  $c_W$  um die dimensionslose Widerstandszahl und bei  $w_S$  um die Sinkgeschwindigkeit.[24] [32] [35]

$$Re = \frac{u * d * \rho_f}{\eta} \text{ oder } Re = \frac{u * d}{\nu} \quad (5)$$

Diese Widerstandszahl kann mithilfe der Reynoldszahl  $Re$  aus empirisch ermittelten Diagrammen abgelesen werden, siehe Abbildung 10. Das  $c_W$ -Diagramm ist in folgende drei Bereiche unterteilt

- Stokesbereich  $Re < ca. 0,25$
- Übergangsbereich  $ca. 0,25 < Re < 2000$
- Newtonbereich  $1000 < Re < 200000$ .

Die dimensionslose Reynoldszahl wird durch Gleichung 5 berechnet. Es ist  $u$  die Strömungsgeschwindigkeit,  $\nu$  die kinetische Viskosität,  $\mu$  die dynamische Viskosität und  $d$  die charakteristische Länge.[24] [32] [35]

Setzt man nun Gleichung 2, Gleichung 3 und Gleichung 4 in das Kräftegleichgewicht (Gleichung 1) ein und nimmt näherungsweise an, dass die Anströmfläche der Querschnittsfläche einer Kugel entspricht, erhält man für die Sinkgeschwindigkeit [24] [32] [35]:

$$w_S = \sqrt{\frac{g * d}{c_W(Re)} * \frac{\rho_P - \rho_f}{\rho_f} * \frac{4}{3}} \quad (6)$$

Aus der hergeleiteten Gleichung 6 ist ersichtlich, dass für das explizite Lösen der Formel, der Partikeldurchmesser bekannt sein muss. Die Bestimmung des Durchmessers ist in der Praxis jedoch oft mit großem Aufwand verbunden.[35]

Abhilfe kann durch das “dimensionslos Machen” der Sinkgeschwindigkeit geschaffen werden. Dies erfolgt durch das Einführen der dimensionslosen Archimedes- und Omegazahl, soll jedoch hier nicht weiter behandelt werden. Es wird dazu auf [35] verwiesen.

### 2.2.1.2 Sedimentationsgeschwindigkeit ohne Flockung

Das in Gleichung 1 aufgestellte Kräftegleichgewicht ist im Allgemeinen nur für ein einzelnes Partikel gültig. Sobald eine Beeinflussung durch andere Festkörper besteht, muss mit erweiterten Konzepten gearbeitet werden. [35]

Bei der Sedimentation ohne Flockung sind die zu Beginn des Unterabschnitt 2.2 beschriebenen Wechselwirkungen zwischen den Teilchen noch nicht groß genug, um ein Partikelkollektiv zu bilden. Bei der Sedimentation ohne Flockung drücken die Teilchen im Sinkprozess Flüssigkeit mit nach unten, wodurch ein entgegengesetzter Widerstandstrom entsteht. Des Weiteren fördern die zur Seite gedrückten Fluidelemente den Impulsaustausch zwischen den sinkenden Teilchen. Beide beschriebenen Phänomene führen zu einer Minderung der Sedimentationsgeschwindigkeit. Es wird die Schwarmsinkgeschwindigkeit  $w_{SS}$  eingeführt. Sie kann empirisch durch die Richardson-Zaki-Gleichung (Gleichung 7) ermittelt werden. [35]

$$\frac{w_{SS}}{w_S} = (1 - c_V)^{\alpha(Re)} \quad (7)$$

Der Term  $c_V$  beschreibt die Volumenkonzentration der Feststoffpartikel im Fluid. Die Reynoldszahl wird mit der Sinkgeschwindigkeit  $w_S$  berechnet. Gleichung 7 ist gültig bis zu einem  $c_V$  von circa 0,3. Der Exponent  $\alpha$  ist vom Strömungsbereich abhängig, in der Literatur sind Näherungsformeln für die Berechnung zu finden. [35]

### 2.2.1.3 Sedimentationsgeschwindigkeit mit Flockung

Wie bereits in Unterabschnitt 2.2 beschrieben, kann das Bilden von Flocken im dispersen



System genutzt werden, um die Sedimentationsgeschwindigkeit zu erhöhen und dadurch den Trennprozess zu vereinfachen bzw. zu beschleunigen. Da jedoch weder die Größe, die Form noch die Porosität des entstehenden Agglomerat im Voraus bestimmt werden kann, muss für quantitative Aussagen über die Sinkgeschwindigkeit auf Sedimentationsversuche zurückgegriffen werden. Im Allgemeinen ist, wie in Abbildung 11 zu erkennen,

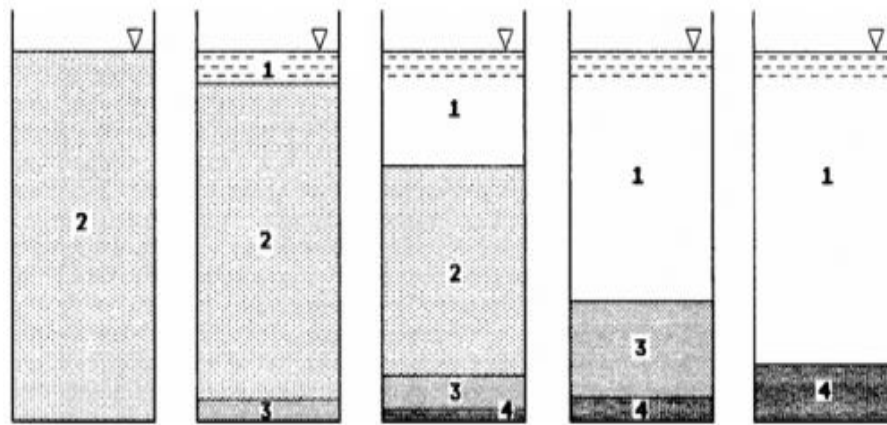


Abbildung 11: Sedimentationsversuch [35]

bei diesen Absetzversuchen vom Bilden vier bestimmter Zonen auszugehen: [35]

1. Klare Flüssigkeit
2. Homogene Suspension
3. Schlammschicht
4. Verdichtete Schlammschicht

Aus den während des Sedimentationsversuchs entstehenden Zonen, kann die Absetzkurve des zu testenden Systems bestimmt werden. In der Regel ist für die technische Auslegung die Sinkgeschwindigkeit der Grenze zwischen Zone 1 und Zone 2 entscheidend. Der Kompressionspunkt „Ko“ beschreibt jenen Zeitpunkt ab welchen Zone 1 auf Zone 3 trifft. Gleichung 7 zeigt die Konzentrationsabhängigkeit der Schwarmsinkgeschwindigkeit. Daraus resultiert, dass auch der Verlauf der Absetzkurven in erster Linie von der Festkörperkonzentration abhängig ist. Für qualitative Aussagen wird der Sedimentationsversuch in der Praxis mit verschiedenen Konzentrationen durchgeführt. Neben dem hier beschriebenen Konzentrationseinfluss, kann es bei der Sedimentation noch zusätzlich zum Diffusions- und Wandeneinfluss kommen. [35]

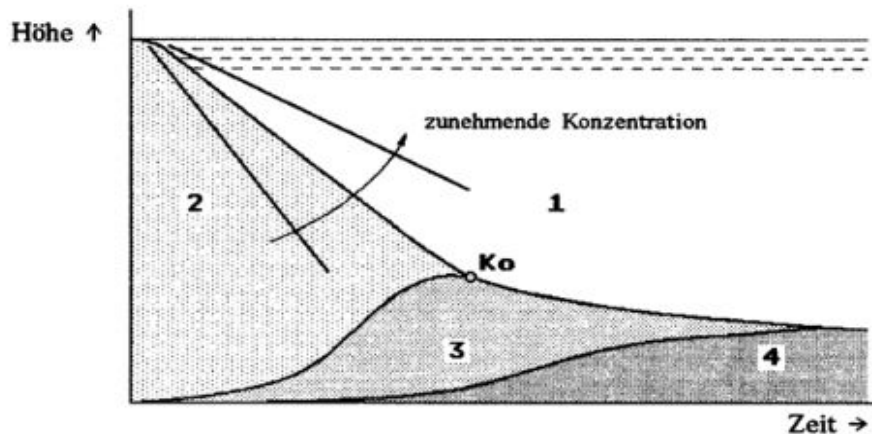


Abbildung 12: Beispielhafte Absetzkurve [35]

#### 2.2.1.4 Sedimenter und Lamellenklärer

Eine Überlegung ist es, den Beizschlamm vor Einbringen in den Sprühröstreaktor mittels eines Sedimenters bzw. Lamellenklärers einzudicken.

Abbildung 13 zeigt die grundsätzliche Ausführung eines Sedimenters und soll durch eine bessere Veranschaulichung des Trennprinzips bei der Bestimmung der Klärfläche behilflich sein. Die Suspension wird mit dem Volumenstrom  $\dot{V}_T$  unterhalb des Flüssigkeitsspiegels eingebracht. Partikel, welche eine geringere Sinkgeschwindigkeit als die Aufstromgeschwindigkeit besitzen, werden mit dem aufsteigenden Strömungsfeld mitgezogen und in den Überlauf transportiert. Wenn Aufstromgeschwindigkeit und Sinkgeschwindigkeit gleich groß sind  $w_S = w_{Auf}$ , entsteht ein Ruhezustand der Partikel im Sedimenter. Aus diesem Fall lässt sich auf die minimale Klärfläche des Trennapparates schließen. [24]

$$A_{min} = \frac{\dot{V}_{\ddot{U}}}{w_S} \quad (8)$$

Gleichung 8 beruht auf der Annahme, dass der Überlaufvolumenstrom  $\dot{V}_{\ddot{U}}$  kleiner ist als der abströmende Volumenstrom  $\dot{V}_{Sch}$ . Durch das Anwenden einer Gesamtvolumen- und Massenbilanz über den Sedimenter, kann auf die Teilvolumenströme geschlossen werden. [24]

$$\dot{V}_{\ddot{U}} = \dot{V}_T * \left(1 - \frac{c_T}{1 - \varphi}\right) \quad (9)$$

$$\dot{V}_{Sch} = \dot{V}_T * \left(\frac{c_T}{1 - \varphi}\right) \quad (10)$$

In Gleichung 9 und Gleichung 10 wird die Feststoffkonzentration mit  $c_T$  gekennzeichnet und  $\varphi$  entspricht der Restfeuchte des abgezogenen Schlamms. [24]

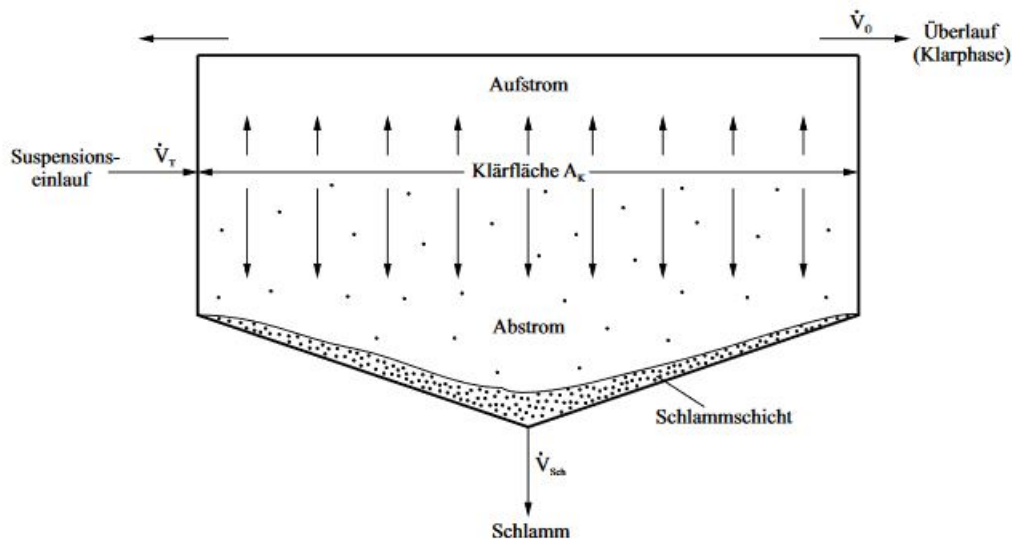


Abbildung 13: Grundprinzip Sedimeter [24]

Mithilfe des Überlaufvolumenstroms  $\dot{V}_0$  und Gleichung 8 kann nun die Klärfläche bestimmt werden.[24]

Sogenannte Rundeindicker benötigen enormen Platzbedarf. Eine wesentliche platzsparendere Variante bietet der Lamellenklärer, das Grundprinzip ist in Abbildung 14 zu erkennen. Bei dieser Art von Sedimeter werden mehrere schräg angeordnete Einbau-

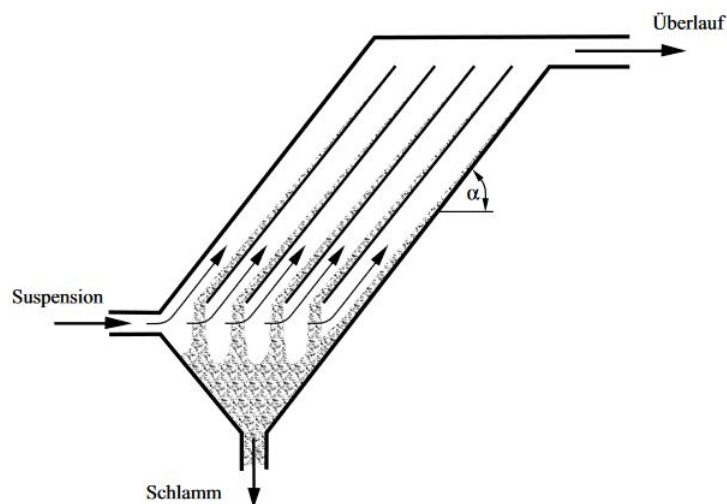


Abbildung 14: Grundprinzip Lamellenklärer [24]

ten genutzt, um die effektive Klärfläche zu vergrößern. Das Gesamtfluid durchfließt den Lamellenklärer von unten nach oben. Die Feststoffpartikel sinken während des Strömungsprozesses auf die Sedimentationsflächen ab und rutschen in einen Abzugstrich-

ter. Der Schlamm kann je nach Ausführungsform kontinuierlich oder diskontinuierlich abgezogen werden. Unter Berücksichtigung des Einbauwinkels  $\alpha$  ergibt sich für die Berechnung der Klärfläche [24]:

$$A_{eff} = A_{min} * n * \cos(\alpha) \quad (11)$$

Durch Einsetzen von Gleichung 8 und Gleichung 9 folgt:

$$A_{eff} = \frac{\dot{V}_T * (1 - \frac{c_T}{1-\varphi})}{w_S} * n * \cos(\alpha) \quad (12)$$

Der Term  $n$  beschreibt die Anzahl der eingebauten Klärflächen. [24]

## 2.3 Schlammeinbringung mittels Zerstäuber

Zerstäuber werden eingesetzt, um Flüssigkeiten in Tropfen zu zerkleinern und dadurch die Oberfläche zu vergrößern. Durch die steigende Oberfläche wird die Reaktivität für Wärme- und Stoffaustauschprozesse verbessert. [10]

Aus diesem Grund soll die Beizschlammeinbringung in den Sprühröstreaktor durch Düsen erfolgen. Um die Düsen richtig zu dimensionieren sollen zuerst die Grundbegriffe und Kennzahlen definiert werden.

### 2.3.1 Dimensionslose Kennzahlen in der Zerstäubungstechnik und laminarer Strahlenzerfall

Für die leichtere Beschreibung der auftretenden Phänomene bei der Zerstäubung von Flüssigkeiten, wurden dimensionslose Kennzahlen eingeführt. [29]

#### Bond Zahl:

Die dimensionslose Bond Zahl beschreibt das Verhältnis aus Gravitationskraft zur Oberflächenkraft. [29] [16]

Die einfachste Ausführung eines Zerstäubers ist eine senkrechte nach unten gerichtete Düse bzw. Kapillare aus der eine Flüssigkeit tropft und dadurch näherungsweise gleich große Tropfen entstehen. Voraussetzung für die Bildung von Tropfen sind sehr geringe Strömungsgeschwindigkeiten. Ab einem gewissen Kapillardurchmesser tritt jedoch Umgebungsluft in die Öffnung ein, dadurch ist die Oberflächenspannung nicht mehr groß genug, um separate Tropfen zu bilden und es kommt zum Auslaufen der Düse. Der Grenzwert, ab wann es statt einer Tropfenbildung zum Auslaufen kommt, kann über die

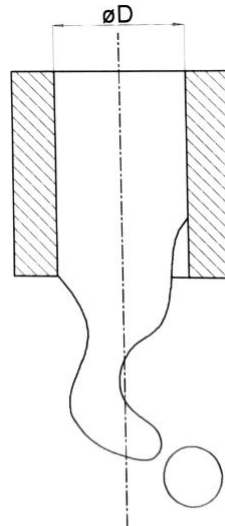


Abbildung 15: Auslaufen einer Kapillare [29]

Bond Zahl (Gleichung 13) charakterisiert werden. Die theoretische Grenze liegt bei einer Bond Zahl von größer 28,  $Bo > 28$ . [29]

$$Bo = \frac{\text{Gravitationskraft}}{\text{Oberflächenkraft}} = \frac{D^2 * \rho * g}{\sigma} \quad (13)$$

Dabei beschreibt  $D$  den Innendurchmesser,  $\sigma$  die Oberflächenspannung der Flüssigkeit und  $\rho$  die Dichte der Flüssigkeit.

#### Weber Zahl:

Neben dem Kapillardurchmesser ist ebenfalls der dynamische Druck der Flüssigkeit zu berücksichtigen. Bei höher werdender Strömungsgeschwindigkeit steigt der dynamische Druck. Sobald dieser den Wert des, durch die Oberflächenspannung erzeugten, statischen Drucks übersteigt, kommt es zu einer Strahlbildung in der Kapillare. Durch das Gegenüberstellen der zwei genannten Drücke wird Gleichung 14, die Weber Zahl, definiert. Ab einer Weber Zahl von 8 kommt es anstatt einer Tropfenbildung zu einer Strahlbildung. Daraus folgen die zwei Grenzfälle einer tropfenden Kapillare, einmal das Auslaufen durch einen zu großen Durchmesser  $D$  und einmal die Strahlbildung bei einer großen Strömungsgeschwindigkeit  $v$ . [29]

$$We = \frac{v^2 * D * \rho}{\sigma} \quad (14)$$

Die Weber Zahl kann auch zur quantitativen Beschreibung der Verformbarkeit eines Tropfens herangezogen werden. [6]

## Ohnesorge Zahl

Diese dimensionslose Kennzahl stellt die viskose Kraft (Reibungskraft) der Wurzel aus der Trägheitskraft mal der Oberflächenkraft gegenüber. Die Herleitung erfolgt durch den Quotienten von der Quadratwurzel der Weber Zahl und der Reynolds Zahl. [29] [25] [20] Tritt nun der, bei der Weber Zahl beschriebene, Fall der laminaren Strahlbildung ein, muss für die genaue Beschreibung auf die Ohnesorge Zahl zurückgegriffen werden. Der gebildete Strahl zerfällt nach dem Austritt aus der Düse zu gleich großen Tropfen, eine schematische Skizze ist in Abbildung 16 zu sehen. Der Grund für das Zerfallen eines

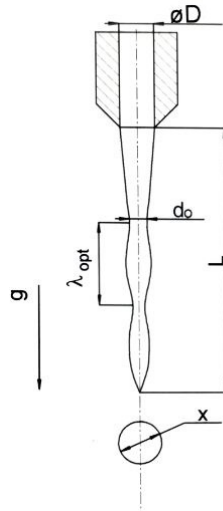


Abbildung 16: Strahlenzerfall [29]

Flüssigkeitsstrahls ist die hydrodynamische Instabilität, welche auf entstehende Wellen zurückzuführen ist. Mithilfe der Ohnesorge Zahl (Gleichung 15) kann auf den Durchmesser der entstehenden Tropfen und weiter auf die optimale Störwellenlänge geschlossen werden.

$$Oh = \frac{\text{Reibungskraft}}{\sqrt{\text{Trägheitskraft} * \text{Oberflächenkraft}}} = \frac{\eta}{\sqrt{\sigma * \rho * D}} \quad (15)$$

Ohne Berücksichtigung der Wechselwirkungen des Gases auf die Flüssigkeit folgt für den Tropfendurchmesser  $x$ :

$$x \approx 1,88 * D * (1 + 3 * Oh)^{\frac{1}{6}} \quad (16)$$

Für die optimale Störwellenlänge  $\lambda$  gilt:

$$\lambda = 4,44 * D * \sqrt{1 + 3 * Oh} \quad (17)$$

Da die Einflüsse der umgebenden Gasphase in Gleichung 16 keine Berücksichtigung finden, ist diese nur für geringe Ausströmgeschwindigkeiten und damit ausschließlich für kleine Reynoldszahlen anwendbar. Neben den bereits beschriebenen dimensionslosen Kennzahlen, hat auf die Strahlenzerfallslänge  $L$  auch die Düsengeometrie einen wesentlichen Einfluss. Mit dem Beachten der genannten Begrenzungen, gilt näherungsweise für die Strahlenzerfallslänge [29]:

$$L \approx 24 * \sqrt{We} * D \quad (18)$$

Beim Auftreten von laminarem Strahlenzerfall, kann es ebenfalls zum Bilden von sogenannten Satellitentropfen kommen. Diese Tropfen entstehen vorzugsweise in den Einschnürestellen der zerfallenden Flüssigkeit (Abbildung 16) und haben einen weitaus kleineren Durchmesser als die sich primär bildenden Flüssigkeitskugeln. Satellitentropfen weisen aufgrund des kleineren Durchmessers und der damit verbundenen geringeren Masse, eine wesentlich niedrigere Fallgeschwindigkeit auf. Aufgrund dieser minderen Sinkgeschwindigkeit, kann es beim Sprühen der Tropfen zu einem Kombinationsprozess kommen, bei welchem die Primärtropfen die Satellitentropfen aufnehmen. Dieser Prozess wird Tropfenkoaleszenz genannt. [29]

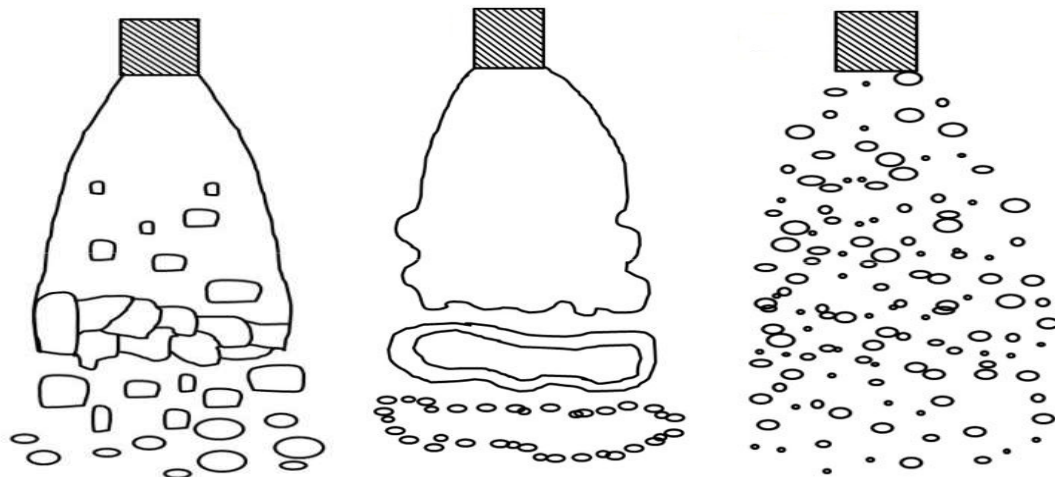
### 2.3.2 Flüssigkeitslamellen und deren Zerfall

Die in der Praxis relevanten Zerstäuberdüsen, welche für die Einbringung des Beizschlammes in den Röstreaktor zuständig sind, erzeugen keine laminaren Flüssigkeitsstrahlen, sondern Flüssigkeitslamellen. Der Vorteil dieser lamellenbildenden Düsen im Vergleich zu den strahlenbildenden ist, dass diese bei gleichen Druckbedingungen, rheologischen Eigenschaften des Fluids und gleichen Düsendurchmessern, einen Volumenstrom mit kleineren Tropfen erzeugen können. Demnach werden durch eine lamellenbildende Sprühcharakteristik höhere Flüssigkeitsoberflächen erreicht. [29]

Um die Entstehung der Sprühbilder dieser Zerstäuberdüsen zu verstehen, soll der Zerfall der sich bildenden Lamellen beschrieben werden.

Beim Zersetzungsprozess unterscheidet man zwischen dem Phänomen der Randwulstkontraktion, dem aerodynamischen Zerfall und dem turbulenten Lamellenzerfall. Das grundlegende Prinzip hinter dem Zerfall ist, dass mit größer werdendem Abstand der Flüssigkeit vom Düsenausgang, die Lamellendicke solange stetig abnimmt, bis es zu der Bildung von einzelnen und abgetrennten Tropfen kommt. Die Randwulstkontraktion entsteht bei relativ niedrigen Strömungsgeschwindigkeiten und beim Zerfall dieser Lamellenart bilden sich sehr große und ungleichmäßige Tropfen. Aus den bereits genannten





(a) Randwulstkontraktion (b) Aerodynamischer Zerfall (c) Turbulenter Zerfall

Abbildung 17: Drei Arten der Lamellenbildung [10]

Gründen ist diese Art in der Praxis unerwünscht. Für das Beschreiben praktisch relevanter Sprühbilder, wird das Model des aerodynamischen Zerfalls verwendet. Bei hinreichend großen Strömungsgeschwindigkeiten kommt es zu Wechselwirkungen zwischen der Flüssig- und Gasphase. Es kommt in den flüssigen Lamellen zur Wellenbildung. Die Wellenbewegung führt zu einer Abspaltung von sogenannten Flüssigkeitsringen, welche schlussendlich zu Tropfen zerfallen. Der Tropfenbildungsprozess folgt den selben Regeln wie der Zerfall der laminaren Strömung, welcher bereits in Unterabschnitt 2.3.1 erläutert wurde [29] [20]. Das Prozessschema des Lamellenzerfalls und der Tropfenbildung wird in Abbildung 18 gezeigt. Die optimale Wellenlänge  $\lambda_{opt}$  ist dadurch charakterisiert, dass

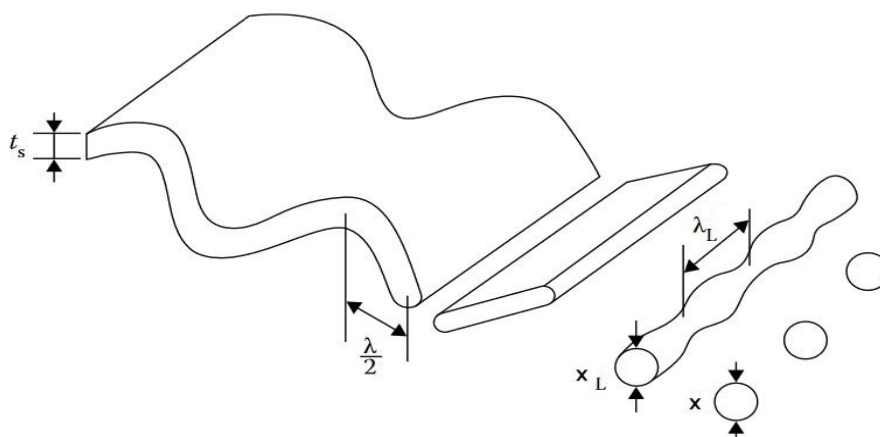


Abbildung 18: Schematischer Lamellenzerfall [20]



sie den größten Wachstumsratenfaktor aufweist. Für niedrig viskose Flüssigkeiten gilt:

$$\lambda_{opt} = \frac{4 * \pi * \sigma}{\rho_G * v^2} \quad (19)$$

Der Durchmesser des Flüssigkeitsring wird bestimmt durch:

$$D_L = \sqrt{\frac{8 * \delta_Z * \sigma}{\rho_G * v^2}} \quad (20)$$

Die Lamellendicke  $\delta_Z$  ist jene Dicke, welche die Lamelle beim Zerfallen in den Flüssigkeitsring aufweist.

Zur Beschreibung des Ausbreitungsverhaltens verschiedener Flüssigkeitslamellen, kann die dimensionslose Lamellenzahl  $\chi$  herangezogen werden. Es gilt:

$$\chi = \frac{\delta(r) * r}{A} \quad (21)$$

Bei der Lamellenzahl wird die Lamellendicke  $\delta(r)$  mit Mittelpunktabstand  $r$  der speisenden Düse multipliziert und auf die Querschnittsfläche  $A$  der Düse bezogen. Die Wellenzahl fungiert ebenso, um die drei beschriebenen Lamellenzerfallsmodelle voneinander abzugrenzen. In der Literatur [29] ist der Übergang zwischen der Randwulstkontraktion und des aerodynamischen Zerfalls mit folgendem Grenzwert voneinander getrennt:

$$\sqrt{\chi} * We > 370 \quad (22)$$

In [20] werden empirische Gleichungen für die Bestimmung der Lamellendicke angeführt, auf welche jedoch nicht weiter eingegangen wird.

Wie bereits die angeführten Gleichungen zeigen, sind die Zerfalls-, die Wellenlänge und auch der charakteristische Tropfendurchmesser von einer Vielzahl von Parametern abhängig. Unter anderem handelt es sich dabei um die Dichte, die Lamellenzahl und der Weber Zahl. Eine betragsmäßig kleine Weber Zahl führt dazu, dass langwellige Lamellen durch die Düse entstehen. Bei sonstigen gleichbleibenden Eigenschaften führt die Erhöhung der Weber Zahl und die damit verbundene steigende Strömungsgeschwindigkeit, zur Abnahme der Wellenlänge. Daraus folgt, dass kürzere Lamellen produziert werden. Diese kurzwelligen Düsenerzeugnisse haben jedoch die besondere Eigenschaft, dass die Tropfengröße nun nur mehr von der Lamellenzahl  $\chi$  abhängig ist und die Weber Zahl keinen nennenswerten Einfluss mehr hat. Aus dieser Eigenschaft lässt sich beim aerodynamischen Zerfall die Besonderheit ableiten, dass bei vor-

gegebener Düsengeometrie und Fluideigenschaften, die Tropfengröße bei ansteigender Strömungsgeschwindigkeit näherungsweise konstant bleibt. Des Weiteren folgt daraus, dass der Volumenstrom direkt proportional zur Strömungsgeschwindigkeit ist. Dieses beschriebene Phänomen bringt den praxisrelevanten Vorteil mit sich, dass der Volumenstrom innerhalb definierter Grenzwerte während des Betriebs variiert werden kann ohne, dass sich der Tropfendurchmesser ändert. [29] In Abbildung 19 sind die Grenzwerte zwi-

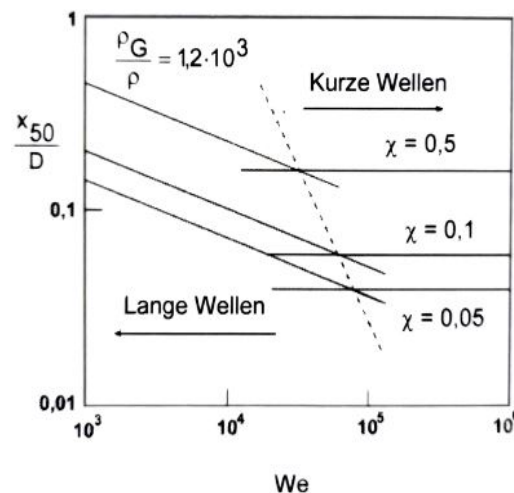


Abbildung 19: Wellenlänge in Abhängigkeit der Weber- und Lamellenzahl [29]

schen kurzen und langen Wellen und die damit verbundene Eigenschaft der konstanten Tropfengröße ersichtlich, wobei  $x_{50}$  die mittlere Tropfengröße beschreibt. [29]

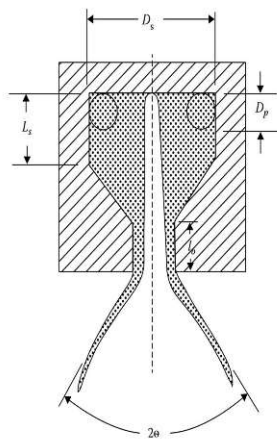
### 2.3.3 Tangential-Düsen

Um bei der Eindüsung des Beizschlammes ein optimales Sprühbild zu erhalten, werden auf einem Düsenprüfstand Tests durchgeführt. Bei den zu testenden Düsen handelt es sich um speziell dotierte Hochleistungskeramikdüsen, bei welchen die zu zerstäubende Flüssigkeit durch tangentielle Bohrungen eingebracht wird.

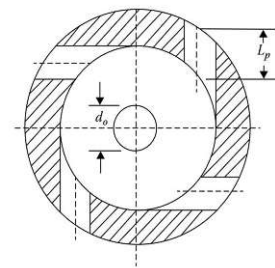
Diese Art der Zerstäuber werden “Tangential Hohlkegel Druckdüse [29]” oder “Simplex Zerstäuber [20]” genannt, im Folgenden werden sie der Einfachheit halber mit Tangential-Düsen bezeichnet.

Tangential-Düsen erzeugen, in Bezug auf den Düsenaustrittsdurchmesser, die Tropfen mit dem kleinsten charakteristischen Durchmesser und gewährleisten dadurch die verhältnismäßig größte Oberfläche. Aufgrund diesen Vorteils weisen sie auch eine hohe praktische Relevanz auf und finden in breiten Anwendungsbereichen Einsatz. Bei diesen

Zerstäubern wird die zu zerteilende Flüssigkeit durch eine oder mehrere tangential angeordneten Bohrungen in die Düsenkammer eingebracht. Durch die Art der Einbringung und der runden Konstruktion der Düse, wird dem Medium eine Winkelgeschwindigkeit verliehen, welche durch die Verjüngung der Düse noch verstärkt wird. Die axialen und tangentialen Geschwindigkeitskomponenten am Düsenaustritt sind für den Kegelwinkel der Flüssigkeitslamellen maßgeblich. [20] [29] In Abbildung 20a ist zu erkennen, dass



(a) Tangential-Düse



(b) Tangential-Düse Querschnitt

Abbildung 20: Geometrie einer Tangential-Düse [20]

sich in der Drallkammer im Zentrum ein Luftkern bildet. Dieser Luftwirbel führt dazu, dass die Düsenmündung nicht vollständig mit Flüssigkeit verschlossen ist. Deswegen können bei einem definierten Volumenstrom vergleichsweise größere Düsenmündungen verwendet werden als bei anderen Einstoff-Düsen. Dies bringt den Vorteil mit sich, dass Tangential-Düsen weniger anfällig für Verstopfungen sind.

Die Ausbildung des vollständigen Flüssigkeitssprays ist ein druckabhängiger Prozess und kann in mehrere Teilschritte unterteilt werden. Die fünf Prozessschritte sind in Abbildung 21 gezeigt. Zu Beginn treten die zwei bereits beschriebenen Stadien der Tropfenphase und der laminare Strahlenzerfall ein. Im dritten Schritt überwiegen noch die Oberflächenkräfte der Flüssigkeit und es kommt dadurch zu der Bildung einer geschlossenen Blase. Durch weitere Druckerhöhung zerstäubt die Hohlform und es entstehen grobe und ungleichmäßige Tropfen. Erst durch das weitere Erhöhen des Drucks kommt es zu der finalen Zerstäubung der Flüssigkeitslamellen. Ein nicht unwesentlicher Nachteil der Tangential-Düsen besteht darin, dass der Volumenstrom, welcher die Düse durchströmt, mit der Quadratwurzel vom Einspritzdruck abhängig ist. Das bedeutet, dass bei einer gewünschten Verdopplung des Flüssigkeitsdurchsatzes, der Druck vervierfacht werden

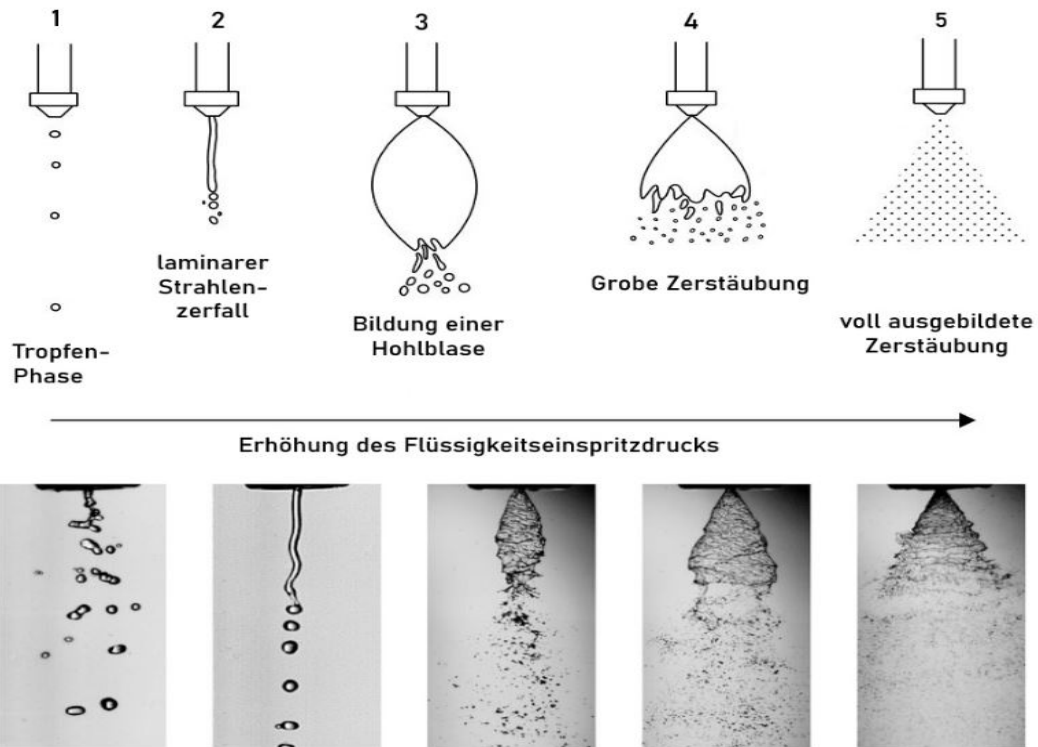


Abbildung 21: Spraybildung bei einer Tangential-Düse, oben: schematische Darstellung, unten: fotografische Aufnahme [20]

muss. [20] [29]

### 3 Schlammanalyse

Die Analysen und praktischen Versuche wurden unter Betreuung von Herr Ing. Daniel Fussek in der Andritz-metals Versuchsanlage in St. Pölten durchgeführt.

#### 3.1 Aufgabenstellung und Zielsetzung

Die Aufgabenstellung ergibt sich aus dem definierten Ziel, den entstehenden Beizschlamm aus den Beizbottichen in den PYROMARS-Röstreaktor durch Siliziumdüsen einzubringen. Für die Auslegung und Kalkulation der Schlammereinbringung in den Reaktor ist es unabdingbar, die Grenzwerte der Schlammkonzentration zu kennen. Der limitierende Faktor in Bezug auf die maximal mögliche Schlammkonzentration sind die bereits im Unterabschnitt 2.3.3 beschriebenen Tangential-Düsen.

Demnach kann die Aufgabenstellung definiert werden, die maximale Feststoffkonzentration, welche durch die Düsen gefördert werden kann, experimentell zu bestimmen. Als maximale Konzentration wird jener Schlammanteil bezeichnet, welcher gerade noch durch die Düsen gefördert werden kann, ohne dass es zu einer Veränderung des Sprühbilds oder zu einer Verstopfung der Düse kommt.

Da die in Unterabschnitt 2.1 durchgeführte Recherche nahelegt, dass es sich bei den Feststoffen im Beizschlamm um sehr kleine, aber auch sehr schwere Partikel handelt, wird ebenfalls die Aufgabe definiert, das Partikelverhalten im trockenen Zustand als auch in Flüssigkeiten zu untersuchen. Darunter fällt die Bestimmung der Sedimentationsgeschwindigkeit, der Schüttdichte, der Dichte und das Beobachten des Trocknungsverfahrens und die damit verbundene Agglomeration. Weiters soll durch ein Fotomikroskop auf die Form und Größe der Partikel geschlossen werden. Die Konstruktion und Auslegung der bisher verkauften PYROMARS-Anlagen und der zugehörigen Röstreaktoren erfolgte bis jetzt ausschließlich mit zu regenerierender Altsäure und anderen flüssigen Medien. Daher verspricht man sich anhand der Ergebnisse dieser Versuche, Rückschlüsse auf eventuelle konstruktive Schwierigkeiten, welche im Zusammenhang mit Feststoffpartikeln im System entstehen können, zu ziehen.

#### 3.2 Outokumpu Beizschlamm- und Zunderlieferung

Die Bereitstellung der Proben erfolgt durch ein in Krefeld stationiertes Stahlwerk, welches auf ferritischen Edelstahl spezialisiert ist und zum Werkstoffunternehmen Outokumpu gehört. [26]

Es ist angedacht, die Sprühversuche mit direkt aus einem Beizbottich gewonnenen Beizschlammproben durchzuführen. Die Beizbottiche in der Krefelder Edeldstahlanlage sind allerdings nur im Anlagenstillstand zugänglich und jeder Stillstand ist mit Produktions- einbußen verbunden. Demnach werden die Beizbehälter nur zu definierten Zeitpunkten im Jahr gereinigt und von Beizschlamm gesäubert. Daher können keine größeren Mengen Schlamm ohne längere Verzögerungen beschafft werden. Stattdessen wird ein circa 25 kg schweres Fass mit Zunder geliefert. Dabei handelt es sich um jenen Feststoff, welcher durch mechanische Bearbeitung, noch vor dem Beizbereich, vom Stahlband entfernt wird. In Anbetracht der Tatsache, dass die Beizsektion nur ein weiterer Schritt in der Prozesskette ist, um den zu bearbeitenden Stahl zu reinigen und von Zunder zu befreien, ist davon auszugehen, dass der mechanische abgetrennte Zunder eine sehr vergleichbare Zusammensetzung hat wie der Feststoff im Beizschlamm. Zusätzlich zu dem Zunderfass wird auch noch eine geringe Probe mit Schlamm, welcher direkt aus der Beizsektion stammt, mitgeliefert. In Abbildung 22a und Abbildung 22b ist die beschaffte Probe und der kleine Behälter mit dem Beizschlamm zu sehen. Bei der Schlammprobe (Abbildung 22c) handelt es sich um ungefähr 50 mL.

Für die erste Begutachtung wird, wie auf Abbildung 22b ersichtlich ist, ein Teil des Zundermaterials auf ein weißes A4 Blatt geschüttet. Es ist zu erkennen, dass der Zunder aus dem Behälter sehr feucht ist und stark dazu neigt, Agglomerate und Flocken zu bilden. Der Beizschlamm wirkt sehr niedrigviskos.

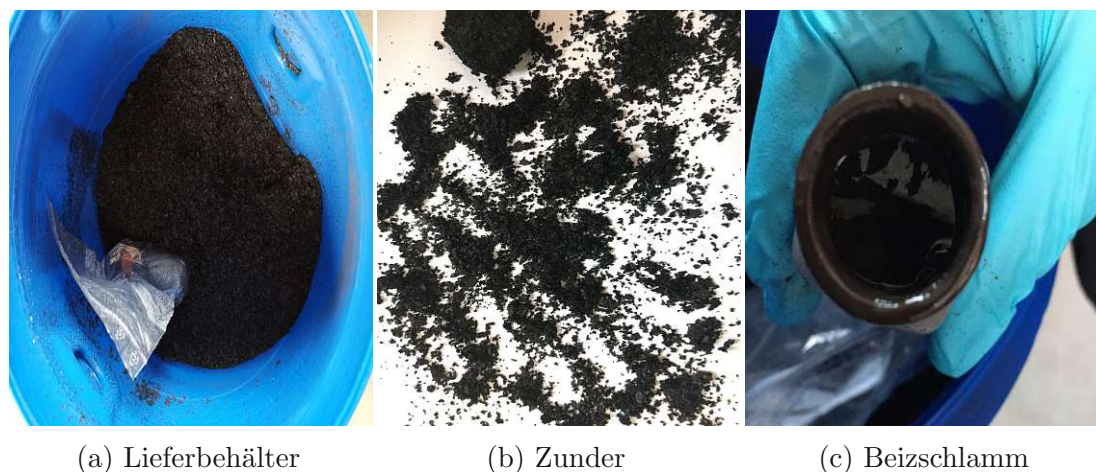


Abbildung 22: Outokumpu Beizschlamm- und Zunderlieferung



### 3.3 Analyse der Beizschlammprobe

Im folgenden Unterkapitel werden die Versuchsdurchführungen und Analyseergebnisse der erhaltenen Beizschlammprobe beschrieben. Die Versuche mit der Zunderprobe werden gesondert betrachtet und sind ab Unterabschnitt 3.4 beschrieben.

#### 3.3.1 Bestimmung der Dichte

Die Bestimmung der Dichte erfolgt bei 20°C Proben temperatur. Um eine möglichst homogene Probe entnehmen zu können, wird der in Abbildung 22c zu sehende Behälter verschlossen und stark geschüttelt, um die enthaltenen Feststoffpartikel in Schwebe zu bringen. Zeitnah nach dem Abstellen der Flasche wird eine Einweg-Kunststoffspritze bis

Masse	Volumen	Dichte
g	mL	g/cm <sup>3</sup>
13,8406	8	1,7301
13,7828	8	1,7729

Tabelle 8: Dichtebestimmung der Beizschlammprobe

zur Mitte in den Behälter gesteckt und eine Probe in die Spritze gesaugt. Der entnommene Beizschlamm wird so lange in einen Messzylinder gespritzt, bis die 8 mL-Marke erreicht ist. Der gläserne Zylinder wird zuvor auf einer Analysenwaage positioniert und die Waage auf die Masse des Messbehälters kalibriert. Aus den gemessenen Werten von Volumen und Masse lassen sich Werte für die Dichte bestimmen, diese Ergebnisse sind in Tabelle 8 aufgelistet. Das arithmetische Mittel der beiden Werte für die Dichte beträgt 1,7515 g/cm<sup>3</sup>. Der Versuchsaufbau ist in Abbildung 23 zu sehen. Da nur eine sehr begrenzte Menge an Beizschlamm vorhanden ist und bei jedem Mal Entleeren des Messzylinders und der Spritze ein Totvolumen verloren geht, wird davon abgesehen, den Versuch mehrmals durchzuführen.

#### 3.3.2 Bestimmung der Partikelgrößenverteilung

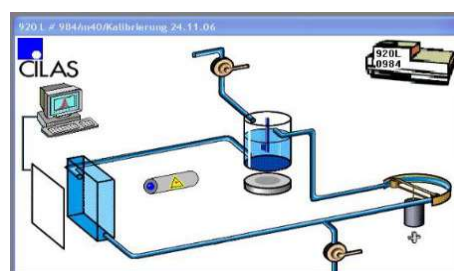
Die Analyse der Verteilung der Partikelgrößen erfolgt mit dem “Cilas Particle Size 920”. Das Cilas Laborgerät hat einen Messbereich von 0,3 µm bis 400 µm und weist eine Auflösung von 30 Klassen auf. Beim integrierten Laser handelt es sich um einen 830 nm / 3 mW Diodenlaser. Des Weiteren wird eine spezielle Multielement Photodiode als Detektor verwendet.



Abbildung 23: Versuchsaufbau für die Dichtebestimmung des Beizschlammes



(a) Gehäuse Cilas [13]



(b) Bedienungssoftware Cilas 920

Abbildung 24: Cilas Particle Size 920

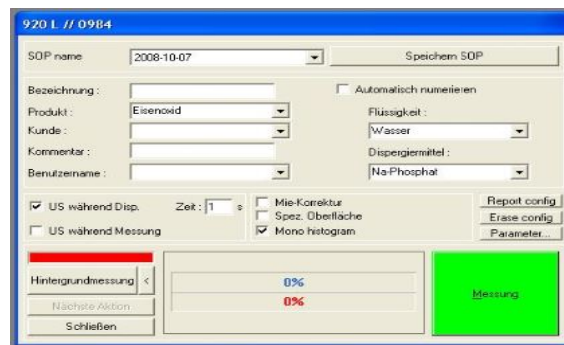
Um die Glasblende und die teilweise aus Glas bestehenden Rohrleitungen im Gerät nicht zu beschädigen, muss die Beizschlammprobe vor der Analyse neutralisiert werden. Hierfür werden 8 mL des Schlammes in ein Becherglas gefüllt und mit 120 mL Wasser verdünnt. Um den pH-Wert zu bestimmen, wird eine Glaselektrode mit einem zugehörigen pH-Meter verwendet. Die Elektrode wird mit einer Halterung so eingespannt, dass die Spitze etwas unter der Hälfte des Flüssigkeitsspiegels ist. Außerdem wird ein Magnetrührer im Becherglas hinzugegeben, um eine Ablagerung des Feststoffes am Behälterboden zu verhindern. Der beschriebene Versuchsaufbau ist in Abbildung 25a ersichtlich. Nun wird schrittweise so lange 30 %-ige Natronlauge hinzugegeben bis sich ein pH-Wert von größer als 7,5 einstellt. Der anfängliche pH-Wert beträgt 1,14 und ist demnach stark im sauren Bereich. Nach der Zugabe von 5,1 mL ist ein Wert von 8,05 erreicht und die Lösung ist damit im neutralen bzw. im leicht basischen Bereich. Die zugegebenen Mengen an Natronlauge sind in Tabelle 9 aufgelistet.

Für die Inbetriebnahme des Cilas Messgeräts wird zu Beginn über die Bedienungssoftware das Einlassventil geöffnet und Wasser in den Flüssigkeitsbehälter gepumpt. Die





(a) pH-Elektrode



(b) Einstellungen Cilas

Abbildung 25: Versuchsaufbau für die Neutralisierung der Beizschlammprobe

pH-Wert	Zugabe Natronlauge 30 %
[-]	mL
1,14	0
1,32	1
1,81	2
3,56	3
4,9	4
7,04	5
8,05	5,1

Tabelle 9: Neutralisation des Beizschlammms

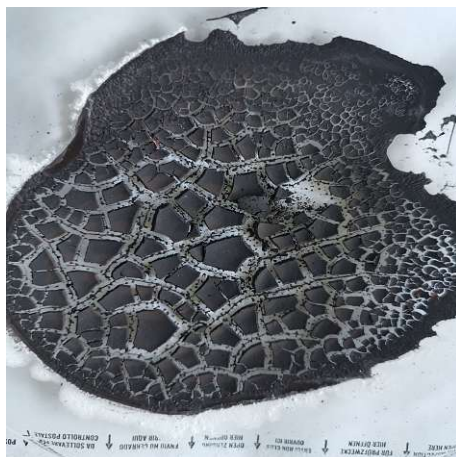
Beizschlammprobe kann nach der Neutralisation in diesen Cilas-Flüssigkeitsbehälter eingebracht werden. Da das Messgerät nur sehr kleine Probenmengen benötigt, erfolgt die Einbringung mittels einer Kunststoff-Einwegspritze. Damit alle Versuchsergebnisse miteinander vergleichbar sind und eine möglichst homogene Partikelverteilung besteht, erfolgt jede Probenentnahme aus dem Becherglas circa 1 cm über dem Magnetrührer. Nach Einbringung des zu bestimmenden Materials kann die Messung gestartet werden. Die Funktionsweise des Cilas 920 besteht darin, dass nach Messbeginn der Rührer im oben genannten Flüssigkeitsbehälter startet und somit den darin befindlichen Feststoff aufwirbelt. Danach wird die Pumpe aktiviert und die Suspension, bestehend aus Wasser und der Probe, zu der Messblende befördert. Dort wird der Diodenlaser aktiviert, um mögliche Agglomerate mittels Ultraschall aufzubrechen. Die Länge der Ultraschallbehandlung ist von den getroffenen Einstellungen abhängig, siehe Abbildung 25b. Die Ergebnisse der Cilas-Messung sind in Tabelle 10 zu erkennen. Das arithmetische Mittel der zehn ausgewerteten mittleren Durchmesser beträgt  $5,69 \mu\text{m}$ .

Messung	mittlerer Durchmesser	Ultraschall
	$\mu\text{m}$	s
1	5,52	1
2	5,32	1
3	4,47	1
4	5,32	1
5	5,87	1
6	4,33	3
7	7,82	3
8	7,38	3
9	7,19	10
10	3,66	10

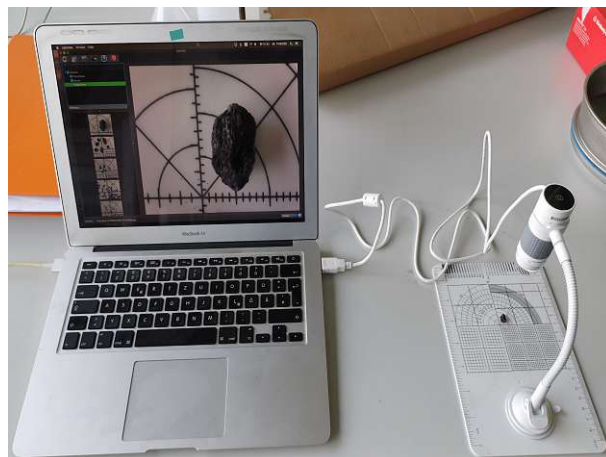
Tabelle 10: Auswertung Cilas

### 3.3.3 Trocknung und optische Analyse

Für die Sprühversuche wird der gelieferte Zunder mit Wasser vermischt und so eine simulierte Beizschlammprobe erzeugt, welche ohne Sicherheitsbedenken für den Laborprüfstand geeignet ist. Um Aussagen über die Vergleichbarkeit der Partikelform und Struktur zwischen Beizschlamm und Zunder treffen zu können, wird die neutralisierte Schlammprobe getrocknet und mit einem Fotomikroskop untersucht. Für die Trocknung wird die neutralisierte Probe auf eine Kristallisierschale aufgegeben und über Nacht in einem Trockenschrank gelagert. Neben dem neutralisierten Schlamm wird auch unbehandelter Beizschlamm auf einer weiteren Kristallisierschale getrocknet. Bei dem ver-



(a) Probe direkt nach Trocknung



(b) Eflex Digital-Mikroskop

Abbildung 26: Getrockneter und neutralisierter Beizschlamm

wendeten Mikroskop (Abbildung 26b) handelt es sich um ein “Eflex Digital-Mikroskop“, welches im Wesentlichen eine USB-Kamera mit einem 75x bis 300x Zoom ist.

Wie in Abbildung 26a zu sehen ist, hat die neutralisierte Beizschlammprobe durch die Trocknung Agglomerate in Form von Platten gebildet. Da die Kristallisierschale gewölbt ist, ist anzunehmen, dass im noch flüssigen Zustand der Probe, die großen Partikel nach unten ins Zentrum der Schale gewandert sind. Weiters ist davon auszugehen, dass die größeren Teilchen auch eine betragsmäßig größere Oberflächenspannung aufweisen. Demnach lässt sich auch begründen, warum die Größe der gebildeten Agglomerate von innen nach außen kleiner werden. Der “Bruch“ und die Kanalbildung beginnt dort, wo die durch die Oberflächenspannung erzeugte Kraft nicht mehr die Gewichtskraft der Einzelpartikel ausgleichen kann.

Abbildung 26a und Abbildung 27a lassen erkennen, dass sowohl der neutralisierte, als auch der unbehandelte Beizschlamm im Zuge der Trocknung stark agglomerieren und verklumpen.

Für die optische Analyse wird von jeder der zwei getrockneten Proben eine Spatelspitze sowohl vom feineren am Rand befindlichen Material, als auch von der dickeren, ag-



(a) Agglomerierter Beizschlamm



(b) Mechanisch behandelte Probe

Abbildung 27: Unbehandelter und getrockneter Beizschlamm

glomerierten und im Zentrum befindlichen Substanz entnommen. Die Partikelgröße ist bei der neutralisierten Probe (Abbildung 28a) kleiner als bei der Probe vom unbehandelten Beizschlamm (Abbildung 28b). In Bezug auf die Partikelform und Struktur ist kein wesentlicher Unterschied zwischen den zwei Proben zu erkennen. Beide haben eine scharfkantige und unstrukturierte Form.



(a) Eflex - neutralisierter Beizschlamm



(b) Eflex - unbehandelter Beizschlamm

Abbildung 28: Optische Analyse mittels Eflex Mikroskop

### 3.4 Analyse der Zunderprobe

Nach der genauen Betrachtung des Beizschlammes, folgt die Analyse der gelieferten Zunderprobe. Da nur eine sehr geringe Menge von direktem Beizschlamm beschafft werden konnte, wird wie bereits im vorherigen Unterabschnitt 3.3.3 beschrieben, der Zunder dafür verwendet, eine möglichst realitätsnahe Beizschlammprobe herzustellen, um damit die Sprühversuche durchzuführen. Dadurch ergeben sich zwei Vorteile. Da Schlamm, welcher direkt aus dem Beizbottich gewonnen wird, mit Mischsäure kontaminiert ist, müsste die Probe zuerst mit Natronlauge neutralisiert und anschließend mit Wasser gewaschen werden. Dieser Schritt entfällt bei der Verwendung von Zunder als Ausgangsstoff. Der zweite Vorteil besteht darin, dass durch das Durchführen einer einfachen Siebung, das verwendete Probenmaterial, in Bezug auf Partikelgröße, genau an die Anforderungen des Kunden und Auftraggebers angepasst werden kann.

Wenn das Konzept der Schlammeinbringung im PYROMARS-Röstreaktor am Markt etabliert werden kann, ist es realistisch, dass im Rahmen von weiteren Aufträgen noch andere Beizschlamm- oder Zunderproben analysiert werden müssen. Um eine Vergleichbarkeit der Ergebnisse garantieren zu können, sollen daher neben den Sprühversuchen, wieder optische Analysen durchgeführt werden.

#### 3.4.1 Trocknung

Partikel neigen mit steigendem Feuchtegehalt vermehrt zur Agglomeratbildung. Dies beruht auf der frei beweglichen Oberfläche der Flüssigkeit und der damit verbunden



Grenzflächenspannung der sich berührenden Phasen. [5]

Da dieses Verhalten für eine Siebtrennung hinderlich ist, wird das Zundermaterial getrocknet und im Zuge dessen der Feuchtegehalte und Feuchteanteil bestimmt werden. Zu Beginn wird das Zunderfass auf eine Kunststoffwanne mit großer Oberfläche entleert und durchgemischt. Nach der Homogenisierung erfolgt die Trocknung von zwei Zunderproben in einem Trockenschrank, siehe Abbildung 29. Die großen Klumpen und Brocken,



(a) Kunststoffwanne



(b) Trockenschrank

Abbildung 29: Trocknung des Zunders

welche sich gebildet haben und in Abbildung 29a zu erkennen sind, lassen bereits vor der Auswertung des Trocknungsprozesses auf einen nicht unwesentlichen Feuchtegehalt schließen. Während des Trocknungsvorgangs ist das Entweichen von Wasser anhand der Erhellung der Probe zu erkennen. Um die Trocknungsdauer zu reduzieren, werden die Proben in regelmäßigen Abständen gerührt.

Der Feuchtegehalt  $u_m$  wird mit

$$u_m = \frac{m_W}{m_{Tr}} = \frac{m_{Ges} - m_{Tr}}{m_{Ges} - m_W} \quad (23)$$

berechnet, er beschreibt das Verhältnis von Wasseranteil bezogen auf die Masse des trockenen Materials  $m_{Tr}$ . [19]

Der Feuchteanteil  $\psi_m$  hingegen wird mit dem Quotienten aus Wassermasse  $m_W$  zu der gesamten Masse  $m_{Ges}$  gebildet. [19]

$$\psi_m = \frac{m_W}{m_{Ges}} = \frac{m_{Ges} - m_{Tr}}{m_{Tr} + m_W} \quad (24)$$

Bei der Auswertung des Feuchtegehalts und -anteils wird zwischen den zwei Proben im Becherglas und in der Kristallisierschale unterschieden (Abbildung 29b). Aufgrund der kleineren Probenmenge und gleichzeitig aber auch größeren Oberfläche, ist die Trocknungsdauer der in der Kristallisierschale befindlichen Probe kürzer, nämlich 3 Stunden und 14 Minuten. Die Probe im Becherglas wird über Nacht getrocknet und befindet sich für 22 Stunden und 11 Minuten im Trockenschrank. Die Ergebnisse sind in Tabelle 11

	Gewicht Becherglas kg	Gesamtgewicht kg	Gewicht Zunder kg
feucht	1,078	4,713	3,635
trocken	1,078	4,347	3,269
Wasser verdunstet			0,366
Feuchteanteil [%]			10,07
Feuchtegehalt [%]			11,20

Tabelle 11: Trocknung Becherglas

	Gewicht Becherglas g	Gesamtgewicht g	Gewicht Zunder g
feucht	314,46	840,1	525,64
trocken	314,46	788,5	474,04
Wasser verdunstet			51,6
Feuchteanteil [%]			9,82
Feuchtegehalt [%]			10,89

Tabelle 12: Trocknung Kristallisierschale

und in Tabelle 12 zusammengefasst. Beim Vergleich ist zu erkennen, dass trotz der sehr unterschiedlichen Trocknungsdauer, die Werte für Feuchtegehalt und -anteil nahe beieinander liegen. Das lässt den Schluss zu, dass für die Probe im Becherglas eine kürzere Verweilzeit im Trockenschrank gewählt werden hätte können. In Abbildung 30 ist die getrocknete Probe in der Kristallisierschale zu erkennen. Die Substanz ist im Vergleich zu dem ungetrockneten Material wesentlich heller, ebenfalls sind keine Agglomerate zu erkennen. Die Form der einzelnen Partikel kann mit kleinen flachen Plättchen verglichen werden.

Um den Trocknungsvorgang für das restliche Zundermaterial effizienter zu gestalten, wird ein weiterer Trockenschrank in Betrieb genommen. Nachdem die gesamt gelieferte Zundermenge getrocknet wurde, wird sie zurück in die Kunststoffwanne befördert.



Abbildung 30: Getrockneter Zunder

### 3.4.2 Optische Analyse der Zunderprobe

Die Struktur und Partikelform des zu sprühenden Feststoffs ist im industriellen Betrieb vor allem für die eingesetzten Zerstäuber relevant. Bei den Rotationszerstäubern, welche bei den PYROMARS-Anlagen eingesetzt werden, erfolgt der Eintritt der Flüssigkeits-suspension über tangentiale Öffnungen (Vergleich Abbildung 20a), wodurch das Eintrittsmedium einer Winkelgeschwindigkeit ausgesetzt wird. Im Rahmen dieser tangentialen Einbringung wird es in Bezug auf die Abrasion des Düsenkörpers bzw. der Düsenmündung einen Einfluss haben, welche Partikelform beim zu sprühenden Feststoff vorliegt.

Um eine vernünftige Abschätzung des Abrasion Problems zu erhalten, aber auch um eine optimale Vergleichbarkeit mit zukünftigen zu analysierenden Beizschlamm- oder Zunderproben zu gewährleisten, wird bei den gesiebten Zunderfraktionen eine optische Analyse mittels USB-Mikroskop durchgeführt. Die Versuchsdurchführung erfolgt analog zu Unterabschnitt 3.3.3.





Abbildung 31: Eflex: Boden Fraktion

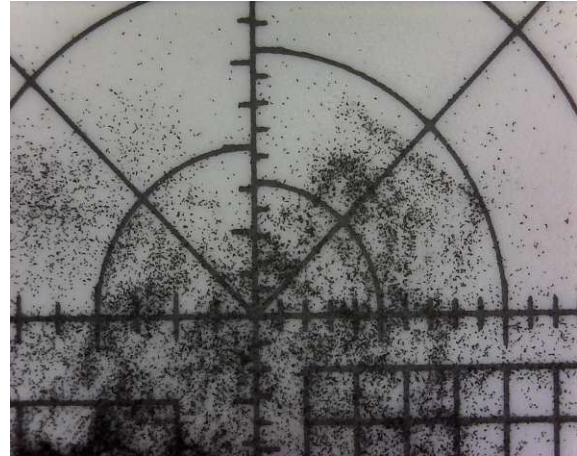


Abbildung 32: Eflex: 40 µm Fraktion

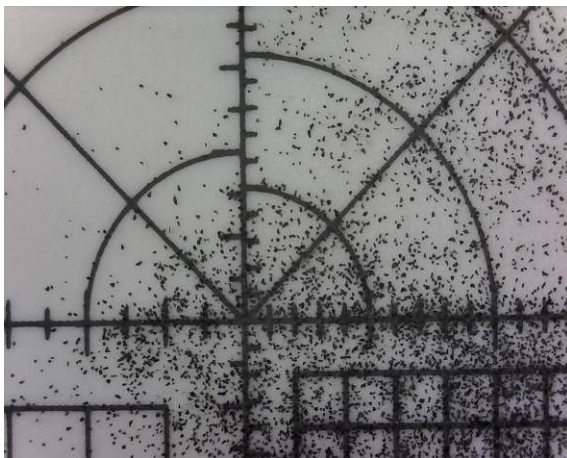


Abbildung 33: Eflex: 63 µm Fraktion

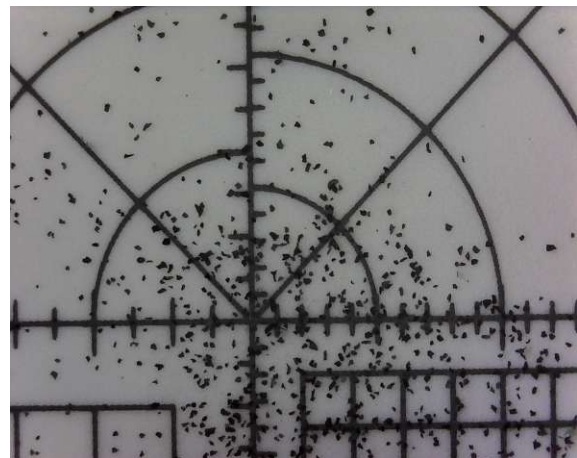


Abbildung 34: Eflex: 125 µm Fraktion

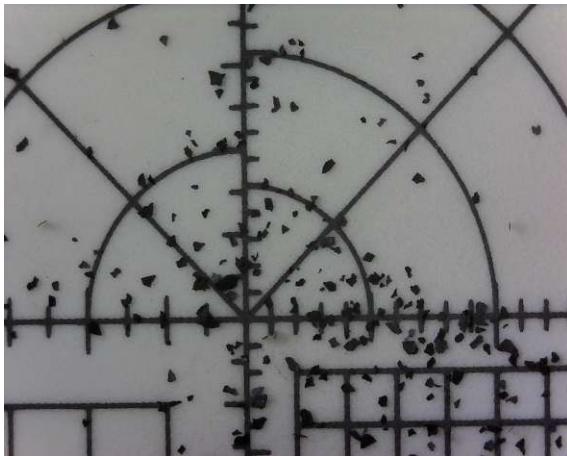


Abbildung 35: Eflex: 250 µm Fraktion

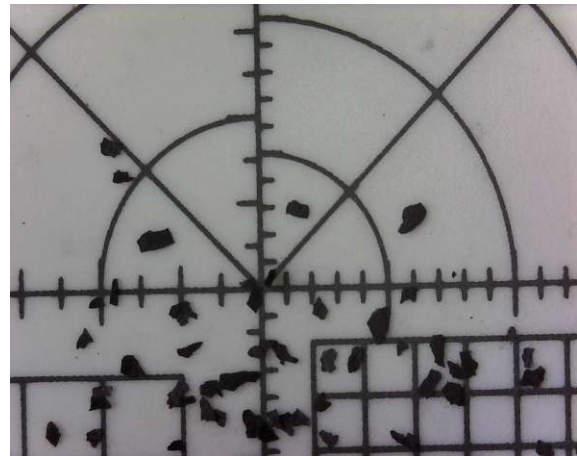


Abbildung 36: Eflex: 500 µm Fraktion

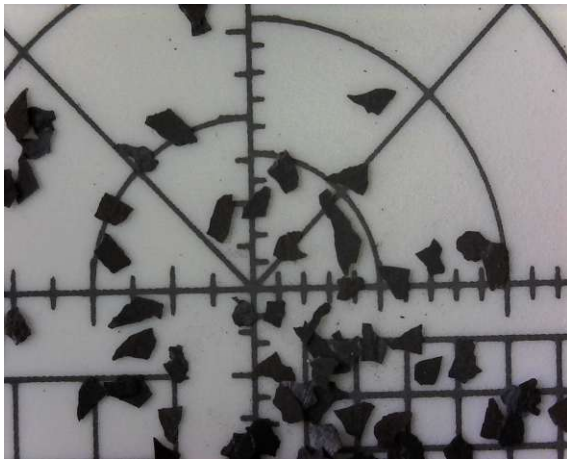


Abbildung 37: Eflex: 800 µm Fraktion

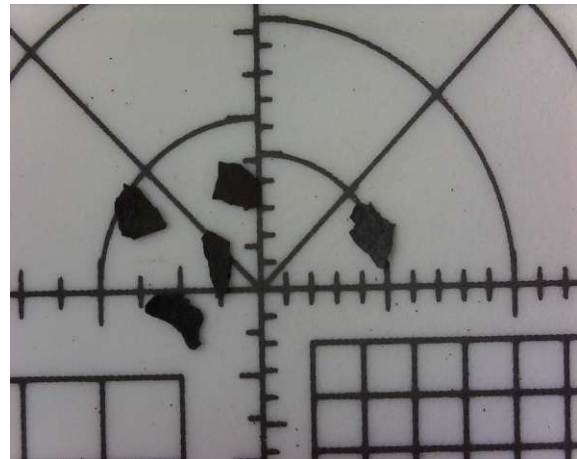


Abbildung 38: Eflex: 1 mm Fraktion

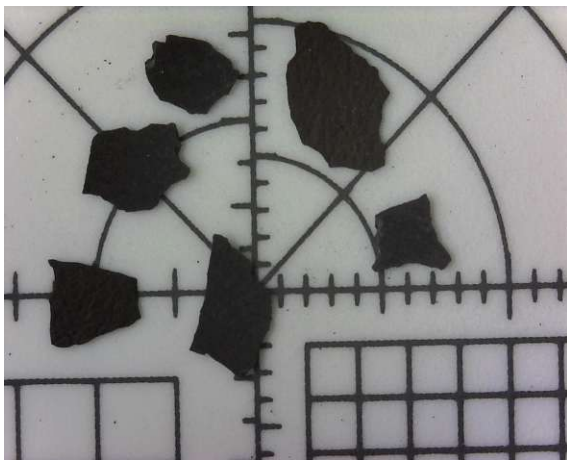


Abbildung 39: Eflex: 2 mm Fraktion



Abbildung 40: Eflex: 4 mm Fraktion

Die Aufnahmen der optischen Analyse sind in Abbildung 31 bis Abbildung 40 zu sehen. Die Partikelform der einzelnen Zunderfraktionen sind mit Ausnahme der 4 mm Fraktion von der Struktur her gleich, lediglich in der Größe unterscheiden sie sich. Die Form kann als scharfkantige und flache Plättchenstruktur beschrieben werden. Aufgrund der wesentlich anderen Struktur und Größe ist davon auszugehen, dass es sich bei der 4 mm Sektion um Verunreinigungen und dementsprechend um keinen Zunder handelt.

### 3.4.3 Herstellung einer repräsentativen Probe für die Sprühversuche

Das Konzept der PYROMARS-Schlammbehandlung wird von der Andritz AG in einen taiwanesischen Stahlwerk umgesetzt. Der Kunde hat den bei sich anfallenden Beizschlamm getrocknet und die Probe anschließend mit einem Siebturm getrennt. Die Ergebnisse wurden übermittelt, um eine möglichst vergleichbare Probe herzustellen, diese



NO.	mesh size(mm)	remain weight	passing particle weight	total weight	percentage(%)	Gap	
1	1	0	189,617	0	0,00%	0,01%	0,01%
2	0,84	0,0208	189,596	0,0208	0,01%		
3	0,71	0,0233	189,573	0,0441	0,02%	0,10%	0,18%
4	0,5	0,1922	189,381	0,2363	0,12%		
5	0,42	0,339	189,042	0,5753	0,30%	82,61%	9,12%
6	0,149	156,6392	32,403	157,2145	82,91%		
7	0,105	17,2867	15,116	174,5012	92,03%	6,22%	0,42%
8	0,074	11,7995	3,316	186,3007	98,25%		
9	0,061	0,7995	2,517	187,1002	98,67%	1,33%	
total			2,5168	189,617	100,00%		

Abbildung 41: Siebanalyse 1 des Kunden

NO.	mesh size(mm)	remain weight	passing particle weight	total weight	percentage(%)	Gap	
1	1	0	238,857	0	0,00%	0,01%	0,09%
2	0,84	0,025	238,832	0,025	0,01%		
3	0,71	0,2145	238,618	0,2395	0,10%	0,30%	0,05%
4	0,5	0,712	237,906	0,9515	0,40%		
5	0,42	0,1165	237,789	1,068	0,45%	85,27%	8,27%
6	0,149	203,68	34,109	204,748	85,72%		
7	0,105	19,752	14,357	224,5	93,99%	5,31%	0,14%
8	0,074	12,693	1,664	237,193	99,30%		
9	0,061	0,335	1,329	237,528	99,44%	0,56%	
total			1,3290	238,857	100,00%		

Abbildung 42: Siebanalyse 2 des Kunden

sind in Abbildung 41 und Abbildung 42 ersichtlich. Zuerst wird das Ergebnis von Abbildung 41 betrachtet. Am Sieb mit der Maschenweite von 0,149 mm bleibt am meisten Material zurück, die zurückgehaltenen 156,6392 g entsprechen 82,61 % der gesamten eingebrachten Menge. Das Sieb mit der Maschenweite von 0,105 mm hält mit 17,2867 g am zweitmeisten zurück, gefolgt von Sieb Nummer 8, welches für 6,22 % des gesamten Einsatzes undurchlässig ist. Daraus folgt, dass 97,95 % der gesiebten Partikel auf nur drei Sieben zurückbleiben. Betrachtet man die zweite Siebanalyse (Abbildung 42), fällt das Ergebnis von der Gewichtung sehr ähnlich aus. Wie beim ersten Versuch bleibt am Sieb Nummer 6 am meisten zurück, nämlich 85,27 % der Gesamtmasse. Wieder gefolgt von Nummer 7 mit 8,27 % und Nummer 8 mit 5,31 %. Dies entspricht in Summe 236,125 g

bzw. 98,86 % der gesamten Partikeln.

Nun gilt es aus der vorhandenen Zunderprobe ein Ausgangsmaterial herzustellen, welches eine möglichst ähnliche Partikelverteilung aufweist. Dafür wird der im Labor befindliche Retsch-Vibrations-Siebturm verwendet. Zu Beginn werden die vorhandenen Siebe gewogen und damit das Leergewicht bestimmt. Bevor der erste Siebdurchgang gestartet wird, wird das Zunderausgangsmaterial in der Kunststoffwanne gut durchmischt, um eine möglichst homogene Probe entnehmen zu können. Das Startgewicht für die erste Siebung beträgt 411,6 g. Die Siebdauer wird mit 5 Minuten gewählt, die am Siebgerät einstellbare Amplitude mit  $1,25 \frac{mm}{g}$ .

Es ist zu berücksichtigen, dass bei einem zu gering gewählten Wert für die Amplitude, die Partikel nicht weit genug in die Höhe befördert werden und demnach auch nicht frei über den Siebboden wandern können. Hingegen führt eine zu groß gewählte Amplitude dazu, dass die Teilchen eine zu geringe Verweilzeit am Sieb haben und damit verbunden weniger Gelegenheit haben, durch die Maschen zu rutschen.[11]

Der Siebturm-Hersteller Retsch empfiehlt den verwendeten Wert für die Amplitude in seiner Gebrauchsanweisung. [11]

Die Ergebnisse der durchgeführten Siebung sind in Tabelle 13 aufgelistet. Es ist zu

Sieb-nr.	Maschenweite	Leergewicht g	Gewicht voll g	Differenz g	prozent. Verteilung %
9	4 mm	401,8	401,9	0,1	0,024
8	2 mm	323,6	327,3	3,7	0,899
7	1 mm	305,2	343,4	38,2	9,281
6	800 $\mu$ m	280,5	300,2	19,7	4,786
5	500 $\mu$ m	279,5	346,8	67,3	16,351
4	250 $\mu$ m	246	342,2	96,2	23,372
3	125 $\mu$ m	273,1	369,9	96,8	23,518
2	63 $\mu$ m	271,7	331,6	59,9	14,553
1	45 $\mu$ m	271,4	282,4	11	2,672
0	Boden	338,6	357,2	18,6	4,519
		Summe	411,5	99,975	

Tabelle 13: Ergebnis Siebanalyse 1 mit 411,6 g Eingabegewicht

berücksichtigen, dass sich die Maschenweiten der im Labor verwendeten Siebe von denen, die der Kunde für seine Analyse verwendet hat, unterscheiden. In Betracht auf die prozentuale Verteilung der zurückgehaltenen Partikel bei der Siebung des Kunden, sind vor allem Siebnummer 4 und Siebnummer 3 beim selbst durchgeführten Sieben zu be-

trachten. Das Resultat des ersten Siebdurchgangs zeigt, dass auf diesen zwei Sieben der gewichtsbezogene größte Anteil mit 46,89 % an Partikeln zurückbleibt. Auf Sieb Nummer 5 bleibt mit 67,3 g die drittschwerste Fraktion zurück, gefolgt von Sieb Nummer 2, auf welchem 14,553 % der eingebrachten Masse nicht durch die Maschen gewandert sind. Die Verluste von 0,1 g lassen sich durch Staubrückstände, welche sich an den Dichtungen zwischen den Sieben und am Deckel angelagert haben und beim Auseinanderbauen des Turms abgefallen sind, erklären.

Vergleicht man die Gewichtswerte der zurückgehaltenen Partikel in den Sieben, bei der eigenständig durchgeführten Siebung, mit den Werten des Kunden, ist zu erkennen, dass zumindest in erster Näherung die Ergebnisse in der selben Größenordnung liegen. Um für die Sprühversuche eine möglichst große Probe herstellen zu können, gilt es nun das gesamte Zundermaterial zu trennen.

Vor der Versuchsdurchführung werden zehn Behälter mit der jeweiligen Fraktionsgröße beschriftet und deren Leergewicht bestimmt. Die zu siebende Probe wird in der Kunststoffwanne ein weiteres Mal durchgemischt, um eine bestmögliche Homogenisierung zu erreichen. Die zu verwendende Waage wird auf das Gewicht der Einbringschale, mit welcher das Material im Siebturm befördert wird, skaliert. Die Siebzeit und die Amplitude des Rüttelturms wird, wie schon im vorherigen Versuch, mit 5 Minuten bzw. mit  $1,25 \frac{mm}{g}$  gewählt. Der Versuchsaufbau ist in Abbildung 43 zu sehen. Nach jedem fertigen



Abbildung 43: Versuchsaufbau Siebung, Siebturm, Waage und Fraktionsbehälter

Siebdurchgang, wird der Turm schrittweise in seine einzelnen Fraktionen zerlegt und die jeweiligen Siebrückstände in die dafür vorgesehenen Behälter befördert. Die Siebe

werden danach mit einer feinen Bürste gesäubert, um etwaige Rückstände zu entfernen. Insgesamt werden 17216,1 g Zunder in den Siebturm eingebracht und gesiebt. Nach dem letzten durchgeführten Siebdurchgang, werden die einzelnen Fraktionsbehälter erneut gewogen und das Gewicht der zurückgehaltenen Partikel bestimmt. Die Ergebnisse sind

Behälter	Maschenweite	Leergewicht g	Gewicht voll g	Differenz g	prozent. Verteilung %
9	4 mm	215,9	420,2	204,3	1,20
8	2 mm	881	1079	198	1,17
7	1 mm	497,5	2318,5	1821	10,73
6	800 $\mu\text{m}$	497,5	1372,4	874,9	5,16
5	500 $\mu\text{m}$	497,7	3427,4	2929,7	17,27
4	250 $\mu\text{m}$	497,2	4588,7	4091,5	24,12
3	125 $\mu\text{m}$	496,9	4022,8	3525,9	20,78
2	63 $\mu\text{m}$	496,4	2772,7	2276,3	13,42
1	45 $\mu\text{m}$	497	995,9	498,9	2,94
0	Boden	615	1159,8	544,8	3,21
			Summe	16965,3	100

Tabelle 14: Siebdurchgang - gesamtes Zundermaterial

in Tabelle 14 dargestellt. Die Werte sind jenen der ersten Siebung (Tabelle 13) sehr ähnlich, lediglich die Menge der Fraktion 125  $\mu\text{m}$  hat sich mit einer Differenz von 2,74 % am meisten verändert.

Der relativ hohe Verlust von 250,8 g ist damit zu erklären, dass es bei jedem Siebdurchgang zu Anlagerungen an den Dichtungen und dem Deckel des Siebturms gekommen ist. Des Weiteren ist bei Siebdurchgang Nummer 9 bei der Materialeinbringung in den Siebturm etwas verschüttet worden. Dieses Material kann nicht rückgewonnen werden und macht den Großteil der Verluste aus. Um eine möglichst große Probenmasse herzustellen, wird die gesamte Menge der von Sieb Nummer 3 und Nummer 4 zurückgehaltenen Partikel verwendet. Die genauen Bestandteile der zusammengemischten Probe, mit welcher die Sprühversuche durchgeführt werden, ist in Tabelle 15 ersichtlich.

### 3.5 Sprühversuche

Wie bereits in Unterabschnitt 3.1 erwähnt, ist der limitierende Faktor, in Bezug auf die maximal mögliche Suspensionskonzentration, die Tangential-Düse. Um diese Maximalkonzentration zu bestimmen, wird ein Sprühstand im Labormaßstab für etwaige

Behälter	Maschenweite $\mu\text{m}$	Einwaage g	prozent. Verteilung %
6	800	16	0,18
5	500	15	0,17
4	250	4091,5	45,08
3	125	3525	38,84
2	63	1378	15,18
1	45	50	0,55
Summe		9075,5	100,00

Tabelle 15: Hergestellte Zunderprobe

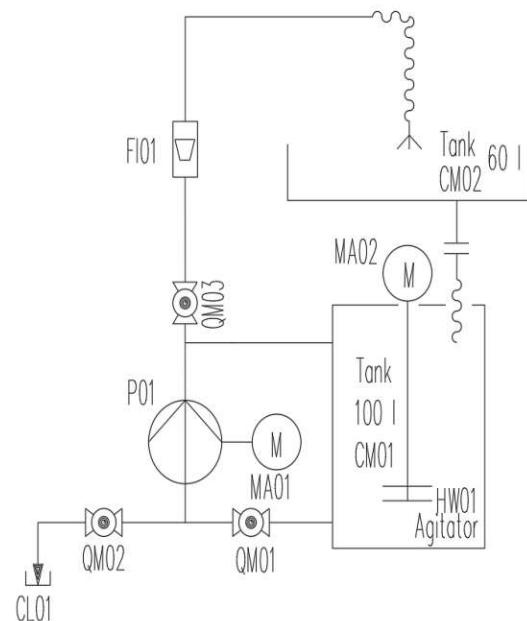
Sprühversuche verwendet.

### 3.5.1 Versuchsaufbau Sprühversuche

Der Versuchsstand ist in Abbildung 44a zu sehen. Des Weiteren wird für die bessere Visualisierung ein Prozessschema vom Versuchsaufbau gezeichnet, welches in Abbildung 44b dargestellt ist. Um ein repräsentatives Ergebnis bei den einzelnen Sprühdurch-



(a) Versuchsstand - Sprühanlage



(b) Prozessschema des Versuchsstands

Abbildung 44: Versuchsaufbau Sprühversuche

gängen zu erhalten, muss dafür gesorgt werden, dass die eingebrachten Feststoffpartikel



im schwebearartigen Zustand in der Flüssigkeit bleiben, um dadurch von einer homogenen Zweiphasen-Strömung ausgehen zu können. Aus diesem Grund wird der im Versuchsstand befindliche Behälter (CM01, vergleiche Abbildung 44) mit einem Rührer (HW01, siehe Abbildung 45a) ausgestattet. Bei dem Drehzahlgeber handelt es sich um einen Hei-Torque Value 100 Laborrührer, welcher einen Drehzahlbereich von 10 bis 2000 U/min und ein maximales Drehmoment von 100 Ncm aufweist. Das technische Datenblatt ist im Anhang beigelegt.

Für die Förderung wird eine mehrstufige Wilo Helix Inline-Pumpe, vom Typ Helix VE 208-1/16/E/S verwendet.[41]

Im Normalbetrieb ist der Kugelhahn QM02 geschlossen und die Ventile QM01 und QM03 sind geöffnet. Die Pumpe saugt das Fluid aus dem Tank CM01, welcher ein Gesamtfassungsvermögen von 100 Liter aufweist, durch die senkrechte Rohrleitung in den Düsenstock. Zwischen der Pumpe und der Düse ist ein Schwebekörper-Durchflussmesser (FI01) angebracht, um den Volumenstrom bestimmen zu können. Das aus der Düse austretende Fluid wird von einer Sammelwanne aufgefangen. Über einen Schlauch, welcher am Austrittsstutzen der Auffangwanne montiert ist, kann das Medium zurück in den Ausgangsbehälter geleitet werden. Neben dem Normalbetrieb kann durch Schließen des Kugelhahns QM03, das Fluid durch den kurzen Kreislauf des Systems zirkuliert werden. Die Entleerung des gesamten Versuchsstands erfolgt bei ausgeschalteter Pumpe und geöffnetem Kugelhahn QM02. Beim Auslaufen wird das Medium in den Sumpf CL01 der gesamten Andritz-Versuchsanlage geleitet. Der Düsenstock, in welchem die Spezialdüse



(a) Rührer



(b) Düseneinbau



(c) Draufsicht Düsenstock

Abbildung 45: Versuchsaufbau Sprühversuche - Rührer und Düseneinbau

eingebaut ist, ist mittels Bajonettverschluss an dem zu durchströmenden Flansch befestigt. Die einzelnen Komponenten des Düsenstocks sind in Abbildung 45b ersichtlich. Die Düse selbst wird in eine aus Kunststoff bestehende Düsenhalterung eingesetzt. Diese Halterung wird durch vier Schrauben ans Zwischenstück geschraubt. Das Zwischenstück wird final in den Bajonett-Flansch gesetzt und mittels Drehbewegung an den Versuchsstand angebracht. Zwischen jeder der genannten Komponenten ist ein Dichtungselement vorhanden, um unerwünschte Flüssigkeitskanäle zu unterbinden. Der fertige Einbau des gesamten Düsenstocks ist in Abbildung 45c verdeutlicht.

### 3.5.2 Versuchsdurchführung

Vor der Inbetriebnahme des Versuchsstandes wird er mit Wasser durchgespült, um etwaige Fremdpartikel zu entfernen und so eine Verfälschung der Ergebnisse zu verhindern. Wie aus Tabelle 15 ersichtlich ist, stehen 9,08 kg Zunderprobe für die Durchführung der Sprühversuche zur Verfügung. Der Referenzwert bei bereits bestehenden Anlagen liegt bei 25 g Feststoff pro Liter Flüssigkeit, demnach wird dieser Wert als Startkonzentration gewählt. Um eine möglichst hohe Konzentration mit der begrenzten Menge des Zundermaterials erreichen zu können, wird der Ausgangsbehälter im Sprühstand nur bis zu 30 % des maximal möglichen Füllstands von 100 Liter gefüllt. Vor dem ersten Mal befüllen, wird der Entleerungskugelhahn QM02 geöffnet, um das von der Reinigung verbliebene Wasser in den Rohrleitungen vollkommen zu entleeren. Dementsprechend ist von 30 Litern Flüssigkeit im gesamten Sprühsystem auszugehen. Basierend auf der eingebrachten Wassermenge  $V_{Wasser}$ , lässt sich das einzubringende Gewicht an Zunder  $m_{Zunder}$  berechnen, um die gewünschten Konzentrationen  $c_{fest}$  zu erhalten.

$$c_{fest} = \frac{m_{Zunder}}{V_{Wasser}} \rightarrow m_{Zunder} = V_{Wasser} * c_{fest} \quad (25)$$

Die mit Gleichung 25 bestimmten Ergebnisse sind in Tabelle 16 aufgelistet. Um Referenzen in Bezug auf das Sprühbild zu erhalten, wird vor der ersten Feststoffzugabe das Sprühsystem ausschließlich mit Wasser getestet. Das bei 4,2 bar Pumpendruck entstandene Spray ist in Abbildung 46 zu sehen. Der Durchfluss beträgt 210 l/h. Es ist deutlich zu erkennen, dass durch den turbulenten Zerfall der Flüssigkeit eine vollständig ausgebildete Zerstäubung herrscht. Während des Sprühens bleibt der Durchmesser des gebildeten Sprühkegels konstant. Das Wasser läuft über den Ablaufstutzen in der Wanne in den Tank zurück.

Versuchsnr.	Volumen $V_{Wasser}$ L	Feststoffkonzentration $c_{fest}$ g/L	Zunder $m_{Zunder}$ kg
Sprühversuch 1	30	25	0,75
Sprühversuch 2	30	85	2,55
Sprühversuch 3	30	125	3,75
Sprühversuch 4	30	205	6,15
Sprühversuch 5	30	255	7,65
Sprühversuch 6	30	300	9
Sprühversuch 7	30	350	10,5

Tabelle 16: Einzubringende Zundermasse



Abbildung 46: Sprühbild Wasser

### 3.5.2.1 Sprühversuch 1 - 25 g/L Zunderkonzentration

Für den ersten Sprühversuch mit Feststoff wird der Versuchsstand optimiert. Die abfließende Flüssigkeit wird durch den Schlauch nicht mehr in den Ausgangstank zurückgeleitet, sondern in einen separat bereitgestellten Behälter. Dies beruht auf der Annahme, dass aufgrund ihrer hohen Dichte, die Feststoffpartikel in der Auffangwanne zurückbleiben und der entstehende Abfluss-Flüssigkeitsstrom nicht ausreicht, um die Partikel in den Tank zurückzubefördern. Eine Verdünnung und das nicht Konstantbleiben der Feststoffkonzentration während des Sprühversuchs wären die Folgen. Weiters ist davon auszugehen, dass durch die Zerstäubung der Flüssigkeit ein Sprühnebel entsteht, welcher sowohl zu Flüssigkeitsverlusten, als auch zu Verlusten feiner Feststoffpartikel führen kann. Um dieses Defizit zu minimieren, wird eine Polypropylen-Platte vor dem Sprühstand positioniert, um die mögliche Austrittsfläche des Sprühnebels zu reduzieren. Der eingebaute Rührer sorgt mit einer eingestellten Drehzahl von 1000 rpm für eine näherungsweise Homogenisierung der Suspension im Behälter. Der hier beschriebene

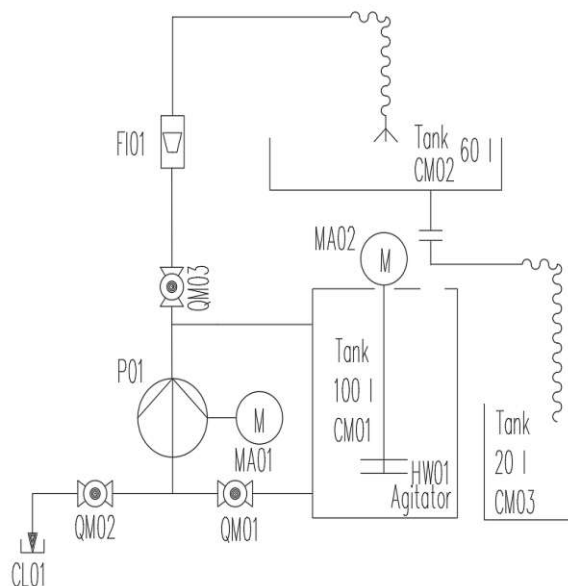


Abbildung 47: Adaptierter Versuchsstand

Versuchsaufbau wird für alle folgenden Sprühversuche übernommen. Das Prozessschema der adaptierten Sprühanlage ist in Abbildung 47 zu erkennen.

Der erste Sprühversuch erfolgt mit 750,8g Zundermaterial im Ausgangsbehälter. Der durch die Pumpe geförderte Durchfluss beträgt 210 l/h bei 4,2 bar. Die Versuchsdauer beträgt 5 min. Im transparenten Durchflussmesser sind die beförderten Feststoffpartikel im geringen Ausmaß zu erkennen.



Abbildung 48: Sprühbild mit 25 g/L Zunder

Weder der Durchmesser des gebildeten Sprühkegels, noch das Sprühbild (Abbildung 48) selbst, haben sich im Vergleich zu dem Sprühversuch mit ausschließlich Wasser verändert. Die Düse erreicht demnach wieder das Stadium der voll ausgebildeten Zerstäubung. In den transparenten Bereichen des Versuchsstands, etwa dem Durchflussmesser und dem Schlauchstück, welches Rohrleitung und Düsenstock verbindet, ist zu beobachten, dass die schweren Feststoffpartikel kontinuierlich von der Flüssigkeitsströmung mitgetragen werden und es zu keinerlei Ablagerung kommt. Nach dem Sprühversuch ist eine dünne Schlammschicht in der Auffangwanne zu erkennen. Der Zunderschlamm wird gemeinsam mit der Suspension, welche im Laufe der Versuchsdurchführung in dem separaten Behälter gesammelt wurde, in den Ausgangstank zurückbefördert.

### 3.5.2.2 Sprühversuch 2 - 85 g/L Zunderkonzentration

Um auf die gewünschte Konzentration zu kommen, werden weitere 1800,2 g Zunder in den Tank gefüllt. Demnach befindet sich eine theoretische Menge von 2551 g Feststoff im Ausgangsbehälter.

Das Ergebnis von Sprühversuch Nummer 2 fällt sehr ähnlich zu den ersten zwei Durchgängen aus. Das Sprühbild und der Durchmesser des gebildeten Kegels bleiben während der 5 Minuten Sprühzeit konstant und es ist optisch kein Unterschied zu den vorherigen Versuchen zu bemerken. Lediglich der Durchfluss hat sich bei einem gleichbleibenden Pumpendruck von 4,2 bar auf 205 l/h gesenkt. Auch in Bezug auf die Ablagerung der Partikel, bleiben die Ergebnisse gleich. In den durchsichtigen Komponenten ist zu erkennen, dass die Strömungsgeschwindigkeit weiter ausreichend ist, um alle Partikel mitzu-



Abbildung 49: Sprühbild mit 85 g/L Zunder

tragen und es dementsprechend zu keinem Absetzvorgang kommt. Ausschließlich bei der gebildeten Schlammschicht in der Auffangwanne ist ein Unterschied zu erkennen. Wie in Abbildung 49 ersichtlich, ist mehr Feststoff eingebracht worden, was natürlich mit der höheren Feststoffkonzentration zu begründen ist.

### 3.5.2.3 Sprühversuch 3 - 125 g/L Zunderkonzentration

Für den dritten Sprühversuch wird eine zusätzliche Menge von 1199,9 g Zunder in den Ausgangstank zugefügt, die theoretische Menge an beinhaltendem Feststoff beträgt nun 3750,9 g. In Abbildung 50a ist zu sehen, dass das Ergebnis des Sprühversuchs mit einer Konzentration von 125 g/L ebenfalls sehr ähnlich zu dem der vorhergehenden Versuche ist. Das Sprühbild und der Sprühkegeldurchmesser bleiben unverändert. Die Düse erzeugt wieder einen turbulenten Zerfall der Suspension. Aufgrund der erneut gesteigerten Zunderkonzentration, sinkt der Durchfluss weiter auf 202,5 l/h bei einem unveränderten Pumpendruck von 4,2 bar. Betrachtet man jedoch bei Versuch Nummer 3 erneut die transparenten Bauteile, lässt sich hier eine viel stärkere Trübung im Vergleich zu den vorherigen Versuchen beobachten. Weiters ist zu sehen, dass an den Kanten des Schwebekörpers im Durchflussmesser Feststoffpartikel zurückgehalten werden und es zu Ablagerungen in Strömungsrichtung kommt, siehe Abbildung 50b.

### 3.5.2.4 Sprühversuch 4 und 5 - 205 g/L Zunderkonzentration

Für den Sprühversuch mit 205 g/L Feststoffkonzentration sind weitere 2400 g als Zugabe in den Ausgangsbehälter notwendig. Die theoretisch eingebrachte Zundermenge beträgt





(a) Sprühbild mit 125 g/L Zunder



(b) Ablagerungen

Abbildung 50: Sprühversuch mit 125 g/L Zunder

dadurch 6150,9 g. Bei einem erneuten Pumpendruck von 4,2 bar ist das Sprühbild und der Kegeldurchmesser des gebildeten Sprays unverändert zu den zuvor durchgeführten Sprühversuchen. Die Tangential-Düse versprüht die Zunder-Wasser-Mischung erneut im Bereich der turbulenten Zerstäubung. Betrachtet man jedoch den Durchflussmesser und den darin befindlichen Schwebekörper, erkennt man, dass eine immer größer werdende Anzahl von Partikeln an den Kanten des Körpers zurückgehalten werden. Des Weiteren verkanten sich auch während der Versuchsdurchführung zunehmend viele Partikel im Durchflussbereich zwischen dem Schwebekörper und der Innenwand des Durchflussmessers. Diese zwei Effekte reduzieren den Feststofftransport im Flüssigkeitsstrom. Die Menge an zurückgehaltenen Partikel steigt mit der Sprühzeit, demnach kommt es mit zunehmender Sprühdauer, im Bereich nach dem Durchflussmesser, zu einer immer größer werdenden Verdünnung der Suspension. Daraus folgt, dass das entstehende Sprühbild kein repräsentatives Ergebnis darstellt. Abbildung 51 zeigt die Menge an Partikeln, welche sich nach Stoppen der Pumpe und dem damit verbundenen Rückfluss der Suspension ins Sprühsystem, am Schwebekörper ablagern. Es wird die Menge der zurückgehaltenen Partikeln zwischen Sprühversuch 4 mit einer Zunderkonzentration von 205 g/L und Sprühversuch 1 mit einer Feststoffkonzentration von 25 g/L verglichen. Nach dem ersten Versuch haben sich keine Partikel abgelagert, während nach der vierten Durchführung mit erhöhter Feststoffkonzentration, eine Schütthöhe von mehreren Zentimetern entstand. Diesen Vorgang kann man auf die Form der gebildeten Strömung





(a) Ablagerung nach Sprühversuch 4



(b) Ablagerung nach Sprühversuch 1

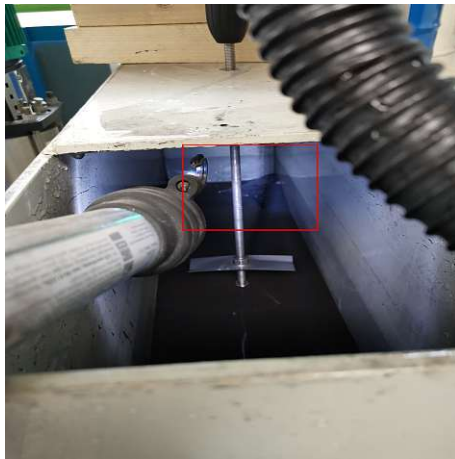
Abbildung 51: Vergleich der zurückgebliebenen Partikel am Schwebekörper

zurückführen. Durch den Schwebekörper ist näherungsweise davon auszugehen, dass keine voll ausgebildete Rohrströmung, sondern eine Ringströmung fließt. Demnach kommt es direkt nach dem Schwebekörper zu einer "Totzone", in welcher eine verminderte Strömungsgeschwindigkeit herrscht. Während diese reduzierte Geschwindigkeit bei geringeren Feststoffkonzentrationen noch ausreicht, um die vereinzelt Partikel mitzutragen, ist dies bei höheren Feststoffkonzentrationen und den damit verbundenen zunehmenden Behinderungen der Zunderpartikel nicht mehr der Fall.

Weiters gelingt es nicht, bei der Feststoffkonzentration von 205 g/L durch den verwendeten Rührer eine vollständige Homogenisierung der Zunder-Wasser-Mischung zu erzeugen. Aufgrund der rechteckigen Form des Behälters und der hohen Dichte des Feststoffes, kommt es zu Feststoffablagerungen an den Ecken des Ausgangstanks. Damit geht einher, dass die Annahme einer konstanten Konzentration von 205 g/L im gesamten Sprühsystem über die vollständige Sprühdauer, nicht mehr gewährleistet ist.

Aufgrund der beschriebenen Problematik mit dem Zurückhalten der Partikel am Schwebekörper und der damit verbundenen Verdünnung der Suspension im Bereich nach dem Durchflussmesser, aber auch wegen des nicht mehr Erreichens des homogenen Zustands im Ausgangstank, werden die Ergebnisse der vierten Versuchsdurchführung verworfen. Der Sprühversuch wird in adaptierter Form wiederholt.

Um einen optimalen Durchfluss zu erzeugen, wird der Schwebekörper aus dem Durchflussmesser ausgebaut. Dies führt dazu, dass die Durchflussmenge nicht mehr bestimmt



(a) Tankablagung ohne Adaptionen  
- nach Sprühversuch 4



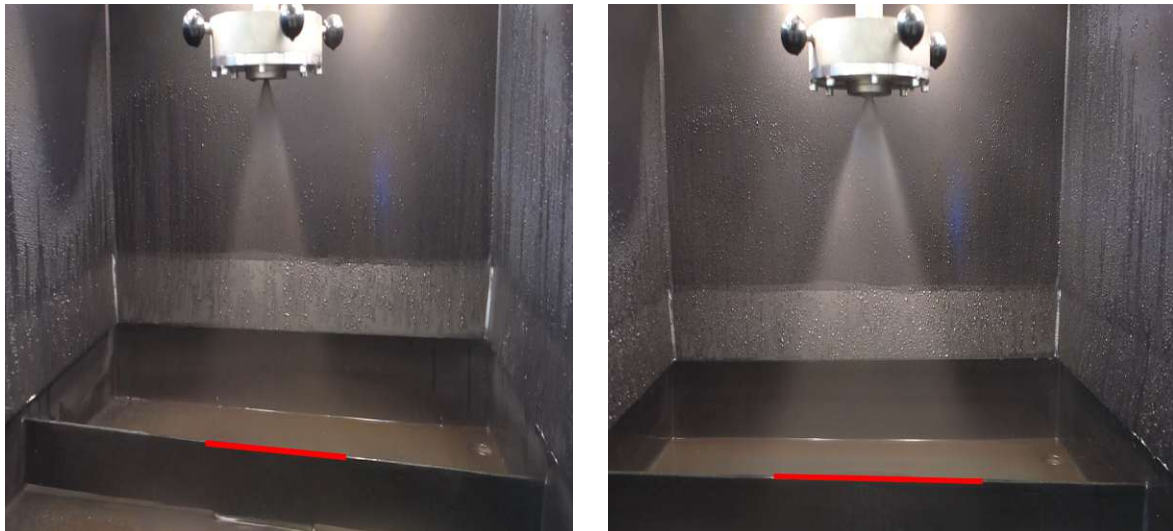
(b) Tankablagung mit Adaptionen  
- nach Sprühversuch 5

Abbildung 52: Vergleich der Tankablagungen mit und ohne Adaption

werden kann. Da jedoch so die größte Partikel-Widerstandsfläche wegfällt wird dieser Kompromiss eingegangen. Die zweite Adaption erfolgt dadurch, dass während der gesamten Sprühdauer händisch mit einem Holzstab die Partikel, welche sich in der Ecke abzulagern versuchen, in die Mitte, also den Bereich des Rührers, zurückbefördert und damit wieder in Schwebe gebracht werden.

Der fünfte Sprühversuch wird dementsprechend erneut mit einer Feststoffkonzentration von 205 g/L und den genannten Adaptionen durchgeführt. Abbildung 52 zeigt den Unterschied der im Ausgangsbehälter zurückgebliebenen Zundermasse. Während beim vierten Sprühversuch große Rückstände in den Behälterecken zu erkennen sind, sind solche Ablagerungen nach dem fünften Sprühversuch aufgrund der durchgeführten Adaptionen nicht mehr zu sehen. Durch das Entfernen des Schwebekörpers vom Durchflussmesserrohr, kommt es zu keinem Zurückhalten von Feststoffpartikeln. Dadurch kann näherungsweise wieder von einer homogenen Phase mit konstanter Konzentration im gesamten Sprühsystem ausgegangen werden.

Bei der Versuchsdurchführung von Sprühdurchgang 5, wird wie bei den vorherigen Versuchen mit einem Pumpendruck von 4,2 bar gesprüht. Es entsteht ein Sprühbild im Bereich der turbulenten Zerstäubung, jedoch ist der Durchmesser des gebildeten Sprühkegels im Vergleich zu den Versuchsdurchgängen 1-4 sichtbar kleiner. Um die ursprüngliche Kegelgröße wiederherzustellen, wird kurz nach Versuchsstart der Pumpendruck auf 5 bar erhöht. Während der gesamten weiteren Sprühdauer von 5 Minuten, bleiben der neu eingestellte Durchmesser und das Sprühbild selbst konstant. Der Unterschied der ent-



(a) Sprühbild mit 205 g/L Zunder und 4,2 bar (b) Sprühbild mit 205 g/L Zunder und 5 bar

Abbildung 53: Vergleich der Sprühbilder mit 205 g/L Feststoff

stehenden Sprühbilder bei verschiedenen Druckstufen ist in Abbildung 53 zu erkennen. Die höhere Feststoffkonzentration ist beim fünften Durchgang auch in der Farbe des Sprühbilds zu erkennen, welches im Vergleich zu den ersten Versuchen wesentlich dunkler und trüber ausfällt.

### 3.5.2.5 Sprühversuch 6 - 255 g/L Zunderkonzentration

Die für Versuch 5 durchgeführten Adaptionen werden für alle weiteren Sprühdurchgänge beibehalten. Um die gewünschte Ausgangskonzentration von 255 g/L zu erreichen, werden weitere 1500,4 g Zunderfeststoff in den Ausgangstank hinzugefügt, die theoretisch eingebrachte Menge beträgt dadurch 7651,3 g.

Der Durchfluss wird mit einem Pumpendruck von 5 bar erzeugt. Der Durchmesser des gebildeten Sprühkegels erreicht aufgrund des etwas höheren Pumpendrucks wieder eine vergleichbare Größe zu den vorherigen Versuchen. Das Sprühbild selbst ist während der gesamten Sprühdauer von 5 Minuten konstant. Wie schon bei Versuchsdurchgang 5, ist wegen der hohen Schlammkonzentration eine deutliche Trübung des Sprays ersichtlich, siehe Abbildung 54. In den transparenten Teilen des Sprühsystems, unter anderem im Durchflussmesserrohr ohne Schwebekörper, ist zu erkennen, dass die gesamten Feststoffpartikel von der Flüssigkeit mitgetragen werden und es demnach zu keinen Ablagerungen an Kanten kommt oder sich Teilchen lokal anreichern.



Abbildung 54: Sprühbild mit 255 g/L Zunder

### 3.5.2.6 Sprühversuch 7 - 300 g/L Zunderkonzentration

Ein Teil des, während der Versuche entstehenden Sprühnebels, wird nicht von der Wanne aufgefangen, sondern tritt über die offenen Stellen aus dem Sprühsystem aus. Dadurch entstehen sowohl Flüssigkeits- als auch Feststoffverluste. Diese nicht quantifizierbaren Feststoffabgänge werden durch eine leicht erhöhte Zunderzugabe für die folgenden Versuche kompensiert. Durch ein Hinzufügen von 1462,5 g ist ein theoretischer Feststoffanteil von 9113,8 g enthalten, also 113,8 g, um den Sprühverlust auszugleichen, vergleiche Tabelle 16.

Da die Wanne nach jedem Versuch mit Wasser ausgewaschen wird, um die verbleibenden Zunderpartikel in den Ausgangstank zurückzubefördern, werden die Flüssigkeitsverluste über den Sprühnebel als vernachlässigbar angesehen.

Nach den ersten Sekunden des siebten Sprühdurchgangs beginnt das Sprühbild stark zu flackern und kurz danach kann keine voll ausgebildete Zerstäubung von der Düse mehr erzeugt werden. Die Flüssigkeit wird nicht mehr zerstäubt, sondern tritt als laminarer Strahl aus der Mündung aus, siehe Abbildung 55a. Aufgrund dessen wird der Düsenstock ausgebaut und gesäubert. Abbildung 55b zeigt den mit Zunderschlamm verstopften Düsenstock. Die rot markierten Flüssigkeitseintrittskanäle sind beinahe vollkommen mit Feststoff besetzt. Aufgrund dessen kann die Flüssigkeit nicht mehr optimal in die tangentialen Öffnungen der Düse eintreten und die für die Zerstäubung benötigte Winkelgeschwindigkeit erreichen. Durch die fehlende Rotationsbewegung der Flüssigkeit kann der notwendige Luftkern nicht mehr gebildet werden und das Medium läuft als





(a) Laminarer Strahlaustritt



(b) Mit Zunder verstopfter Düsenstock

Abbildung 55: Sprühversuch mit 300 g/L Feststoff

laminarer Flüssigkeitsstrahl aus und bildet ab der erreichten Zerfallslänge vereinzelte Tropfen.

Weiters sind auch an den Kanten des geschraubten Übergangs von Schlauch zu Düsenstock deutliche Feststoffablagerungen zu erkennen. Nach der Säuberung wird der Versuch erneut gestartet.

Nach dem Entfernen des Feststoffs kann eine turbulente Zerstäubung als Sprühbild erzeugt werden. Trotz eines erhöhten Pumpendruckes von 5 bar, bleibt der gebildete Sprühkegel in seiner Größe nicht konstant und flackert über die gesamte Sprühzeit von 5 Minuten. Ebenfalls fallen während des Sprühens ganze Flüssigkeitslamellen aus und es kommt damit verbunden zu einer teilweisen Strahlbildung im Sprühbild.

Betrachtet man während des Sprühversuchs die Strömung der Suspension durch das transparente Durchflussmesserrohr, ist zu erkennen, dass vereinzelte Partikel nur in Schwebelage gehalten und nicht weiter gefördert werden, da wegen der hohen Feststoffkonzentration die von der Pumpe erzeugte Strömungsgeschwindigkeit nicht mehr ausreicht, um alle Festkörper zu transportieren.

### 3.5.2.7 Sprühversuch 8 - Ablagerungen im Düsenstock

Um die Feststoffablagerungen und Verunreinigung des Düsenstocks in Abhängigkeit der Sprühdauer setzen zu können, wird nach dem Sprühversuch Nummer 7 der Düsenstock erneut abgenommen und gereinigt, um nach einer weiteren Versuchsdurchführung mit 300 g/L bei einer Sprühdauer von 5 Minuten einen repräsentativen Vergleich ziehen



(a) Gereinigter Düsenstock



(b) Düsenstock nach 5 min Sprühzeit

Abbildung 56: Ablagerungen Düsenstock - Sprühversuch mit 300 g/L Feststoff

zu können. Abbildung 56 zeigt den Vergleich zwischen dem gereinigten Düsenstock und dem Einbau nach 5 Minuten Sprühzeit. Während des Sprühversuchs sind in Bezug auf das Sprühbild und Strömungsverhalten, dieselben Phänomene wie beim siebten Sprühdurchgang zu erkennen.

Betrachtet man Abbildung 56b, ist ersichtlich, dass bereits nach einer kurzen Sprühdauer bei einer Konzentration von 300 g/L der Großteil des Düsenstocks mit Feststoff belegt ist. Die rot markierten Eintrittsöffnungen bleiben von Feststoffbelagerungen frei, da solange noch genügend Volumen in den Hohlräumen des Einbaus vorhanden ist, der eintretende Massenstrom die abgelagerten Feststoffpartikel verdrängt. Sobald wegen der kontinuierlichen Massenzufuhr jedoch der gesamte Freiraum belegt ist, kann der Zunder nicht mehr beiseite geschoben werden und es ist von einer Verstopfung der Düse auszugehen.

### 3.5.2.8 Sprühversuch 9 - 350 g/L Zunderkonzentration

Da für die Sprühversuche 7 und 8 die gesamte Menge der hergestellten Zundermischung verwendet wurde, werden, um die Konzentration von 350 g/L zu erreichen, 1500 g der 500  $\mu$ m Fraktion in den Ausgangsbehälter beigemischt. Die dadurch neu entstehende prozentuale Partikelgrößenverteilung der Zundermischung ist in Tabelle 17 zu sehen.

Beim neunten Versuchsdurchgang stößt das Sprühsystem an seine Grenzen. Direkt zu Beginn der Versuchsdurchführung kommt es zu einer erneuten Verstopfung des Düsenstocks. Durch die damit verbundene Durchflussreduktion erzeugt die Düse, wie in Abbildung 57a ersichtlich, eine Hohlblase, welche wenige Zentimeter nach der Düsenmündung

Behälter	Maschenweite $\mu\text{m}$	Einwaage g	prozent. Verteilung %
6	800	16	0,15
5	500	1515	14,33
4	250	4091,5	38,69
3	125	3525	33,33
2	63	1378	13,03
1	45	50	0,47
Summe		10575,5	100,00

Tabelle 17: Zunderprobe für 350 g/L Zunderkonzentration

in einzelne Tropfen zerfällt.

Bei der Begutachtung des verschlammten Systems wird ersichtlich, dass die Verstopfung nicht auf den Düseneinbau begrenzt ist. Der Übergang von Schlauch auf Düsenstock ist komplett durch ein dichtes Zunderfeststoffbett belegt. Des Weiteren lagern sich Feststoffpartikel in den horizontalen Teilen der Rohr- und Schlauchleitungen ab.

Nach der Reinigung des Sprühsystems kann mit einem Pumpendruck von 5 bar ein Sprühbild erzeugt werden, welches näherungsweise im Bereich der turbulenten Zerstäubung sprüht. Der erzeugte Sprühkegel ist jedoch nicht konstant und bricht im Abstand von wenigen Sekunden mehrmals fast zusammen. Weiters fallen, wie die rote Markierung in Abbildung 57b zeigt, vereinzelte Flüssigkeitslamellen während dem Sprühen aus. Im durchsichtigen Durchflussmesserrohr sind Partikel zu erkennen, welche entgegen der Strömungsrichtung absinken. Die durch die Pumpe erzeugte Strömungsgeschwindigkeit reicht demnach nicht mehr aus, um alle Feststoffpartikel in den Düsenstock zu befördern.

Nach einer Sprühdauer von circa 50 Sekunden bricht das Sprühbild zusammen, da das System erneut verstopft ist. Aus der Düse tritt nur mehr ein laminarer Flüssigkeitsstrahl aus. Die Verstopfungen sind an denselben Stellen wie beim ersten Sprühanlauf aufgetreten.





(a) Bildung einer Hohlblase



(b) instabiles Sprühbild

Abbildung 57: Sprühversuch mit 350 g/L Feststoff

### 3.5.3 Zusammenfassung der Ergebnisse der Sprühversuche

Anhand der durchgeführten Sprühversuche kann die Aussage getroffen werden, dass bis zu einer Zunderfeststoffkonzentration von 250 g/L ein stabiles Sprühbild im Bereich der turbulenten Zerstäubung erzeugt werden kann. Jedoch müssen für die richtige Interpretation der Ergebnisse folgende Punkte berücksichtigt werden:

- Begrenzte Sprühdauer
- Verwendetes Rührwerk
- Richtigkeit der Feststoffkonzentration
- Verluste

Aufgrund der nur begrenzten Menge an gelieferten Feststoffmaterial, ist auch die Masse der hergestellten Zunderprobe mit der gewünschten Größenverteilung auf eine Menge von 9,08 kg beschränkt (vergleiche Tabelle 15). Um mit dieser Zundermasse alle gewünschten Feststoffkonzentrationen während den Sprühversuchen zu erreichen, können maximal 30 L Wasser in den Ausgangsbehälter gefüllt werden. Demnach ist die Sprühdauer auf das im Ausgangstank befindliche Volumen limitiert. Während der einzelnen Versuchsdurchführungen ergibt sich daraus eine Sprühzeit von 5 Minuten.

### 3.5.3.1 Begrenzte Sprühdauer

Betrachtet man Sprühversuch 8 (Unterabschnitt 3.5.2.7), wird das Problem mit der begrenzten Sprühdauer ersichtlich. Der Feststoff lagert sich im Düseneinbau ab und sammelt sich mit fortschreitender Dauer in größer werdenden Mengen an. Sobald der durchfließende Flüssigkeitsstrom nicht mehr ausreicht, um die Feststoffpartikel zu verdrängen, kommt es zur Verstopfung und zum Ausfall der Düse. Demnach ist die beschriebene Problematik von der Sprühdauer abhängig und kann bei einer längeren Sprühzeit als 6 Minuten auch bei geringeren Feststoffkonzentrationen als 300 g/L auftreten. Weiters deutet dies darauf hin, dass ein Anlagenstillstand und der damit verbundene unterbrochene Flüssigkeitsstrom dazu führen kann, dass die im Feststoff erzeugten Strömungskanäle (vergleiche Abbildung 56b) zusammenbrechen und es dadurch beim erneuten Anfahren der Anlage zu möglichen Verstopfungen kommt.

### 3.5.3.2 Verwendetes Rührwerk

Weitere Punkte die beim Up-scaling auf den industriellen Maßstab berücksichtigt werden muss, sind die Rührleistung des im Versuchsstand befestigten Rührers und die Geometrie des Ausgangsbehälters. Die Auswertung von Sprühversuch 4 ergibt zu erkennen, dass sich der Feststoff sehr schnell absetzt und sich vor allem an den Ecken des Behälters dichte Feststoffansammlungen bilden. Durch das zusätzliche Aufwirbeln mit Hilfe eines Stocks, können diese Ablagerungen ab Sprühversuch 5 deutlich reduziert werden. Dennoch muss man davon ausgehen, dass sich aufgrund der begrenzten Drehzahl von 1000 rpm und der Geometrie des Behälters, ein geringer Anteil des im Ausgangstank befindlichen Zunders nicht in Schwebe gebracht wird und demnach eine niedrigere als die theoretische Zunderkonzentration im Sprühsystem vorliegt.

### 3.5.3.3 Richtigkeit der Feststoffkonzentration und Verluste

Ein weiterer, auf die Konzentration Einfluss nehmender, Aspekt, ist der Verlust in Form des Sprühnebels während der Sprühversuche. Der durch die Düse erzeugte Sprühnebel verlässt über die offenen Stellen des Versuchsstands das System. Der besagte Verlust wird zwar durch das Positionieren einer Kunststoffplatte vor die Auffangwanne reduziert, kann aber nicht vollständig unterbunden werden. Aufgrund der Feinheit des auftretenden Sprühnebels ist dieser Weggang jedoch vernachlässigbar klein.

Die in Abbildung 58 zu sehenden Markierungen verdeutlichen die Stellen, an welchen das Sprühsystem bei erhöhten Konzentrationen zu Verstopfungen kommt. Zusammenfassend lässt sich sagen, dass alle Verengungen, Kanten und Ecken im Sprühsystem für Feststoff-



Abbildung 58: Aufgetretene Verstopfungen

ablagerungen prädestiniert sind und damit bei erhöhter Konzentration oder Sprühdauer zu Verstopfungen werden können.

Der Durchmesser der Düsenmündung wurde vor dem Versuchsstart der Sprühversuche gemessen, trotz der scharfkantigen Beschaffenheit der Feststoffpartikel (siehe Unterabschnitt 3.4.2) konnte nach der Versuchsdurchführung keine Veränderung durch Abrasion nachgewiesen werden.

### 3.6 Bestimmung der Sedimentationsgeschwindigkeit

Betrachtet man nicht nur die Sinkgeschwindigkeit eines einzelnen Partikels, sondern eines ganzen Partikelkollektivs, sind damit unweigerliche Einflüsse zu berücksichtigen. Neben den bereits in Unterabschnitt 2.2.1.2 beschriebenen Einflussgrößen, muss ebenso auch der veränderte hydrostatische Druck kalkuliert werden. Die für die Beschreibung dieser Einflüsse auf die Schwarmsinkgeschwindigkeit vorhandenen Modelle beruhen auf empirischen Herleitungen oder auf unterschiedlichsten Annahmen. Des Weiteren basieren diese Modelle für Partikelkollektive auf einer einheitlichen Partikelgröße, was bei der zu bestimmenden Zundermischung nicht der Fall ist. [32]

Um diese Unsicherheiten, auszuschließen wird die Sedimentationsgeschwindigkeit der Zundermischfraktion auf experimentellem Wege bestimmt.

### 3.6.1 Versuchsaufbau und Durchführung

Da für die Sprühversuche die gesamte Masse der hergestellten Zundermischung verwendet wurde, muss für die Bestimmung der Sedimentationsgeschwindigkeit eine neue repräsentative Probe hergestellt werden. Dafür werden etwa 1,5 kg vom Sprühversuch nassen Zunder im Trockenschrank getrocknet und danach gesiebt. Die prozentuale Massenverteilung der neu hergestellten Zundermischfraktion ist in Tabelle 18 zu sehen.

Behälter	Maschenweite $\mu\text{m}$	Einwaage g	prozent. Verteilung %
6	800	5,9	0,77
5	500	5,5	0,72
4	250	325,4	42,59
3	125	326,4	42,72
2	63	75,1	9,82
1	45	25,8	3,38
Summe		764,1	100,00

Tabelle 18: Zundermischfraktion für Dichteberechnung

Die Versuchsanordnung besteht aus einem transparenten Acrylglasrohr mit einer Länge von 50 cm und einem Innendurchmesser von 6,4 cm. Die Unterseite des Zylinders ist mit Silikon und einem Plexiglasdeckel wasserdicht verschlossen. Um die Sedimentationsgeschwindigkeit in mehreren Bereichen bestimmen zu können, werden Markierungen bei einer Rohrhöhe von 15 cm, 35 cm und 45 cm angebracht.

Bei der Versuchsdurchführung ist der Acrylglaszylinder bis zur 45 cm Markierung gefüllt, was einer Füllmenge von 5,79 L entspricht. Um auf die Schwarmsinkgeschwindigkeit schließen zu können, wird eine definierte Menge der gemischten Zunderfraktion in den Zylinder eingebracht und die Zeit gestoppt bis die beschriebenen Grenzschichten die definierten Markierungen erreicht haben.

Stieß beschreibt in [35], dass der für die technische Auslegung relevante Wert, die Geschwindigkeit der Grenzschicht zwischen der Phase der klaren Flüssigkeit und dem Bereich der homogenen Suspension ist. Demnach ist die benötigte Zeit, welche die beschriebene Grenzfläche benötigt, um die Markierungen zu passieren, entscheidend. Weiters

wird die Zeit bestimmt, welche die schnellsten Partikel benötigen, um den Boden zu erreichen und dort die erste verdichtete Schicht zu bilden. Ebenfalls wird gestoppt, wie lange es dauert, bis die gesamten Festkörper den Boden erreichen und sich abgelagert haben.

Nachdem die gesamte Zundermasse abgesunken ist wird das Rohr mit einem Stoppel verschlossen und um 180° gedreht. Sobald sich das gesamte Partikelkollektiv auf der Seite des Verschlusses angesammelt hat, wird der Behälter wieder zurückgedreht und der Versuch wiederholt. Der Sedimentationsversuch wird mit drei verschiedenen Einwaagen durchgeführt und pro Einwaage mehrmals wiederholt. Der Versuchsaufbau und die ver-

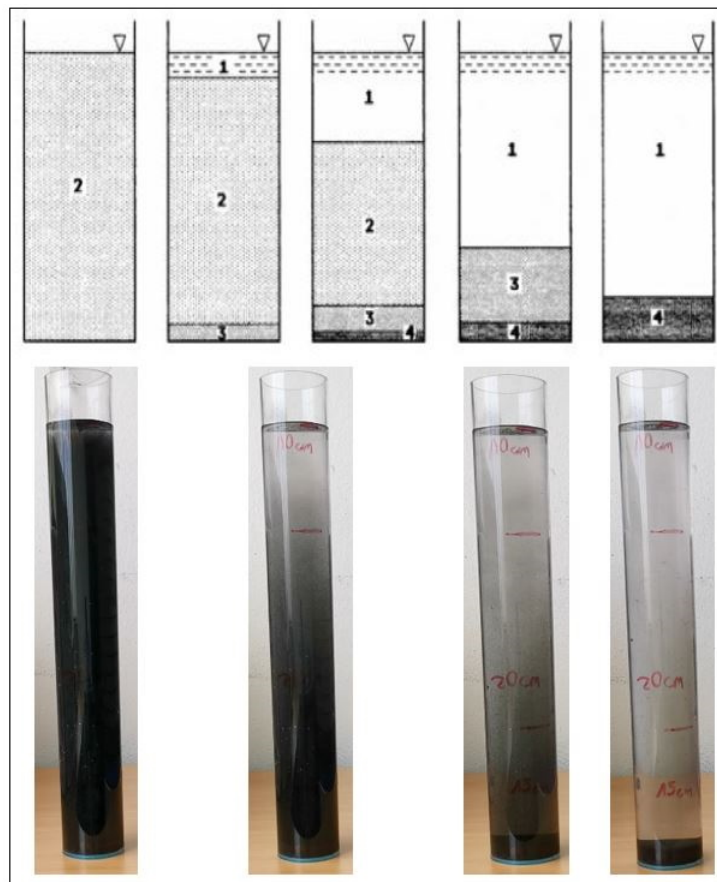


Abbildung 59: Praktischer Sedimentationsversuch im Vergleich zur Literatur [35]

schiedenen Stationen der sinkenden Partikel sind in Abbildung 59 zu erkennen. Weiters wird der Vergleich zwischen den in Unterabschnitt 2.2.1.3 beschriebenen theoretischen Grenzflächen der auftretenden Suspensionsphasen, zu den real gebildeten Grenzsichten aufgezeigt.

### 3.6.2 Ergebnisse des Sedimentationsversuchs

Die berechneten Sedimentationsgeschwindigkeiten der jeweiligen Zundermengen sind in Tabelle 19, Tabelle 20 und Tabelle 21 aufgelistet.

Die gemessene Zeit in der Spalte "Markierung 1" ist jene Dauer, welche die Grenzschicht zwischen klarer Flüssigkeit und der homogenen Phase (Grenzschicht 1-2, Vergleich Abbildung 59) benötigt, um 10 cm vom Flüssigkeitsspiegel bis zur nächsten Markierung zu wandern. Die Werte in der Spalte "Markierung 2" ist die Anzahl von Sekunden, welche

50 g Zundermasse	Markierung 1	Markierung 2	Alles abgesunken
	s	s	s
Versuch 1	42	84	471
Versuch 2	44	87	503
Versuch 3	46	93	505
Versuch 4	49	99	485
Mittelwert	45,3	90,8	491
	Sedimentationsgesch. Grenzschicht		Sedimentationsgesch. Ges.
	cm/s		cm/s
	0,221	0,331	0,092

Tabelle 19: Sedimentationsversuch 50 g Zundermasse

die Grenzschicht braucht, zum nächsten Marker zu sinken und damit eine Strecke von 30 cm absolviert hat.

In der vierten Spalte "Alles abgesunken" ist die Zeit angegeben, welche benötigt wird bis sich die Gesamtheit der Partikel am Boden abgesetzt haben. Von den gemessenen Werten wird der arithmetische Mittelwert gebildet und daraus die jeweiligen Sedimentationsgeschwindigkeiten berechnet.

Die errechnete Sedimentationsgeschwindigkeit, welche innerhalb der ersten Markierung bestimmt wird, ist kleiner als wenn man die Sinkgeschwindigkeit der Grenzfläche über eine Strecke von 30 cm berechnet. Dieser Trend ist bei der Auswertung von allen drei Einwaagen zu verfolgen.

Demnach ist davon auszugehen, dass die Grenzfläche eine größere Strecke als 10 cm benötigt, um ihre konstante Sinkgeschwindigkeit zu erreichen. Beim Vergleich der drei ermittelten Sedimentationsgeschwindigkeiten, welche die Grenzfläche innerhalb der ersten Markierung aufweist, ist zu erkennen, dass der Wert der Geschwindigkeit mit einer



75 g Zundermasse	Markierung 1	Markierung 2	Alles abgesunken
	s	s	s
Versuch 1	44	93	463
Versuch 2	39	91	425
Versuch 3	42	81	455
Versuch 4	39	81	414
Mittelwert	41	86,5	439,3
	Sedimentationsgesch. Grenzschrift		Sedimentationsgesch. Ges.
	cm/s		cm/s
	0,244	0,347	0,102

Tabelle 20: Sedimentationsversuch 75 g Zundermasse

100g Zundermasse	Markierung 1	Markierung 2	Alles abgesunken
	s	s	s
Versuch 1	36	78	536
Versuch 2	39	93	518
Versuch 3	41	94	533
Mittelwert	38,7	88,3	529
	Sedimentationsgesch. Grenzschrift		Sedimentationsgesch. Ges.
	cm/s		cm/s
	0,259	0,340	0,085

Tabelle 21: Sedimentationsversuch 100 g Zundermasse

höher werdenden Masse größer wird. Dieser Trend ist in Betracht auf die Sinkgeschwindigkeit, welche in Bezug auf Markierung 2 errechnet wird und demnach eine Strecke von 30 cm absolviert, nicht zu beobachten.

Errechnet man das arithmetische Mittel der "Markierung 2"-Sedimentationsgeschwindigkeiten ergibt dies einen Wert von 0,339 cm/s.

In der letzten Spalte der Auswertungstabellen befindet sich die berechnete Sedimentationsgeschwindigkeit des gesamten Partikelkollektivs. Es ist kritisch zu hinterfragen, wie aussagekräftig diese berechnete Geschwindigkeit ist, da die lange Dauer, bis alle Partikel abgesunken sind, zum größten Teil den kleinsten Partikeln der eingebrachten Zundermischfraktion geschuldet ist. Beim Beobachten des Sinkversuchs wird ersichtlich, dass

jene kleinen Partikel nur einen sehr geringen Teil des absolut eingebrachten Zundervolumens ausmachen. Zusätzlich befinden sich über die gesamte Dauer des Versuchs die sehr feinen Partikel in der Schwebe und beteiligen sich nicht am Sinkprozess, sofern sie nicht von größeren Partikeln mitgerissen werden. Die noch feineren Festkörper neigen mit zunehmender Versuchsdauer zum Aufsteigen, da aufgrund ihrer geringen Größe, die für den Sinkprozess maßgebliche Gewichtskraft kleiner ist als die durch den hydrostatischen Druckunterschied erzeugte Auftriebskraft. An der Wasseroberfläche angekommen, werden die Partikel durch die Oberflächenspannung des Flüssigkeitsspiegels oben gehalten.

Im Zweiphasen-System kann ein Absinken von Partikeln in einer vertikalen Strömung oder ein Ablagern von Feststoffen an Durchflusskörpern von Ventilen, mit einer richtigen Dimensionierung der Fördermenge einer Pumpe und damit verbunden mit der richtigen Strömungsgeschwindigkeit, verhindert werden.

Für die Auslegung der Pumpe in einem etwaigen Schlammfördersystem, ist vor allem jene Sedimentationsgeschwindigkeit interessant, welche die am schnellsten sinkenden Partikel haben. Diese "am schnellsten sinkenden Partikel" werden als jene Festkörper definiert,

50g Zunder	75g Zunder	100g Zunder
s	s	s
4,4	4,39	4,2
Sedimentationsgeschwindigkeit		
cm/s	cm/s	cm/s
10,2	10,3	10,7

Tabelle 22: Schwarmsinkgeschwindigkeit der schnellsten Partikel

welche sich nach Einbringung der Zunderprobe als erstes am Zylinderboden absetzen und verdichten. Die Ergebnisse sind in Tabelle 22 aufgelistet. Es ist ein Trend zu erkennen, dass mit höherer Feststoffeingabe auch die Sedimentationsgeschwindigkeit der schnellsten Partikel erhöht wird. Dieser Trend ist jedoch aufgrund der betragsmäßig kleinen Differenzen praktisch vernachlässigbar.

### 3.7 Zunder-Dichtebestimmung

Die Bestimmung der Zunderdichte erfolgt über ein Mischverfahren von Zunderfeststoff und Wasser. Weiters wird ebenfalls die Schüttdichte von den einzelnen Feststofffraktio-

nen als auch von der Mischfraktion ermittelt.

### 3.7.1 Ermittlung der Zunderdichte

Für die Versuchsdurchführung wird die in Tabelle 18 aufgelistete Probenzusammensetzung verwendet.

Die Berechnung der Dichte erfolgt über die Mischung von Zunder und Wasser. Die Vorgehensweise erfolgt ähnlich wie bei einem Pyknometer. Ein Teil der Zundermischfraktion wird in einen Messzylinder gefüllt und die Masse des Zunders  $m_Z$  bestimmt. Des Weiteren wird ein genau definiertes Volumen an Wasser  $V_W$  und dessen Masse  $m_W$  mittels eines zweiten identen Messzylinders ermittelt.

Bei Wasser handelt es sich um ein newtonsches Fluid und ist demnach inkompressibel. Inkompressibilität bedeutet, dass die Dichte der Flüssigkeit bei Druckänderungen konstant bleibt. [31]

Trifft man nun die Annahme, dass das verwendete Zundermaterial nicht hygroskopisch ist und die einzelnen Partikel keine voluminösen Hohlräume haben, in welche Wasser aufgenommen wird, kann über die Mischung der zwei Substanzen auf die Dichte des Zundermaterials geschlossen werden.

Nach der Vermischung der beiden Substanzen wird das gesamte Volumen  $V_{Ges}$  und die Gesamtmasse  $m_{Ges}$  der Suspension bestimmt. Das Volumen des Zunderfeststoffs  $V_Z$  ergibt sich mit:

$$V_Z = V_{Ges} - V_W \quad (26)$$

Analog dazu erfolgt die Bestimmung der Feststoffmasse  $m_Z$ :

$$m_Z = m_{Ges} - m_w \quad (27)$$

Durch die Ermittlung der Zundermasse und des Feststoffvolumens kann final auf die Zunderdichte  $\rho_Z$  geschlossen werden:

$$\rho_Z = \frac{m_Z}{V_Z} \quad (28)$$

Die Zundermasse wird während der Versuchsdurchführung sowohl gemessen als auch in der Auswertung mit Gleichung 27 berechnet.

Die gemessenen Werte sind in Tabelle 23 und die Ergebnisse der Dichteberechnung der fünf durchgeführten Versuchsreihen in Tabelle 24 aufgelistet. Das arithmetische Mittel der berechneten Dichten beträgt  $3,34 \text{ g/cm}^3$ , bei einer Begutachtung der berechneten

Versuchsnr.	$V_W$ mL	$m_W$ g	$V_{Ges}$ mL	$m_{Ges}$ g
1	60,3	60,2	70	94,3
2	65	64,9	72,5	88
3	65,5	64,4	73,5	89
4	66,5	66,6	77	98,7
5	66,5	65,7	73,5	93,4

Tabelle 23: Gemessene Werte - Zunderdichtebestimmung

Werte in Tabelle 24 ist auffällig, dass die Zunderdichte bei Versuchsnummer 1 und 5 eine betragsmäßig hohe Abweichung von den Ergebnissen der restlichen durchgeführten Versuchsdurchführungen aufweisen. Bestimmt man nur das arithmetische Mittel von

Versuchsnr.	$m_Z$ g	$V_Z$ mL	$\rho_Z$ g/cm <sup>3</sup>
1	34,1	9,7	3,52
2	23,1	7,5	3,08
3	24,6	8	3,08
4	32,1	10,5	3,06
5	27,7	7	3,96
Mittelwert			3,34

Tabelle 24: Berechnete Werte - Zunderdichtebestimmung

Versuch 2 bis 4 ergibt sich eine Dichte von 3,07 g/cm<sup>3</sup>.

### 3.7.2 Schüttdichte Zunder

Nach dem Sieben der getrockneten Zunderprobe wird die Schüttdichte aller relevanten Fraktionen bestimmt. Dies erfolgt über die Einbringung des Zunderfeststoffs mittels Pulvertrichter in einen Messzylinder. Aus dem so bestimmten Schüttvolumen und der Masse wird auf die Schüttdichte  $\rho_S$  geschlossen.

Die Versuchsdurchführung erfolgte durch Ing. Daniel Fussek, die erhaltenen Ergebnisse

wurden von Ihm für die Auswertung zur Verfügung gestellt.

$V_S$	m	$\rho_S$
mL	g	g/mL
10	12,556	1,256
10	12,085	1,208
10	12,259	1,226
Mittelwert		1,230

Tabelle 25: Schüttdichte Bodensatz<sup>1</sup>

$V_S$	m	$\rho_S$
mL	g	g/mL
10	11,027	1,103
10	11,021	1,102
10	11,451	1,145
Mittelwert		1,117

Tabelle 27: Schüttdichte 63  $\mu\text{m}$ <sup>1</sup>

$V_S$	m	$\rho_S$
mL	g	g/mL
10	12,095	1,209
10	11,848	1,185
10	11,400	1,140
Mittelwert		1,178

Tabelle 29: Schüttdichte 250  $\mu\text{m}$ <sup>1</sup>

$V_S$	m	$\rho_S$
mL	g	g/mL
10	11,600	1,160
10	11,602	1,160
10	11,516	1,152
Mittelwert		1,157

Tabelle 26: Schüttdichte 40  $\mu\text{m}$ <sup>1</sup>

$V_S$	m	$\rho_S$
mL	g	g/mL
10	11,174	1,117
10	11,210	1,121
10	11,175	1,117
Mittelwert		1,119

Tabelle 28: Schüttdichte 125  $\mu\text{m}$ <sup>1</sup>

$V_S$	m	$\rho_S$
mL	g	g/mL
10	10,529	1,053
10	10,137	1,014
10	10,382	1,038
Mittelwert		1,035

Tabelle 30: Schüttdichte 500  $\mu\text{m}$ <sup>1</sup>

Die Schüttversuche werden mehrmals wiederholt und aus den Ergebnissen der Mittelwert bestimmt. Die Werte der berechneten Schüttdichten sind in Tabelle 25 bis Tabelle 31 aufgelistet. Beim Vergleich der erhaltenen Mittelwerte der Schüttdichte ist ein Trend zu

<sup>1</sup>Die Messung erfolgte durch Ing. Daniel Fussek und wurde nicht selbst durchgeführt.

<sup>1</sup>Die Messung erfolgte durch Ing. Daniel Fussek und wurde nicht selbst durchgeführt.

$V_S$ mL	m g	$\rho_S$ g/mL
10	11,017	1,102
10	10,793	1,079
10	10,319	1,032
Mittelwert		1,071

Tabelle 31: Schüttdichte  $800\ \mu\text{m}^1$

erkennen. Mit sinkender Partikelgröße steigt die Schüttdichte, während das Ergebnis der  $800\ \mu\text{m}$  Fraktion  $1,071\ \text{g/mL}$  aufweist, liegt der Wert der Bodenfraktion, also der kleinsten Partikel, bei  $1,230\ \text{g/mL}$ . Dieser Trend ist mit der Tatsache zu erklären, dass bei einem immer gleichbleibenden Volumen, die größeren Feststoffteilchen auch größere Hohlräume im Fassungsvermögen erzeugen und damit verbunden weniger Masse eingebracht werden kann.

In Betracht auf die anlagentechnische Umsetzung ist die Kenntnis der Schüttdichte vor allem im Aspekt einer möglichen Lagerung und der damit verbundenen Behälterauslegung interessant. Da Beizschlamm, welcher in der Versuchsdurchführung durch Zunder angenähert wird, nie mit konstanter Partikelgrößenverteilung in Stahlbearbeitungsanlagen auftritt, wird die Schüttdichtenanalyse ebenfalls mit der hergestellten Mischfraktion (Tabelle 18) untersucht. Die Ergebnisse sind in Tabelle 32 zu erkennen.

$V_S$ mL	m g	$\rho_S$ g/mL
10	11,631	1,163
10	12,135	1,213
10	11,933	1,193
10	11,561	1,156
10	11,705	1,170
Mittelwert		1,179

Tabelle 32: Schüttdichte Zundermischfraktion<sup>1</sup>

<sup>1</sup>Die Messung erfolgte durch Ing. Daniel Fussek und wurde nicht selbst durchgeführt.



## 4 Viskositätsmessung

Wie bereits die Sprühversuche gezeigt haben, neigt der Feststoff, aufgrund der hohen Dichte und der damit verbunden schnellen Sinkgeschwindigkeit, zum raschen Absetzen in den Suspensionsbehältern. Um eine dementsprechende Schlammansammlung am Behälterboden zu vermeiden, ist ein Rührwerk unabdingbar. Die Auslegung des Rührers erfolgt nicht Andritz-intern sondern wird an einen geeigneten Rührwerkshersteller vergeben. Können den Herstellern die

- Dichte des Feststoffs
- Korngröße des Feststoffs
- Dichte der Flüssigkeit
- Viskosität der Flüssigkeit

genannt werden, kann die Definition und Auslegung des Rührwerks ohne Rührversuche erfolgen. Da solche Versuche mit einem weiteren Kosten- und Zeitaufwand verbunden sind, soll ein Weg gefunden werden, um die Viskosität der Flüssigkeit, in welcher sich der Beizschlamm als Suspension befindet, zu bestimmen. Die Eigenschaften der geforderten Feststoffparameter werden in Unterabschnitt 3.4.3 und Unterabschnitt 3.7.1 dargestellt.

### 4.1 Aufgabenstellung

Aufgrund der beschriebenen Problematik soll im Rahmen einer weiteren Versuchsreihe angestrebt werden, ein Kugelfallviskosimeter nachzustellen und mit Hilfe verschiedener Ansätze zur Bestimmung der Sinkgeschwindigkeit eines Einzelpartikels auf die Viskosität zu schließen.

So soll untersucht werden, ob eine kostengünstige und einfach durchzuführende Bestimmung der Viskosität realisiert werden kann.

### 4.2 Abbeize

Da der Beizschlamm direkt im Beizbottich entsteht, ist von einer Suspension bestehend aus Abbeize und Beizschlamm auszugehen. Demnach soll davon sowohl die Dichte als auch die Viskosität bestimmt werden.

Einwaage mL	Metalle total g/L	Fluoride total g/L	HF g/L	HNO <sub>3</sub> g/L	Säure total mol/L
1	38,4	45,7	16,2	173,2	3,558
0,8	38,6	44,3	15,4	173,2	3,517
0,9	39,4	45,3	15,6	174,3	3,544
Mittelwert	38,8	45,1	15,7	173,6	3,540

Tabelle 33: Probenidentifikation der hergestellten Abbeize<sup>2</sup>

Unter Abbeize wird in Bezug auf die Andritz-metals Beizlinien, die mit Metallen beladene Mischsäure bezeichnet, welche nach einer entsprechenden Beizdauer aus den Beizbottich entfernt und durch frische Mischsäure ersetzt wird.

Die für die Versuchsreihe verwendete Abbeize wurde von dem Betreuer der technischen Versuche Ing. Daniel Fussek hergestellt und die Zusammensetzung mit Hilfe eines “Metrohm Analyzer“ bestimmt, die Ergebnisse sind in Tabelle 33 ersichtlich. Die vom Analyzer ausgegebenen Protokolle sind im Anhang beigefügt. Die hergestellte Abbeize wird für die Dichtebestimmung und für Viskositätsversuche verwendet.

### 4.3 Dichtebestimmung Abbeize

Um auf die Dichte der hergestellten Abbeize schließen zu können, wird mit Hilfe einer Kolbenhubpipette eine genau definierte Menge von der mit Metallen beladenen Mischsäure entnommen und die Masse bestimmt, die Ergebnisse sind in Tabelle 34 aufgelistet. Die Temperatur der Probe beträgt während der Versuchsdurchführung 20°C. Nach einer mehrmaligen Durchführung wird der Mittelwert errechnet und daraus auf die Dichte geschlossen, siehe Tabelle 35. Berechnet man weiters noch das arithmetische Mittel der Ergebnisse der 5 mL und 10 mL Versuchsreihe, ergibt sich für die Dichte ein gemittelter Wert von 1,1558 g/cm<sup>3</sup>.

### 4.4 Ansätze für die Viskositätsermittlung

Die Berechnung der Viskosität erfolgt über die Umformung von drei verschiedenen Ansätzen für die Bestimmung der Sinkgeschwindigkeit eines Einzelpartikels.

<sup>2</sup>Die Analyse erfolgte durch Ing. Daniel Fussek und wurde nicht selbst durchgeführt.

Versuchsnr.	5 mL Pipette	10 mL Pipette
	g	g
1	5,7973	11,5182
2	5,7941	11,5363
3	5,7963	11,4921
4	5,8009	11,5491
5	5,7930	11,5358
6	5,7930	11,5246
7	5,7912	11,5360
8	5,7924	11,5211
9	5,7945	11,5173
10	5,7911	11,5323
Mittelwert	5,7944	11,5263

Tabelle 34: Bestimmung der Masse - Abbeize<sup>2</sup>

5 mL Pipette	10 mL Pipette
$g/cm^3$	$g/cm^3$
1,1589	1,1526

Tabelle 35: Dichte der Abbeize

#### 4.4.1 Ansatz A

Die erste Gleichung für die Viskosität beruht auf folgendem empirischen Ansatz [23]:

$$w_s = \frac{\eta_f}{\rho_f * d} * \left( \frac{4 * Ar}{3 * B} \right)^{\frac{1}{2-A}} \quad (29)$$

Die Archimedes-Zahl  $Ar$  ist wie folgt definiert [1]:

$$Ar = \frac{L^3 * g * (\rho_s - \rho_f) * \rho_f}{\eta_f^2} \quad (30)$$

wobei  $L$  die charakteristische Länge beschreibt. Im Weiteren wird die charakteristische Länge als Partikeldurchmesser  $d$  festgelegt.

Durch Einsetzen der Archimedes-Zahl folgt:

$$w_s = \frac{\eta_f}{\rho_f * d} * \left( \frac{4 * (\rho_s - \rho_f) * g * d^3 * \rho_f}{3 * B * \eta_f^2} \right)^{\frac{1}{2-A}} \quad (31)$$

<sup>2</sup>Die Analyse erfolgte durch Ing. Daniel Fussek und wurde nicht selbst durchgeführt.

Nach weiteren Umformungsschritten kann geschrieben werden:

$$\eta_f = \left( \frac{4 * (\rho_s - \rho_f) * g * d^3 * \rho_f}{3 * B * (w_s * \rho_f * d)^{2-A}} \right)^{\frac{1}{A}} \quad (32)$$

Dabei beschreibt  $\eta_f$  die dynamische Viskosität der Flüssigkeit,  $\rho_s$  die Dichte des sinkenden Partikels,  $\rho_f$  die Dichte des Fluids,  $d$  den Partikeldurchmesser und  $g$  die Erdbeschleunigung. Die in Gleichung 32 enthaltenen Koeffizienten A und B sind vom Strömungsregime abhängig und aus Tabelle 36 zu entnehmen. Zu beachten ist, dass das Strömungsregime und damit verbunden die Faktoren A und B auf empirischen Daten beruhen und damit die Viskositätsberechnung mit Ungenauigkeiten verbunden ist.

	schleichende Strömung	ablösefrei	beginnende Ablösung	Wirbelschleppe	turbulente Nachlaufströmung
Re	$Re \leq 0,5$	$0,5 < Re \leq 10$	$10 < Re \leq 122$	$122 < Re \leq 10^3$	$Re > 10^3$
Ar	$Ar \leq 9$	$9 < Ar \leq 325$	$325 < Ar \leq 10^4$	$10^4 < Ar \leq 10^5$	$Ar > 10^5$
A	1	0,8	0,6	0,4	0
B	24	27	17	6,5	0,44

Tabelle 36: Faktoren A und B für das etwaige Strömungsregime [23] [40]

#### 4.4.2 Ansatz B

Als zweiter Ansatz wird die Sinkgeschwindigkeit  $w_s$  nach Stokes gewählt. Die Beziehung gilt ausschließlich für den laminaren Strömungsbereich, welcher nach Kraume [18] mit einer Reynolds-Zahl (Gleichung 5) von  $\leq 0,25$  begrenzt ist. [8][18]

Für die Stokesche Sinkgeschwindigkeit gilt [8]:

$$w_s = \frac{d^2 * g * (\rho_s - \rho_f)}{18 * \eta_f} \quad (33)$$

Durch Umformung der Gleichung 33 auf die Viskosität  $\eta_f$  folgt:

$$\eta_f = \frac{d^2 * g * (\rho_s - \rho_f)}{18 * w_s} \quad (34)$$

Löst man Ansatz A (Gleichung 32) mit den Faktoren A und B (Tabelle 36) des schleichenden Strömungsregimes, ergibt sich daraus Ansatz B (Gleichung 34). Die Reynolds-Zahl-Grenzwerte, welche das schleichende Regime von anderen absondern, unterscheiden sich jedoch je nach Literatur. [8][18][23]

Demnach erfolgt die Auswertung, für eine bessere Abtrennung der Regime, von Ansatz A und Ansatz B getrennt voneinander.

#### 4.4.3 Ansatz C

Beim dritten und letzten Ansatz wird der Einfluss der Rohrwand auf den Strömungswiderstand beachtet. Die Berücksichtigung erfolgt über den Widerstandbeiwert  $c_W$ . Stieß zitiert in [35] den Ansatz von Ladenburg, welcher mit

$$c_W = \frac{24}{Re} * (1 + 2,104 * \frac{d}{D}) \quad (35)$$

beschrieben wird. Darin ist D der Rohrrinnendurchmesser. [30] [35]

Die beschriebene Gleichung ist für das Szenario einer zentrisch sinkenden Kugel in einem senkrechten Rohr vorgesehen. [35]

Durch Einsetzen des in Gleichung 35 angegebenen Widerstandbeiwerts in Gleichung 6 folgt für die Sinkgeschwindigkeit:

$$w_s = \sqrt{\frac{g * d^2 * (\rho_s - \rho_f) * w_s}{18 * (1 + 2,104 * d/D) * \eta_f}} \quad (36)$$

Durch Kürzen und Umformen folgt für die Fluidviskosität:

$$\eta_f = \frac{d^2 * g * (\rho_s - \rho_f)}{18 * w_s * (1 + 2,104 * d/D)} \quad (37)$$

### 4.5 Versuchsaufbau und Durchführung

Wie bereits beschrieben ist es Ziel dieser Versuchsreihe zu überprüfen, ob durch einen Nachbau eines Kugelfallviskosimeters eine kostengünstige und leicht durchzuführende Methode zur Bestimmung der Viskosität realisiert werden kann. Hierbei wird eine Kugel mit bekanntem Durchmesser und bekannter Dichte in einen mit dem zu charakterisierenden Fluid gefüllten, zylindrischen Behälter fallen gelassen. Durch Messen der Zeit über eine bestimmte Strecke kann auf die Sinkgeschwindigkeit geschlossen werden. Durch die ermittelte Geschwindigkeit soll über die zuvor beschriebenen Ansätze auf die Viskosität der Flüssigkeit geschlossen werden. Um auf die Richtigkeit des Verfahrens schließen zu können, wird zuerst die Viskosität von reinem Wasser bestimmt, von welchem Literaturwerte zur Verfügung stehen und dementsprechend mit den berechneten Ergebnissen verglichen werden können.

Zeit s	Geschwindigkeit m/s
3,62	0,3315
3,81	0,3150
3,74	0,3209
3,75	0,3200
Mittelwert	0,3219

Tabelle 37: Sinkgeschwindigkeit PVC-Kugel - Höhe 1,2 m

Der Versuchsaufbau besteht aus einem steifen PTFE-Rohr, welches einen Innendurchmesser von 16 mm und eine Länge von 1700 mm aufweist.

Das Rohr wird mit der Flüssigkeit, von welcher es die Viskosität zu bestimmen gilt, gefüllt und mittels eines Gummistoppels verschlossen, um ein Entkommen des Fluides während der Befestigung des Rohrs zu vermeiden. Der gefüllte Behälter wird an die Kante des Türrahmens gestellt, das Festmachen der Röhre erfolgt über eine Schraubklemme. Ob eine senkrechte Position herrscht, wird mittels Wasserwaage überprüft. Um die Sinkgeschwindigkeit berechnen zu können, werden am Rohr Markierungen mit definierten Abständen angebracht. Die Zeit, in welcher die Kugel die markierte Strecke zurücklegt, wird gestoppt. Die Versuchsdurchführung erfolgt während der gesamten Versuchsreihe analog.

Für die Messungen stehen drei unterschiedliche Kugeln zur Verfügung:

- PVC-Kugel mit 5,5 mm Durchmesser
- 100CrMn6-Kugel mit 10 mm Durchmesser
- 100CrMn6-Kugel mit 15,875 mm Durchmesser

#### 4.5.1 Durchführung mit Wasser

Die Versuchsdurchführung mit Wasser als zu messendes Medium, soll zum Abschätzen der Genauigkeit der Viskositätsmessung dienen. Die Durchführung der Sinkversuche und die damit verbundene Bestimmung der Sinkgeschwindigkeit wird mit allen drei Kugeln durchgeführt. Die Wassertemperatur beträgt 20,2°C.

Die erste Messung der Sinkdauer über eine Strecke von 1,2 m wurde mit der PVC-Kugel durchgeführt. Die Daten sind in Tabelle 37 aufgelistet. Nach den ersten vier Sinkvorgängen der Plastikkugel ist ersichtlich, dass kein ausschließliches geradliniges



Zeit s	Geschwindigkeit m/s
1,63	0,7362
1,59	0,7547
1,43	0,8392
1,36	0,8824
1,69	0,7101
1,53	0,7843
1,57	0,7643
Mittelwert	0,7816

Tabelle 38: Sinkgeschwindigkeit Stahlkugel 10 mm - Höhe 1,2 m

vertikales Sinkverhalten vorliegt. Aufgrund des geringen spezifischen Gewichts der Kugel kommt es zu starken horizontalen Abweichungen bei der Sinkbewegung.

Die ermittelte Sinkgeschwindigkeit der Stahlkugel mit einem Durchmesser von 10 mm ist in Tabelle 38 zu sehen. Trotz einer Strecke von 1,2 m ist wegen der hohen Kugelmaße und der damit verbundenen schnellen Sinkgeschwindigkeit, das Stoppen der Zeit nur in sehr ungenauem Ausmaß möglich und daher mit Unschärfe verbunden. Die Sinkbewegung ist im Vergleich zur PVC-Kugel geradlinig und ohne Abweichungen.

Tabelle 39 beinhaltet die gemittelte Dauer des Sinkvorgangs und die daraus resultierende Geschwindigkeit der 15,875 mm dicken Stahlkugel. Da der Innendurchmesser des PTFE-Rohrs und der Kugeldurchmesser nur eine Differenz von 0,125 mm aufweisen, kann die Flüssigkeit von der sinkenden Kugel nur weitaus langsamer verdrängt werden als bei der kleineren Stahlkugel. Deshalb liegen trotz derselben Kugeldichte wie im Vorversuch, langsamere Sinkgeschwindigkeiten vor.

#### 4.5.2 Auswertung Wasser - Partikeldurchmesser

Der Lehrstuhl für Strömungsmechanik und Strömungstechnik der Universität Magdeburg gibt in einem Arbeitsheft an, dass die dynamische Viskosität von Wasser bei 20°C, 1,002 mPas beträgt. [37]

Die zum Teil iterative Berechnung der Viskosität der zuvor beschriebenen Ansätze, erfolgt über Microsoft Excel, die Ergebnisse des Sinkversuchs der 10 mm großen Kugel sind in Tabelle 40 zu sehen, die der Stahlkugel mit dem Durchmesser von 15,875 mm in Tabelle 41. Von der Auswertung der Versuche mit der PVC-Kugel wird aufgrund der in Unterabschnitt 4.5.1 beschriebenen Probleme abgesehen.

Zeit s	Geschwindigkeit m/s
36,5	0,03288
35,63	0,03368
35,55	0,03376
34,67	0,03461
35,22	0,03407
35,31	0,03398
34,57	0,03471
34,68	0,03460
34,94	0,03434
35,09	0,03420
35,61	0,03370
35,05	0,03424
Mittelwert	0,03406

Tabelle 39: Sinkgeschwindigkeit Stahlkugel 15,875 mm - Höhe 1,2 m

Größe	Einheit	Wert
Durchmesser $d$	m	0,01
Kugeldichte $\rho_S$	kg/m <sup>3</sup>	7782
Fluidichte $\rho_F$	kg/m <sup>3</sup>	998,2
Sinkgeschwindigkeit $w_s$	m/s	0,7816
Innendurchmesser $D$	m	0,016
Reynolds-Zahl	1	60,15
Archimedes-Zahl	1	3949
Koeffizient A	1	0,6
Koeffizient B	1	17
Viskosität $\eta_f$ nach		
Ansatz A	Pas	0,1297
Ansatz B	Pas	0,4730
Ansatz C	Pas	0,2043

Tabelle 40: Auswertung Viskosität - Stahlkugel 10 mm

Größe	Einheit	Wert
Durchmesser $d$	m	0,015875
Kugeldichte $\rho_S$	kg/m <sup>3</sup>	7782
Fluiddichte $\rho_F$	kg/m <sup>3</sup>	998,2
Sinkgeschwindigkeit $w_s$	m/s	0,03406
Innendurchmesser $D$	m	0,016
Reynolds-Zahl	1	0,0197
Archimedes-Zahl	1	0,3552
Koeffizient A	1	1
Koeffizient B	1	24
Viskosität $\eta_f$ nach		
Ansatz A	Pas	27,35
Ansatz B	Pas	27,35
Ansatz C	Pas	8,86

Tabelle 41: Auswertung Viskosität - Stahlkugel 15,875 mm

Da die kleine Stahlkugel beim Sinken im Strömungsregime der beginnenden Ablösung ist und demnach eine Reynolds-Zahl von über 0,25 aufweist, muss das Ergebnis von Ansatz B verworfen werden.

Vergleicht man nun die berechneten Werte der dynamischen Viskosität mit der Größe aus der Literatur, ist zu erkennen, dass die Berechnung sehr stark abweicht. Zur besseren Vergleichbarkeit der berechneten Viskositäten wird der Fehlerfaktor eingeführt:

$$\text{Fehlerfaktor} = \frac{\text{berechneter Wert}}{\text{Literaturwert}} \quad (38)$$

Das Ergebnis von Ansatz A ist dem Literaturwert am ähnlichsten, ist aber dennoch um einen Faktor von 129 unterschiedlich.

### 4.5.3 Auswertung Wasser - Charakteristische Länge

Eine weitere iterative Auswertung von Ansatz A mit den gemessenen Sinkgeschwindigkeiten erfolgt unter Verwendung der charakteristischen Länge  $D - d$  anstatt dem Kugeldurchmesser  $d$ .

Tabelle 42 zeigt das Ergebnis von Ansatz A unter Verwendung der beschriebenen charakteristischen Länge. Die Strömung befindet sich im Stadium der Wirbelschleppe. Die berechnete Viskosität ist im Vergleich zu der Auswertung mit Durchmesser  $d$  näher an dem Literaturwert, aber mit einem Unterschied von einem Faktor 30 dennoch sehr stark

Größe	Einheit	Wert
Durchmesser $d$	m	0,01
Kugeldichte $\rho_S$	kg/m <sup>3</sup>	7782
Fluiddichte $\rho_F$	kg/m <sup>3</sup>	998,2
Sinkgeschwindigkeit $w_s$	m/s	0,7816
Innendurchmesser $D$	m	0,016
charak. Länge $D - d$	m	0,006
Reynolds-Zahl	1	251,6
Archimedes-Zahl	1	69129,7
Koeffizient A	1	0,4
Koeffizient B	1	6,5
Viskosität $\eta_f$ nach Ansatz A	Pas	0,03101

Tabelle 42: Auswertung Viskosität - Stahlkugel 10 mm - charakteristische Länge

abweichend.

Bei der Auswertung des Sinkversuchs der großen Kugel wird eine Viskosität von 1,162 mPas errechnet. Die Strömung kann mit den, in Tabelle 43 ersichtlichen dimensionslosen Kennzahlen, dem ablösefreien Regime zugeordnet werden.

Mit einem Fehlerfaktor von 1,16 ist dieses errechnete Ergebnis am wenigsten vom Literaturwert unterschiedlich. Ein prozentualer Fehler von circa 16 % ist aber dennoch unzufriedenstellend. Daher soll überprüft werden, ob es sich bei dem Fehlerfaktor um einen systematischen Fehler handelt. Aufgrund dessen wird der Sinkversuch mit weiteren Fluiden, von welchen die dynamische Viskosität aus der Literatur bekannt ist, durchgeführt und der in Gleichung 38 definierte Fehlerfaktor berechnet. Handelt es sich bei den errechneten Faktoren um ähnliche Ergebnisse, deutet dies darauf hin, dass ein systematischer Fehler vorliegt, welcher dem Versuchsaufbau oder der empirischen Ungenauigkeit des Ansatzes geschuldet ist. So könnte der Fehlerfaktor bei der Bestimmung von unbekannten Viskositäten berücksichtigt und eingerechnet werden.

Bei den zusätzlichen Flüssigkeiten handelt es sich um Aceton und Isopropanol, da es sich bei diesen Fluiden um leicht erhältliche und vergleichsweise ungefährliche Substanzen handelt.

Das aus PTFE bestehende Rohr ist gegen alle der verwendeten Flüssigkeiten Aceton, Isopropanol und Mischsäure, bestehend aus Salpeter- und Flusssäure, beständig. [39]

Größe	Einheit	Wert
Durchmesser $d$	m	0,015875
Kugeldichte $\rho_S$	kg/m <sup>3</sup>	7782
Fluidichte $\rho_F$	kg/m <sup>3</sup>	998,2
Sinkgeschwindigkeit $w_s$	m/s	0,03406
Innendurchmesser $D$	m	0,016
charak. Länge $D - d$	m	0,000125
Reynoldszahl	1	3,653
Archimedes Zahl	1	95,87
Koeffizient A	1	0,8
Koeffizient B	1	27
Viskosität $\eta_f$ nach Ansatz A	Pas	0,001163

Tabelle 43: Auswertung Viskosität - Stahlkugel 15,875 mm - charakteristische Länge - Wasser

#### 4.5.4 Auswertung Aceton - Charakteristische Länge

Da das Ergebnis von Ansatz A mit der Stahlkugel mit Durchmesser 15,785 mm unter Verwendung der charakteristischen Länge den geringsten Fehlerfaktor aufweist, erfolgt die Versuchsauswertung von Aceton und Isopropanol auf gleichem Wege.

Der für den Fehlerfaktor benötigte Literaturwert der dynamischen Viskosität wird mit folgender, aus dem VDI-Wärmeatlas [15] stammenden, Gleichung berechnet:

$$\eta_{Lit} = E * \exp(A * (\frac{C - T}{T - D})^{1/3} + B * (\frac{C - T}{T - D})^{4/3}) \quad (39)$$

Die für die Viskositätsberechnung benötigte Dichte wird mit einer Gleichung aus derselben Quelle bestimmt [15]:

$$\rho_f = \rho_c + A * (1 - \frac{T}{T_c})^{0,35} + B * (1 - \frac{T}{T_c})^{2/3} + C * (1 - \frac{T}{T_c}) + D * (1 - \frac{T}{T_c})^{4/3} \quad (40)$$

Die errechneten Literaturwerte und die dafür benötigten dimensionslosen Koeffizienten sind in Tabelle 44 aufgelistet. Aceton hat demnach eine geringere dynamische Viskosität und Dichte als Wasser.

Zur Überprüfung werden die berechneten Literaturwerte mit Werten aus einer Online-Datenbank [36] verglichen, das russische Register gibt bei einer Temperatur von 20°C eine Dichte von 790,8 kg/m<sup>3</sup> an. Die dynamische Viskosität beträgt bei 10°C, 0,36 mPas

Größe	Einheit	Gleichung 44	Größe	Einheit	Gleichung 45
T	°C	18	T	°C	18
T	K	291,15	$T_c$	K	508,1
A	1	1,65496	T	K	291,15
B	1	0,5733	A	1	547,382
C	1	610,687	B	1	208,742
D	1	11,477	C	1	-203,76
E	1	0,00002915	D	1	253,9936
			$\rho_c$	kg/m <sup>3</sup>	274
$\eta_{Lit}$	Pas	0,0003261	$\rho_f$	kg/m <sup>3</sup>	793,41

Tabelle 44: Berechnung Literaturwerte Aceton [15]

Zeit s	Geschwindigkeit m/s
24,16	0,04967
24,18	0,04963
24,45	0,04908
23,64	0,05076
23,97	0,05006
24,44	0,04910
24,07	0,04985
24,37	0,04924
Mittelwert	0,04967

Tabelle 45: Sinkgeschwindigkeit Stahlkugel 15,875 mm - Höhe 1,2 m - Aceton

und bei 25°C weist sie laut Datenbank einen Wert von 0,295 mPas auf.

Der gezogene Vergleich der Dichte und der dynamischen Viskosität mit der Stoffdatenbank, validiert die berechneten Literaturwerte.

Die Durchführung des Sinkversuchs in flüssigem Aceton erfolgt bei einer Fluidtemperatur von 18°C. Tabelle 45 zeigt die aus den gemessenen Zeiten berechneten Sinkgeschwindigkeiten und das daraus resultierende arithmetische Mittel.

Die dimensionslose Reynolds- und Archimedes-Zahl, ersichtlich in Tabelle 46, lassen erneut auf ein ablösefreies Strömungsregime schließen.

Das mittels Ansatz A berechnete Ergebnis der dynamischen Viskosität liegt mit 0,72618 mPas, wie der Literaturwert erwarten lässt, unter dem berechneten Wert von Wasser (vergleiche Tabelle 43). Der Fehlerfaktor unterscheidet sich jedoch mit einem Wert von



Größe	Einheit	Wert
Durchmesser $d$	m	0,015875
Kugeldichte $\rho_S$	kg/m <sup>3</sup>	7782
Fluidichte $\rho_F$	kg/m <sup>3</sup>	793,41
Sinkgeschwindigkeit $w_s$	m/s	0,04967
Innendurchmesser $D$	m	0,016
charak. Länge $D - d$	m	0,000125
Reynolds-Zahl	1	6,784
Archimedes-Zahl	1	201,5
Koeffizient A	1	0,8
Koeffizient B	1	27
Viskosität $\eta_f$ nach Ansatz A	Pas	0,00072618

Tabelle 46: Auswertung Viskosität - Stahlkugel 15,875 mm - charakteristische Länge - Aceton

2,23 deutlich von dem für Wasser bestimmten Faktor.

#### 4.5.5 Auswertung Isopropanol - Charakteristische Länge

Wie schon bei der Auswertung des Sinkversuchs mit Aceton, werden auch die Literaturwerte für Isopropanol mit Gleichung 39 und Gleichung 40 bestimmt, die für die Berechnung benötigten Koeffizienten und Ergebnisse sind in Tabelle 47 enthalten.

Zur Überprüfung wird der berechnete Literaturwert der Dichte mit Werten aus einer Online-Datenbank [14] verglichen, das Register gibt bei einer Temperatur von 20°C eine Dichte von 780 kg/m<sup>3</sup> an.

Die dynamische Viskosität beträgt laut [38] bei 25°C, 2,052 mPas.

Der gezogene Vergleich der Dichte und der dynamischen Viskosität mit den genannten Quellen validiert die berechneten Werte.

Die berechneten Sinkgeschwindigkeiten und das daraus bestimmte arithmetische Mittel der Kugel in Isopropanol, sind in Tabelle 48 aufgelistet. Auch bei Isopropanol als Flüssigkeit sinkt die Kugel im ablösefreien Strömungsregime.

Wie Tabelle 49, zeigt wird durch Ansatz A eine dynamische Viskosität von 2,3208 mPas errechnet. Bezieht man diesen Wert auf den in Tabelle 47 bestimmten Literaturwert, ergibt das einen Fehlerfaktor von 1,08. Dieser Wert ist demnach mit einem prozentualen Fehler von ungefähr 8 % am geringsten von dem vorgegebenen Literaturwert entfernt.

Der aus der Literatur bestimmte Wert der dynamischen Viskosität von Isopropanol ist

Größe	Einheit	Gleichung 44	Größe	Einheit	Gleichung 45
T	°C	20,8	T	°C	20,8
T	K	293,95	$T_C$	K	508,25
A	1	4,91749	T	K	293,95
B	1	0,83615	A	1	816,2709
C	1	482,98	B	1	-549,21
D	1	73,079	C	1	696,9841
E	1	0,00001026	D	1	-232,082
			$\rho_c$	$kg/m^3$	273
$\eta_{Lit}$	Pas	0,0021571	$\rho_f$	$kg/m^3$	788,03

Tabelle 47: Berechnung Literaturwerte Isopropanol [15]

Zeit	Geschwindigkeit
s	m/s
52,88	0,02269
52,85	0,02271
52,78	0,02274
52,28	0,02295
52,72	0,02276
52,47	0,02287
51,66	0,02323
52,15	0,02301
51,15	0,02346
Mittelwert	0,02294

Tabelle 48: Sinkgeschwindigkeit Stahlkugel 15,875 mm - Höhe 1,2 m - Isopropanol

Größe	Einheit	Wert
Durchmesser $d$	m	0,015875
Kugeldichte $\rho_S$	kg/m <sup>3</sup>	7782
Fluiddichte $\rho_F$	kg/m <sup>3</sup>	788,03
Sinkgeschwindigkeit $w_s$	m/s	0,02294
Innendurchmesser $D$	m	0,016
charak. Länge $D - d$	m	0,000125
Reynolds-Zahl	1	0,9735
Archimedes-Zahl	1	19,61
Koeffizient A	1	0,8
Koeffizient B	1	27
Viskosität $\eta_f$ nach Ansatz A	Pas	0,0023208

Tabelle 49: Auswertung Viskosität Stahlkugel 15,875 mm - charakteristische Länge - Iso-propanol

Zeit s	Geschwindigkeit m/s
44,16	0,02717
43,37	0,02767
42,31	0,02836
Mittelwert	0,02773

Tabelle 50: Sinkgeschwindigkeit Stahlkugel 15,875 mm - Höhe 1,2 m - Abbeize

größer als jener von Aceton und Wasser. Dieser Trend ist auch bei den drei empirisch bestimmten Viskositäten zu erkennen (vergleiche Tabelle 43, Tabelle 46 und Tabelle 49).

#### 4.5.6 Auswertung Abbeize - Charakteristische Länge

Nachdem die Viskosität von Flüssigkeiten bestimmt ist, welche mit Literaturwerten verglichen werden kann, soll die dynamische Viskosität der hergestellten Abbeize mittels Ansatz A errechnet werden. Die für die Berechnung erforderliche Flüssigkeitsdichte beträgt  $\rho_f = 1155,8 \text{ kg/m}^3$  (siehe Unterabschnitt 4.3). Die Zeiten, welche die Kugel benötigt, um eine Strecke von 1,2 m zu sinken, sind in Tabelle 50 aufgelistet. Weiters sind die daraus berechneten Sinkgeschwindigkeiten und das resultierende arithmetische Mittel ersichtlich.

Da die Abbeize die sinkende Stahlkugel angreift und demnach der Durchmesser mit zu-

Größe	Einheit	Wert
Durchmesser $d$	m	0,015875
Kugeldichte $\rho_S$	kg/m <sup>3</sup>	7782
Fluiddichte $\rho_F$	kg/m <sup>3</sup>	1155,8
Sinkgeschwindigkeit $w_s$	m/s	0,02773
Innendurchmesser $D$	m	0,016
charak. Länge $D - d$	m	0,000125
Reynolds-Zahl	1	2,703
Archimedes-Zahl	1	66,78
Koeffizient A	1	0,8
Koeffizient B	1	27
Viskosität $\eta_f$ nach Ansatz A	Pas	0,0014824

Tabelle 51: Auswertung Viskosität - Stahlkugel 15,875 mm - charakteristische Länge - Abbeize

nehmender Dauer in der Flüssigkeit kleiner wird, kann pro Kugel nur eine repräsentative Messung aufgenommen werden.

Die Auswertung des Sinkversuchs in der Abbeize ist in Tabelle 51 ersichtlich. Die Stahlkugel sinkt im ablösefreien Strömungsregime.

Mit Ansatz A wird eine dynamische Viskosität von 1,4824 mPas bestimmt.

## 4.6 Zusammenfassung der Ergebnisse der Viskositätsmessung

Durch die Sinkversuchsdurchführung mit Wasser als zu messende Flüssigkeit, werden mit Hilfe von drei verschiedenen Kugeln die Ergebnisse der vorgestellten Ansätze auf Plausibilität überprüft.

Die verwendete PVC-Kugel scheidet aufgrund ihres geringen Eigengewichts und der damit verbundenen ungeradlinigen Sinkbewegung nach der ersten Durchführung aus.

Die beiden Stahlkugeln sinken in senkrechter Richtung geradlinig und ohne Schwankungen auf horizontaler Ebene. Dennoch ergibt die Auswertung der dynamischen Viskosität aller drei Ansätze, dass die Ergebnisse sehr stark von dem Literaturwert der Viskosität von Wasser abweichen. Sowohl bei der kleinen als auch bei der großen Stahlkugel (siehe Tabelle 40 und Tabelle 41).

Die Archimedes-Zahl wird als Verhältnis von Auftriebskraft zu Reibungskraft interpretiert.[1]

Betrachtet man das Sinkverhalten der Stahlkugeln wird ersichtlich, dass die charakteristische Länge der Gegenströmung, welche durch die verdrängte Flüssigkeit der Kugel entsteht, mit  $D - d$  gewählt werden kann. Diese Länge beschreibt die Differenz von Rohrrinnendurchmesser  $D$  und Kugeldurchmesser  $d$ . Demnach erfolgt die Auswertung des Ansatzes A im zweiten Schritt mit einer eingesetzten charakteristischen Länge von  $D - d$  anstatt des Kugeldurchmessers  $d$ . Die Ergebnisse des modifizierten Ansatzes A sind im Vergleich zu der ersten Berechnung der dynamischen Viskosität weniger weit vom Literaturwert entfernt.

Der Sinkversuch mit der 15,875 mm Kugel unter der Auswertung von Ansatz A mit der charakteristischen Länge  $D - d$ , weist für die dynamische Viskosität  $\eta_f$  einen Fehlerfaktor von 1,16 auf und ist demnach am kleinsten von allen mit Wasser durchgeführten Versuchen (siehe Tabelle 42 und Tabelle 43).

Da die oben beschriebene charakteristische Länge auf einer Annahme beruht und ein Fehler von 16 % sehr groß ist, wird mit weiteren Flüssigkeiten, von welchen die dynamische Viskosität bekannt ist, überprüft, ob es sich um einen gleichbleibenden und systematischen Fehler handelt. Die Auswertung der zusätzlich gemessenen Flüssigkeiten erfolgt ausschließlich mittels Ansatz A unter Verwendung der oben beschriebenen charakteristischen Länge anstatt des Kugeldurchmessers, da diese Vorgehensweise bei der Versuchsdurchführung mit Wasser die besten Ergebnisse erzielt.

Die errechneten Fehlerfaktoren (Gleichung 38) der drei gemessenen Flüssigkeiten werden gegenübergestellt:

- Wasser - Fehlerfaktor = 1,16
- Aceton - Fehlerfaktor = 2,23
- Isopropanol - Fehlerfaktor = 1,08

Die Faktoren von Wasser und Isopropanol sind in einer vergleichbaren Größenordnung, jener von Aceton ist allerdings um ungefähr das Doppelte entfernt.

Demnach kann von keinem systematischen und gleichbleibenden Fehler ausgegangen werden, welcher bei der Bestimmung von unbekannten Viskositäten berücksichtigt und eingerechnet werden kann.

Diese Schlussfolgerung weist darauf hin, dass der errechnete Wert der dynamischen Viskosität der Abbeize von 1,4824 mPas mit zu großen Ungenauigkeiten behaftet ist, um für eine industrielle Rührwerksauslegung verwendet zu werden.

Allerdings liegt sowohl die gemittelte Sinkgeschwindigkeit der Stahlkugel als auch die

berechnete Viskosität der Abbeize, zwischen jenen von Wasser und Isopropanol.

$$w_s \text{ in Wasser} > w_s \text{ in Abbeize} > w_s \text{ in Isopropanol} \quad (41)$$

$$\eta_f \text{ Wasser} < \eta_f \text{ Abbeize} < \eta_f \text{ Isopropanol} \quad (42)$$

Demnach ist folgende Aussage über die reale Viskosität der Abbeize gerechtfertigt:

$$\eta_{Real} \text{ Wasser} < \eta_{Real} \text{ Abbeize} < \eta_{Real} \text{ Isopropanol} \quad (43)$$

Das heißt der reale Wert der Viskosität der Abbeize liegt zwischen dem Wert von Wasser und Isopropanol.

Wie bereits in Unterabschnitt 4.5.6 beschrieben, kommt es bei den Sinkversuchen in der Abbeize zum langsamen Auflösen der Stahlkugel. Damit verbunden können auch nur drei repräsentative Messungen aufgenommen werden.

Wie Gleichung 43 zeigt, handelt es sich bei den errechneten Werten für die Viskosität nur um eine richtige Einordnung in diverse Referenzwerte. Aufgrund dessen kann auch die Ungenauigkeit, welche durch die wenigen erhobenen Datenpunkte entsteht, vernachlässigt werden.



## 5 Ein Ausblick auf die Industrielle Umsetzung

Wirft man einen zusammenfassenden Blick auf die Gesamtheit der Versuchsergebnisse, kristallisiert sich vor allem das penetrante Sink- und Ablagerungsverhalten des getesteten Schlammes bzw. Zunders heraus. Das beschriebene Merkmal ist sowohl bei den Sprühversuchen als auch bei den Sedimentationsversuchen festzustellen. Das starke Absetzverhalten ist auf eine hohe Feststoffdichte von  $3,34 \text{ g/cm}^3$  zurückzuführen.

Für das industrielle Up-scaling und die damit verbundenen konstruktiven Herausforderungen, wirft dieses Absetzverhalten des Feststoffs eine Vielzahl von zu berücksichtigenden Details auf.

Prinzipiell kann in Betracht auf das oben genannte Charakteristikum verallgemeinert werden, dass jede Kante, Ecke oder Verengung im Anlagensystem, in welchem eine Beizschlamm suspension auftritt, dem Feststoff eine Chance gibt, sich abzulagern. Im ungünstigsten Fall kommt es zu Verstopfungen in Rohrleitungen. Um das Auftreten besagter Verstopfungen zu vermeiden, ist die richtige Auswahl und Auslegung der im Fördersystem verwendeten Pumpen ein wichtiger Punkt bei der industriellen Umsetzung.

Weiters nimmt das schnelle Sinkverhalten auch Einfluss auf die Behälter- und Rührwerksauslegung. Bei Sedimentationsbehältern sollten Stellen, an welchen sich der abgesetzte Feststoff noch zusätzlich verdichten kann, vermieden werden. Eine konusförmige Konstruktion am Behälterboden kann beispielsweise als solch eine Problemzone definiert sein.

Neben den bisher beschriebenen Anlagebereichen ist der Düseneinbau am meisten prädestiniert für durch Schlamm verursachte Verstopfungen. Wie die Sprühversuche zeigen, lagern sich beim Zerstäuben einer Suspension unweigerlich Feststoffpartikel in den Hohlräumen des Düsenstocks ab. Damit verbunden wachsen die Strömungskanäle mit steigender Sprühdauer zu, bis es schlussendlich zur Verstopfung der Düse kommt. Im Betrieb der PYROMARS-Anlage ist eine Sprühdauer von bis zu 8 Stunden vorgesehen. Als Konsequenz dieser Erkenntnis folgt, dass der Aufbau und die Konstruktion des Düsenstocks einer Adaptierung unterlaufen muss und nicht so wie bei den Sprühversuchen verwendet werden kann. Im konstruktiven Sinne muss es oberste Priorität haben, alle Hohlräume, in welchen Strömungstotzonen entstehen, zu vermeiden. Damit verbunden muss ein kontinuierlicher Suspensionsdurchfluss ohne konstruktive Widerstände und Hindernisse gewährleistet sein. Im Bezug auf die beschriebene Düsen-Problematik muss sich im Rahmen der industriellen Umsetzung auch mit der Überlegung

befasst werden, Versuche mit anderen Düsen durchzuführen. Sowohl eine Variation der Düsengröße als auch die Verwendung von anderen Düsenarten, als wie die im Rahmen der Diplomarbeit verwendeten Tangential-Düsen, können zu einem besser geeigneten Sprühbild führen.

Auch auf die Art des Anlagenbetriebs muss die Charakteristik des schnell absinkenden Feststoffs Auswirkungen haben. Um während dem Betrieb etwaige Verstopfungen beheben zu können, ist es zielführend, in jenen Rohrleitungssystem, in welchen der Flüssig-Feststoff-Massenstrom transportiert wird, Bypass- und Stand-by- Kreisläufe vorzusehen. Für eine optimal durchführbare Wartung der industriellen Anlage sind zusätzliche Rückspülungen und Entleerungsmöglichkeiten des Systems einzuplanen.

Weiters wäre es von Vorteil, in besagten Rohrleitungen Abquetscharmaturen anstatt herkömmliche Kugelhähne und Zwischenflanschklappen zu berücksichtigen.

Auch die Messinstrumente, welche in Rohrleitungen platziert sind und durch welche die Beizschlamm suspension fließt, müssen aufgrund der erhöhten mechanischen Beanspruchung verschleißfest ausgelegt sein.

Nach den durchgeführten Sprühversuchen sind aufgrund der kurzen Sprühdauer, keine Anzeichen einer mechanischen Abnutzung durch Abrasion zu erkennen. Dennoch macht es in Bezug auf die hohe Sprühdauer im industriellen Betrieb Sinn, die Düsen als Verschleißteile zu definieren und die damit verbundenen regelmäßigen Wechselzeiten und Stillstände zu benennen. Selbiges Szenario sollte in längeren Abständen für etwaig verwendete Rührwerke vorgesehen sein.

Das Trocknungsverhalten der gelieferten Beizschlammprobe unterscheidet sich von jenem des Zundermaterials. Während der Zunder nach der Trocknung als rieselfähiges Pulver ausfällt, neigt der Beizschlamm zum Verklumpen und Agglomerieren. Ein weiteres Verhalten, welches im Betrieb zu berücksichtigen ist. Daraus folgt, dass lange Stillstände und andere Szenarien, in welchen es zur Trocknung des Feststoffs kommen kann, identifiziert und vermieden werden müssen.

Die Sprühversuche erfolgten mit einem gesiebten und in Bezug auf die Partikelgröße, klar definierten Zunderausgangsmaterial. Im praktischen Betrieb ist nicht davon auszugehen, dass keine Verunreinigungen oder grobe Partikel auftreten. Um eine damit verbundene Düsenverstopfung oder Beschädigung zu vermeiden, muss eine separate Trennung dieser Feststoffe erfolgen. Eine solche Absonderung kann im Betrieb durch diverse Filtersysteme gewährleistet sein.

Die Ergebnisse der Viskositätsmessung zeigen, dass mit den durchgeführten Versuchen die Viskosität der Abbeize, in Hinsicht auf die Rührwerksauslegung, in keiner ausreichen-

den Genauigkeit bestimmt werden konnte. Dennoch kann mit Hilfe dieses sehr einfach zu realisierenden und billigen Versuchsaufbaus, die Viskosität in erster Näherung bestimmt werden und damit verbunden eine erste Einordnung erfolgen.

Abhilfe in Bezug auf die Ungenauigkeiten der Viskositätsmessung, kann mit der Verwendung eines frequenzgeregelten Rührwerks geleistet werden. Das erhaltene Ergebnis zeigt, dass der Wert der dynamischen Viskosität von Abbeize zwischen jener von Wasser und Isopropanol liegt. Weiters folgt aus der Auswertung der Viskositätsversuche, dass die Sinkgeschwindigkeit der Kugel in Wasser, also der Flüssigkeit mit der geringeren Viskosität, größer ist als in Fluiden mit einer höheren Viskosität. Demnach kann die Überlegung angestellt werden, die Rührwerksauslegung mit dem “worst case“ Viskositätswert von Wasser durchzuführen und im Anlagenbetrieb mit der frequenzgesteuerten Drehzahlregelung den optimalen Betriebspunkt zu definieren.

## Literatur

- [1] Dittmann Achim. *Repetitorium der technischen Thermodynamik*. Teubner, 1995.
- [2] Andritz Metals Continuous pickling and galvanizing lines. Letzter Zugriff 27.06.2021. URL: <https://www.andritz.com/products-en/metals/metals/carbon-steel-pickling/continuous-pickling-galvanizing-lines>.
- [3] Andritz Metals interne Dokumente. 2021.
- [4] Andritz Metals Mixed acid regeneration plants. Letzter Zugriff 27.06.2021. URL: <https://www.andritz.com/metals-en/metals-products-overview/processing-rolling/stainless-steel-industry/ss-acid-regenerations>.
- [5] Matthias Bohnet. *Mechanische Verfahrenstechnik*. 1. Auflage. Wiley-VCH, 2004.
- [6] Alireza Bordbar u. a. "Maximum Spreading and Rebound of a Droplet Impacting onto a Spherical Surface at Low Weber Numbers". In: *Langmuir* (2018).
- [7] Harald G. Dill und Weber B. "Fluorit ein nordbayerisches Industriemineral mit Weltgeltung- Von der Fluorlagerstätte zum Endprodukt". In: *ResearchGate* (2010).
- [8] Josef Draxler und Matthäus Siebenhofer. *Verfahrenstechnik in Beispielen*. Springer Vieweg, 2014.
- [9] Benedikt Henkel Georg Henkel Jan Rau. *Topographie und Morphologie funktionaler Edelstahloberflächen*. expert verlag, 2. Auflage 2015.
- [10] Astrid Fiona Felice Günther. "Zerstäubung überhitzter Fluide - Einfluss der Durchflusscharakteristik auf das Spray". Diss. Technische Fakultät der Friedrich Alexander Universität Erlangen-Nürnberg, 2016.
- [11] Retsch GmbH Haan. "Siebanalytik - Qualität aufs Korn genommen". Broschüre Siebanalytik.
- [12] <https://de.statista.com/> Letzter Zugriff: 14.03.2021. URL: <https://de.statista.com/statistik/daten/studie/368035/umfrage/edelstahlproduktion-in-der-eu/>.
- [13] <https://www.labx.com/product/cilas-particle-size-920>. URL: <https://www.labx.com/product/cilas-particle-size-920>.
- [14] IFA. *GESTIS-Stoffdatenbank*. Letzter Zugriff 06.06.2021. URL: <https://gestis.dguv.de/data?name=011190>.

- [15] Verein Deutscher Ingenieure. *VDI-Wärmeatlas*. VDI-Gesellschaft Verfahrenstechnik und Chemieingenieurwesen (GVC), Springer Vieweg, 2013.
- [16] Kuneš Josef. *Dimensionless physical quantities in science and engineering*. Elsevier, 2012.
- [17] Zhao Junuxu u. a. "Issues Relevant to Recycling of Stainless Steel Pickling Sludge". In: *The Minerals, Metals and Materials Society* (2018).
- [18] Matthias Kraume. *Transportvorgänge in der Verfahrenstechnik*. Springer Vieweg, 2020.
- [19] Klaus Kupfer. *Materialfeuchtemessung - Grundlagen, Messverfahren, Applikationen, Normen*. Renningen-Malmsheim: expert-Verlag, 1997.
- [20] Arthur H. Lefebvre und Vincent G. McDonell. *Atomization and Sprays*. Hrsg. von Norman Chigier. CRC Press Taylor und Francis Group, 2017.
- [21] Birgit Christine Leitner. "Mechanismen beim Beizen von Stahlband in Schwefelsäure und Salzsäure". Diss. TU Wien, 2005.
- [22] Xiao-ming Li u. a. "Desulfurization thermodynamics experiment of stainless steel picklingsludge". In: *China Iron and Steel Research Institute Group 2018* (2018).
- [23] Gerd Mauschwitz und Thomas Laminger. *Verfahrenstechnik Laborübungsskript - Mischen und Rühren*. Universitäts Skriptum. TU Wien - Institut für Verfahrenstechnik, Umwelttechnik und Technische Biowissenschaften. 2018.
- [24] Walter Müller. *Mechanische Verfahrenstechnik und ihre Gesetzmäßigkeiten*. Oldenbourg Wissenschaftsverlag GmbH, 2014.
- [25] Jozsef Nagy. "Untersuchung von mehrphasigen, kompressiblen Strömungen durch Simulation und Experiment". Diss. TU Wien, 2012.
- [26] Outokumpu - Krefeld. Letzter Zugriff 27.06.2021. URL: <https://www.outokumpu.com/de-de/locations/krefeld>.
- [27] Ltd. Primetals Technologies Japan. *PROCESSING LINES - Product Brochure*. Techn. Ber. Brochure No. : July 2016/T08-0-N071-L4-P-V1-EN, 2016.
- [28] Uwe Reinert und Rüdiger Schubert. "Einfluß von Legierungselementen auf die Eigenschaften von Eisenwerkstoffen". Hochschule Bremen - Fachbereich Maschinenbau.
- [29] Thomas Richter. *Zerstäuben von Flüssigkeiten*. expert verlag, 4. Auflage 2017.

- [30] S. Ripperger und F. Babick. *Grundlagen der Verfahrenstechnik*. Vorlesungsskript. TU Dresden - Institut für Verfahrenstechnik u. Umwelttechnik. 2006.
- [31] Markus Rütten. *Verallgemeinerte newtonsche Fluide: Thermische und viskose Strömungseigenschaften*. Springer Berlin Heidelberg, 2019.
- [32] Heinrich Schubert. *Handbuch der Mechanischen Verfahrenstechnik*. WILEY-VCH Verlag GmbH u. Co. KGaA, 2003.
- [33] Anupam Singhal, V.K. Tewari und Satya Prakash. "Characterization of stainless steel pickling bath sludge and its solidification/stabilization". In: *Building and Environment* (2007).
- [34] *Stainless Steel: Tables of Technical Properties*. Techn. Ber. euro inox - The European Stainless Steel Development Association, 2007.
- [35] Matthias Stieß. *Mechanische Verfahrenstechnik - Partikeltechnologie 1*. Springer-Verlag Berlin Heidelberg, 2009.
- [36] *Stoffdatenbank chemister.ru (Aceton)*. Letzter Zugriff 06.06.2021. URL: <http://chemister.ru/Database/properties-en.php?dbid=1&id=27>.
- [37] Universität Magdeburg - Lehrstuhl für Strömungsmechanik und Strömungstechnik. *Stoffwerte - Flüssigkeiten*. Letzter Zugriff 05.06.2021. URL: [https://www.lss.ovgu.de/lss\\_media/Downloads/Lehre/Str%C3%B6mungsmechanik/Arbeitsheft/IV.pdf](https://www.lss.ovgu.de/lss_media/Downloads/Lehre/Str%C3%B6mungsmechanik/Arbeitsheft/IV.pdf).
- [38] MartinContreras SusanaPaez. "Densities and Viscosities of Binary Mixtures of 1-Propanol and 2-Propanol with Acetonitrile". In: *Journal of chemical and engineering data* (1989). ISSN: 0021-9568.
- [39] Bürkert Fluid Control Systems. *Beständigkeitstabelle*. Letzter Zugriff 04.06.2021. URL: [https://www.buerkert.de/de/content/download/9318/335016/file/DE\\_Bestaendig\\_D.pdf](https://www.buerkert.de/de/content/download/9318/335016/file/DE_Bestaendig_D.pdf).
- [40] B. Wessely, A. Nogowski und S. Gabsch. *Unterlagen zur Aufgabe 6-1 „Suspendieren – Auslegen der Mindestdrehzahl“*. TU Dresden - Institut für Verfahrenstechnik und Umwelttechnik, Arbeitsgruppe Mechanische Verfahrenstechnik.
- [41] Wilo. *Wilo Helix Pumpendatenblatt*. Wilo Schweiz AG. Letzter Zugriff 27.06.2021. URL: <https://wilo.com/ch/de/Produkte-Kompetenzen/de/produkte-expertise/wilo-helix-ve/helix-ve-208-1-16-e-s>.



- [42] Li Xiao-ming u. a. “Characterization and recycling of nickel- and chromium-contained pickling sludge generated in production of stainless steel”. In: *Central South University Press and Springer-Verlag Berlin Heidelberg 2014* (2014).
- [43] Cong-cong Yang u. a. “Pyrometallurgical recycling of stainless steelpickling sludge: a review”. In: *Journal of Iron and Steel Research International* (2019).

# Abbildungsverzeichnis

1	Schematische Darstellung der Beizsektion [27] . . . . .	2
2	Säure und Abwasser Management mittels PYROMARS und ZEMAP . . .	4
3	Grundkonzept Schlammbehandlung [3] [43] . . . . .	5
4	Röntgenbeugungsanalyse einer Beizschlammprobe [42] . . . . .	9
5	Röntgenbeugungsanalyse indische Beizschlammprobe [33] . . . . .	10
6	Optischer Vergleich verschiedener getrockneter Beizschlammproben . . .	10
7	Formänderung von Beizschlamm bei Erhöhung der Temperatur [42] . . .	11
8	Potentialänderung durch Wechselwirkungen in einer Flüssigkeit [35] . . .	14
9	Kräftegleichgewicht ohne Trägheitskraft [24] . . . . .	15
10	Widerstandszahlendiagramm $c_W$ für Kugeln [35] . . . . .	16
11	Sedimentationsversuch [35] . . . . .	18
12	Beispielhafte Absetzkurve [35] . . . . .	19
13	Grundprinzip Sedimenter [24] . . . . .	20
14	Grundprinzip Lamellenklärer [24] . . . . .	20
15	Auslaufen einer Kapillare [29] . . . . .	22
16	Strahlenzerfall [29] . . . . .	23
17	Drei Arten der Lamellenbildung [10] . . . . .	25
18	Schematischer Lamellenzerfall [20] . . . . .	25
19	Wellenlänge in Abhängigkeit der Weber- und Lamellenzahl [29] . . . . .	27
20	Geometrie einer Tangential-Düse [20] . . . . .	28
21	Spraybildung bei einer Tangential-Düse, oben: schematische Darstellung, unten: fotografische Aufnahme [20] . . . . .	29
22	Outokumpu Beizschlamm- und Zunderlieferung . . . . .	31
23	Versuchsaufbau für die Dichtebestimmung des Beizschlammes . . . . .	33
24	Cilas Particle Size 920 . . . . .	33
25	Versuchsaufbau für die Neutralisierung der Beizschlammprobe . . . . .	34
26	Getrockneter und neutralisierter Beizschlamm . . . . .	35
27	Unbehandelter und getrockneter Beizschlamm . . . . .	36
28	Optische Analyse mittels Eflex Mikroskop . . . . .	37
29	Trocknung des Zunders . . . . .	38
30	Getrockneter Zunder . . . . .	40
31	Eflex: Boden Fraktion . . . . .	41
32	Eflex: 40 $\mu\text{m}$ Fraktion . . . . .	41

33	Eflex: 63 $\mu\text{m}$ Fraktion . . . . .	41
34	Eflex: 125 $\mu\text{m}$ Fraktion . . . . .	41
35	Eflex: 250 $\mu\text{m}$ Fraktion . . . . .	41
36	Eflex: 500 $\mu\text{m}$ Fraktion . . . . .	41
37	Eflex: 800 $\mu\text{m}$ Fraktion . . . . .	42
38	Eflex: 1 mm Fraktion . . . . .	42
39	Eflex: 2 mm Fraktion . . . . .	42
40	Eflex: 4 mm Fraktion . . . . .	42
41	Siebanalyse 1 des Kunden . . . . .	43
42	Siebanalyse 2 des Kunden . . . . .	43
43	Versuchsaufbau Siebung, Siebturm, Waage und Fraktionsbehälter . . . . .	45
44	Versuchsaufbau Sprühversuche . . . . .	47
45	Versuchsaufbau Sprühversuche - Rührer und Düseneinbau . . . . .	48
46	Sprühbild Wasser . . . . .	50
47	Adaptierter Versuchsstand . . . . .	51
48	Sprühbild mit 25 g/L Zunder . . . . .	52
49	Sprühbild mit 85 g/L Zunder . . . . .	53
50	Sprühversuch mit 125 g/L Zunder . . . . .	54
51	Vergleich der zurückgebliebenen Partikel am Schwebekörper . . . . .	55
52	Vergleich der Tankablagerungen mit und ohne Adaption . . . . .	56
53	Vergleich der Sprühbilder mit 205 g/L Feststoff . . . . .	57
54	Sprühbild mit 255 g/L Zunder . . . . .	58
55	Sprühversuch mit 300 g/L Feststoff . . . . .	59
56	Ablagerungen Düsenstock - Sprühversuch mit 300 g/L Feststoff . . . . .	60
57	Sprühversuch mit 350 g/L Feststoff . . . . .	62
58	Aufgetretene Verstopfungen . . . . .	64
59	Praktischer Sedimentationsversuch im Vergleich zur Literatur [35] . . . . .	66

# Tabellenverzeichnis

1	Beizschlamm Zusammensetzung [43] . . . . .	6
2	Auflistung Beizschlamm, Zusammensetzung in Massenprozent %wt [43] .	7
3	Auftretende Verbindungen der im Beizschlamm enthaltenen Elemente [43]	8
4	Elementare Zusammensetzung Beizschlammprobe China [42] . . . . .	8
5	Elementare Zusammensetzung indischer Beizproben [33] . . . . .	9
6	Dichte indischer Schlammproben [33] . . . . .	12
7	Partikelgrößenverteilung [33] . . . . .	12
8	Dichtebestimmung der Beizschlammprobe . . . . .	32
9	Neutralisation des Beizschlammes . . . . .	34
10	Auswertung Cilas . . . . .	35
11	Trocknung Becherglas . . . . .	39
12	Trocknung Kristallisierschale . . . . .	39
13	Ergebnis Siebanalyse 1 mit 411,6 g Eingabegewicht . . . . .	44
14	Siebdurchgang - gesamtes Zundermaterial . . . . .	46
15	Hergestellte Zunderprobe . . . . .	47
16	Einzubringende Zundermasse . . . . .	50
17	Zunderprobe für 350 g/L Zunderkonzentration . . . . .	61
18	Zundermischfraktion für Dichteberechnung . . . . .	65
19	Sedimentationsversuch 50 g Zundermasse . . . . .	67
20	Sedimentationsversuch 75 g Zundermasse . . . . .	68
21	Sedimentationsversuch 100 g Zundermasse . . . . .	68
22	Schwarmsinkgeschwindigkeit der schnellsten Partikel . . . . .	69
23	Gemessene Werte - Zunderdichtebestimmung . . . . .	71
24	Berechnete Werte - Zunderdichtebestimmung . . . . .	71
25	Schüttdichte Bodensatz <sup>3</sup> . . . . .	72
26	Schüttdichte 40 $\mu\text{m}^1$ . . . . .	72
27	Schüttdichte 63 $\mu\text{m}^1$ . . . . .	72
28	Schüttdichte 125 $\mu\text{m}^1$ . . . . .	72
29	Schüttdichte 250 $\mu\text{m}^1$ . . . . .	72
30	Schüttdichte 500 $\mu\text{m}^1$ . . . . .	72
31	Schüttdichte 800 $\mu\text{m}^1$ . . . . .	73
32	Schüttdichte Zundermischfraktion <sup>1</sup> . . . . .	73
33	Probenidentifikation der hergestellten Abbeize <sup>4</sup> . . . . .	75

34	Bestimmung der Masse - Abbeize <sup>2</sup> . . . . .	76
35	Dichte der Abbeize . . . . .	76
36	Faktoren A und B für das etwaige Strömungsregime [23] [40] . . . . .	77
37	Sinkgeschwindigkeit PVC-Kugel - Höhe 1,2 m . . . . .	79
38	Sinkgeschwindigkeit Stahlkugel 10 mm - Höhe 1,2 m . . . . .	80
39	Sinkgeschwindigkeit Stahlkugel 15,875 mm - Höhe 1,2 m . . . . .	81
40	Auswertung Viskosität - Stahlkugel 10 mm . . . . .	81
41	Auswertung Viskosität - Stahlkugel 15,875 mm . . . . .	82
42	Auswertung Viskosität - Stahlkugel 10 mm - charakteristische Länge . . .	83
43	Auswertung Viskosität - Stahlkugel 15,875 mm - charakteristische Länge - Wasser . . . . .	84
44	Berechnung Literaturwerte Aceton [15] . . . . .	85
45	Sinkgeschwindigkeit Stahlkugel 15,875 mm - Höhe 1,2 m - Aceton . . . . .	85
46	Auswertung Viskosität - Stahlkugel 15,875 mm - charakteristische Länge - Aceton . . . . .	86
47	Berechnung Literaturwerte Isopropanol [15] . . . . .	87
48	Sinkgeschwindigkeit Stahlkugel 15,875 mm - Höhe 1,2 m - Isopropanol . .	87
49	Auswertung Viskosität Stahlkugel 15,875 mm - charakteristische Länge - Isopropanol . . . . .	88
50	Sinkgeschwindigkeit Stahlkugel 15,875 mm - Höhe 1,2 m - Abbeize . . . .	88
51	Auswertung Viskosität - Stahlkugel 15,875 mm - charakteristische Länge - Abbeize . . . . .	89

## Anhang

# Symbolverzeichnis

Symbol	Beschreibung
$Ar$	Archimedes Zahl
$Bo$	Bond Zahl
$Oh$	Ohnesorge Zahl
$Re$	Reynolds Zahl
$We$	Weber Zahl
$\alpha$	Schwarmsinkgeschwindigkeitsexponent oder Einbauwinkel Klärflächen
$\delta_Z$	Lamellendicke
$\lambda$	Störwellenlänge
$\lambda_{opt}$	optimale Wellenlänge
$\varphi$	Restfeuchte
$\psi_m$	Feuchteanteil
$\rho$	Dichte
$\rho_F$	Dichte Flüssigkeit
$\rho_P$	Dichte Partikel
$\rho_G$	Dichte Gasphase
$\rho_Z$	Zunderdichte
$\rho_S$	Schüttdichte oder Dichte des sinkenden Partikels
$\sigma$	Oberflächenspannung
$\eta$	dynamische Viskosität
$\eta_f$	dynamische Viskosität Flüssigkeit
$\nu$	kinetische Viskosität
$\chi$	Lamellenzahl
$A$	Anströmfläche, Fläche, strömungsregimeabhängiger Koeffizient
$A_{eff}$	effektive Klärfläche
$A_{min}$	minimale Klärfläche
$B$	strömungsregimeabhängiger Koeffizient
$c_V$	Volumenkonzentration
$c_T$ und $c_{fest}$	Feststoffkonzentration
$c_W$	dimensionslose Widerstandszahl
$d$	Partikeldurchmesser
$D$	Innendurchmesser



$F_A$	Auftriebskraft
$F_G$	Gewichtskraft
$F_S$	Widerstandskraft
$F_T$	Trägheitskraft
$g$	Erdbeschleunigung
$L$	Strahlenzerfallslänge
$m_{Tr}$	trockene Masse
$m_W$	Wassermasse
$m_{Ges}$	Gesamtmasse
$m_P$	Partikelmasse
$m_{Zunder}$	Zundermasse
$n$	Anzahl Klärflächen
$u$ und $v$	Strömungsgeschwindigkeit
$u_m$	Feuchtegehalt
$V_P$	Partikelvolumen
$\dot{V}_T$	Suspensionsvolumenstrom
$\dot{V}_{\ddot{U}}$	Überlaufvolumenstrom
$\dot{V}_{Sch}$	abströmende Volumenstrom
$V_{Ges}$	Gesamtvolumen
$V_S$	Schüttvolumen
$V_{Wasser}$ und $V_W$	Wasservolumen
$V_Z$	Zundervolumen
$w_S$	Sinkgeschwindigkeit
$w_{SS}$	Schwarmsinkgeschwindigkeit
$w_{Auf}$	Aufströmgeschwindigkeit
$x$	Tropfendurchmesser
$x_{50}$	mittlere Tropfengröße

<b>Resultatuebersicht</b>	Bestimmungs-ID . . . . .	-55ba9451:178fd7fc544:-7f2f
	Bestimmungsstart . . . . .	2021-04-23 09:11:55 UTC+2
	Methode . . . . .	39 Mixed Acid austenitic (NO EXPORT)
	Probenidentifikation 1 . . . . .	2021-04-23
	Einmass . . . . .	0,8 mL
	total Metals . . . . .	38,6 g/L
	total Fluoride . . . . .	44,3 g/L
	HF . . . . .	15,4 g/L
	HNO <sub>3</sub> . . . . .	173,2 g/L
	Total Acid mol/l . . . . .	3,517 mol/L

<b>Resultatuebersicht</b>	Bestimmungs-ID . . . . .	-55ba9451:178fd7fc544:-7f1b
	Bestimmungsstart . . . . .	2021-04-23 09:23:08 UTC+2
	Methode . . . . .	39 Mixed Acid austenitic (NO EXPORT)
	Probenidentifikation 1 . . . . .	2021-04-23
	Einmass . . . . .	1 mL
	total Metals . . . . .	38,4 g/L
	total Fluoride . . . . .	45,7 g/L
	HF . . . . .	16,2 g/L
	HNO3 . . . . .	173,2 g/L
	Total Acid mol/l . . . . .	3,558 mol/L

<b>Resultatuebersicht</b>	Bestimmungs-ID . . . . .	-55ba9451:178fd7fc544:-7f07
	Bestimmungsstart . . . . .	2021-04-23 09:42:28 UTC+2
	Methode . . . . .	39 Mixed Acid austenitic (NO EXPORT)
	Probenidentifikation 1 . . . . .	2021-04-23
	Einmass . . . . .	0,9 mL
	total Metals . . . . .	39,4 g/L
	total Fluoride . . . . .	45,3 g/L
	HF . . . . .	15,6 g/L
	HNO3 . . . . .	174,3 g/L
	Total Acid mol/l . . . . .	3,544 mol/L

## Hei-TORQUE Value 100 - Technische Daten

Motorleistung Aufnahme	90 W
Motorleistung Abgabe	50 W
Anzahl Getriebestufen	1
Drehzahlanzeige	digital monochrom 2,4"
Drehzahlregelung	elektronisch
Max. Drehmoment	100 Ncm
Drehmomentanzeige	Symbol
Überhitzungsschutz	Abschaltautomatik mit Anzeige
Motorschutz	Temperaturüberwachung Software
Viskosität bis	60.000 mPa s
Volumen (H <sub>2</sub> O) max.	50 l
Analoge / digitale Schnittstelle	-
Zulässige Umgebungsbedingungen	Dauerbetrieb
Counter/ Timer	-
∅ Rührwelle max.	10,5 mm
Zulässige Umgebungsbedingungen	5 – 31 °C bei 80 % rel. Luftfeuchtigkeit 32 – 40 °C linear abnehmend bis max 50% rel. Luftfeuchtigkeit
Gewicht	4,4 kg
Schutzart DIN EN 60529	IP 54
Drehzahlbereich	10 - 2.000 U/min
Abmessungen Haltestab (∅ x L)	13 x 160 mm
Abmessungen (B/T/H)	86 x 247 x 350 mm
Drehrichtung veränderbar	-
Durchführbare Rührwelle	1