

**Einsatzmöglichkeiten und -grenzen der
aufbereitungstechnischen Merkmalsklassenanalyse
zur Charakterisierung feinkörniger Reststoffe der
Eisen- und Stahlproduktion als Grundlage eines
verbesserten Wiedereinsatzes**

Dipl.-Ing. Wolfgang Öfner

Dissertation zur Erlangung des akademischen Grades eines
Doktors der montanistischen Wissenschaften an der Montanuniversität Leoben

Eingereicht im Juni 2013

Diese Arbeit wurde am Lehrstuhl für Aufbereitung und Veredlung
(Leiter: Univ.-Prof. Dipl.-Ing. Dr.mont. Helmut Flachberger)
der Montanuniversität Leoben durchgeführt.

1. Begutachter: Univ.-Prof. Dipl.-Ing. Dr.mont. Helmut Flachberger
2. Begutachter: Univ.-Prof. Dipl.-Ing. Dr.-Ing. Markus Lehner

Ich erkläre an Eides statt, dass ich diese Arbeit selbstständig verfasst, andere als die angegebenen Quellen und Hilfsmittel nicht benutzt und mich auch sonst keiner unerlaubten Hilfsmittel bedient habe.

Dipl.-Ing. Wolfgang Öfner

Danksagung

Diese Dissertation hat zwar nur einen Verfasser, aber ohne den Beitrag einiger Personen aus dem Umfeld wäre sie heute wohl noch nicht fertig ...

Deshalb bedanke ich mich ganz herzlich bei meinem Betreuer Prof. Helmut Flachberger, der immer an das gute Ende geglaubt hat und nicht müde wurde, den eckigen Stein wieder und wieder anzustoßen, und bei Prof. Markus Lehner, der sich bereit erklärt hat, in einem späten Stadium als Zweitbegutachter einzusteigen. Dr. Andreas Böhm war von Anfang an eine große Unterstützung und hat in der mehrjährigen Projektarbeit mit seinen Ideen einiges bewegt und bewirkt.

Ohne unsere Projektpartner in der voestalpine – Herbert Schmid und Roland Mayerhofer – und ihre Bereitschaft zur längerfristigen Zusammenarbeit wäre aus diesen Untersuchungen keine Dissertation geworden.

Eine große Unterstützung waren auch all die Kolleginnen und Kollegen, die in Büro, Labor und Technikum dafür sorgen, dass man sich dort wohlfühlt, die aber auch einmal sticheln, wenn's denn not tut ;-)

Wichtig für das Durchhalten war natürlich die Familie, die in der Nähe und der Ferne immer bereit war, zuzuhören.

Aber den größten und schwersten Einzelbeitrag hat meine Sigrid geleistet: Siedelorganisation, Haushaltsmanagement, Antriebsfeder, Korrekturlesen, Aufbauen, Verzichten, ...

Sigi, tämä kirja on sinulle!



Die Öfen A. Das Gewölbe B. Die Pfeiler C. Die Flugstaubkammer D. Die Öffnung E. Der Rauchfang F. Das Fenster G. Die Tür H. Der Kanal I.

...er steigen nämlich, wenn sie den Flugstaub ab...
 ...reppen, die sich an den Seiten der Öfen befinden, sodann mit...
 durch die Öffnungen des über den Öfen befindlichen Gewölbes in die Kam...
 selbst, wo sie den Flugstaub abkehren, zusammenhäufen und in Mulden sammeln,
 die der eine dem andern zum Weiterchaffen und Entleeren zureicht. Diese Flug-
 staubkammer unterscheidet sich von der früher beschriebenen durch die Essen,
 deren sie zwei besitzt, die den gewöhnlichen Essen eines Hauses nicht unähnlich
 sind. Diese nehmen den Rauch auf, der aus dem oberen überwölbten Teile nicht
 entweichen kann, da er zurückgeworfen und zurückgedrängt wird, und entlassen
 ihn dann frei von Zinn. Denn das durch das Feuer aufgelöste und in Asche ver-
 wandelte¹⁴⁾ Zinn, welches mit dem Rauche fortgetragen wurde, bleibt in der
 Kammer zurück oder hängt sich an Kupferbleche an, die im Rauchfang z...
 ...ht sind.

...sondermaßen unrein ist, daß es beim Schla...

Kurzfassung

Bei pyrometallurgischen Verfahren entstehen prozessbedingt große Mengen an feinkörnigen Reststoffen, die hohe Wertstoffgehalte, aber oft auch prozessschädliche Elemente aufweisen. In der Fachliteratur ist eine große Anzahl von Veröffentlichungen zum Wiedereinsatz der Stäube zu finden, wobei diese aber meist nur in der Zusammensetzung betrachtet werden, in der sie im Prozess anfallen. Dafür sind sie in dieser Form allerdings oft nicht geeignet. Um die Stäube als kostengünstigere Alternative zur vollständigen Deponierung mechanisch-physikalisch aufzubereiten und wiedereinzusetzen zu können, müssen sie erst in Hinsicht auf ihre aufbereitungstechnisch relevanten Eigenschaften charakterisiert werden.

Dazu wurde eine Reihe von Stäuben aus der Eisen- und Stahlproduktion einer mehrdimensionalen Merkmalsklassenanalyse unterzogen. Es zeigt sich, dass aufgrund der Verteilung auf Magnetisierbarkeitsklassen ihre Wertstoffe mittels Magnetscheidung meist nicht gemeinsam von den Schadstoffen getrennt werden können. Dagegen wurde bei allen Staubproben ein Zusammenhang zwischen der Partikelgröße und der chemischen Zusammensetzung festgestellt, der in einigen Fällen stark genug ausgeprägt ist, um mittels einer Trennung nach der Korngröße beide Wertstoffe zugleich in hohem Maß von den Schadstoffen abzutrennen.

Durch die typische feine Korngrößenverteilung der Stäube stoßen die bewährten Methoden der Merkmalsklassenanalyse aus der Mineralaufbereitung an ihre Grenzen, sodass Bedarf an der Erweiterung ihres Einsatzbereiches besteht. Die Methodik lässt sich auf andere metallurgische Sparten und weitere Industriezweige übertragen.

Abstract

Pyrometallurgical processes invariably yield large amounts of fine residues containing high grades not only of valuable elements but often also of detrimental ones. A vast amount of publications is available on recycling these dusts, whereof the majority deals with the residues in their original state only. This, however, often does not suit the metallurgical process. A more cost-efficient alternative to being disposed of entirely may be their beneficiation by means of mineral processing techniques in order to render them recyclable.

Systematic design of the processing flow sheet requires proper characterisation of the dusts' relevant properties. Therefore A range of residues from iron and steel production was subject to fractional analysis. As A common finding, magnetic separation is not able to split the valuable elements jointly from the detrimental ones in these samples. Instead, all samples revealed A distinct relationship between particle size and composition. In some cases this trend was strong enough to provide air classifying with that desired effect of separation.

Due to the typically fine particle size distribution of the residues, the methods of fractional analysis well established in mineral processing require some adaptation to serve these applications. Portability of the entire approach onto other metallurgical areas and other types of business is presumed.

Inhaltsverzeichnis

1	Einleitung.....	1
1.1	Hintergrund.....	1
1.2	Gezielte Prozessentwicklung	2
1.3	Aufbau der Dissertation.....	3
2	Zusammenfassung	4
2.1	Allgemeiner Wissenszuwachs.....	4
2.2	Erkenntnisse.....	4
2.3	Verfahrensvorschläge zur Staubaufbereitung.....	5
2.4	Weiterführende Arbeiten	6
3	Literaturübersicht zur Aufbereitung von Stäuben.....	7
3.1	Untersuchungen ohne Aufbereitungscharakter.....	7
3.2	Untersuchungen mit Aufbereitungscharakter.....	10
4	Theoretische Grundlagen	12
4.1	Rohgutcharakterisierung	12
4.1.1	Merkmalsklassenanalyse.....	12
4.1.1.1	Analyse versus technische Trennung	13
4.1.1.2	Korngröße.....	13
4.1.1.3	Dichte.....	20
4.1.1.4	Magnetisierbarkeit	21
4.1.1.5	Farbe und andere Oberflächeneigenschaften.....	24
4.1.1.6	Benetzbarkeit, Leitfähigkeit und Dielektrizitätskonstante	25
4.1.2	Henry-Reinhardt-Schaubild	26
4.1.3	Anreicherungskurven aus Trennversuchen.....	28
4.2	Selektivität von Trennprozessen im Kappa-Netz	30
4.3	Ausgleichsrechnung von Inhaltsbilanzen	32
4.3.1	Gauß-Ausgleich – Lösung ohne Nebenbedingungen	33
4.3.2	Lagrange-Multiplikatoren – Lösung mit Nebenbedingungen.....	34
5	Staubquellen und Probenbeschreibung.....	36
5.1	Bereich Sintern.....	36
5.2	MEROS – Abgasreinigung in einer Sinteranlage.....	39
5.3	Bereich Roheisen	43
5.3.1	Gichtstaub und Gichtschlamm.....	43
5.3.2	Gießhallenstaub.....	46
5.4	Bereich Stahl	47
5.5	Andere Quellen	49

6	Untersuchungen	51
6.1	Übersicht	51
6.2	Einfluss von Prozessparametern auf Staubeigenschaften am Beispiel MEROS	51
6.2.1	Zielsetzung: HOK-Abtrennung	51
6.2.2	Verfahrensauswahl	52
6.2.3	Erfolgreiche Trennung mittels Flotation	53
6.2.4	Späteres Versagen des Flotationsregimes	55
6.2.5	Zusammenfassung, Ursachen und Folgerungen	59
6.3	Kanalradsichter 100 MZR als Analysegerät	61
6.3.1	Apparatebeschreibung	62
6.3.1.1	Aufbau und Einstellungen	62
6.3.1.2	Vor- und Nachteile	65
6.3.1.3	Vergleich mit Produktionssichtern	67
6.3.2	Versuchsweise Fraktionierung von Calcit und AF40	70
6.3.2.1	Calcit	70
6.3.2.2	AF40	75
6.3.3	Versuchsweise Fraktionierung von Kalkstein und Zement	80
6.3.3.1	Kalkstein	81
6.3.3.2	Zement	83
6.3.4	Fraktionierung der Staubproben	86
6.3.5	Beurteilung des Apparates	89
6.4	Probencharakterisierung Bereich Eisen und Stahl	97
6.4.1	Allgemeines zur Merkmalsklassenanalyse der Staubproben	97
6.4.2	Stäube aus der Sinteranlage	101
6.4.2.1	AF30	101
6.4.2.2	AF40	103
6.4.2.3	EF	106
6.4.3	Gießhallenstäube	109
6.4.3.1	HO A	109
6.4.3.2	HO 8m	111
6.4.3.3	GH	115
6.4.4	Gichtstaub GSt	121
6.4.5	„Typische“ Staubproben unbekannter Herkunft	128
6.4.5.1	EAF	128
6.4.5.2	BOF	131
6.4.5.3	Cup	135
6.5	Trennversuche	137
6.5.1	Sichtung im Pilotmaßstab	137
6.5.1.1	Massebilanzen	138
6.5.1.2	AF30	139
6.5.1.3	AF40	140
6.5.1.4	LD grob	141
6.5.1.5	Sek 1.2	142
6.5.2	Zyklonierung von Gichtschlamm	143
6.5.2.1	Zyklonstand und Versuchsdurchführung	143
6.5.2.2	Massebilanzen	144
6.5.2.3	Korngrößenverteilungen und Teilungskurven	149
6.5.2.4	Inhaltsbilanzen	152

7	Diskussion der Ergebnisse	155
7.1	Ausgewählte Ergebnisse im Kappa-Netz.....	155
7.2	Verwachsungsverhältnisse der Stäube	161
7.3	Trennstrategien zur besseren Wiederverwertung	164
7.4	Kritische Beurteilung der vorliegenden Daten.....	167
7.5	Vorschlag für einen standardisierten Untersuchungsgang für Stäube.....	168
8	Aussichten und Empfehlungen	170
8.1	Empfohlene weitere Untersuchungen	170
8.1.1	Fortsetzung der MZR-Beurteilung	170
8.1.2	Erweiterung der Merkmalsklassenanalyse für Stäube	171
8.2	Potential in der Eisen- und Stahlherstellung	173
8.2.1	Allgemein	173
8.2.2	Gichtstaub und Gichtschlamm.....	174
8.3	Übertragung auf andere Industriezweige	174
	Abbildungsverzeichnis	175
	Tabellenverzeichnis	179
	Literaturverzeichnis	181
	Anhang	186
	Beilage als CD-ROM	

1 Einleitung

1.1 Hintergrund

Bei einer Vielzahl technischer Herstellungsprozesse fallen zum Teil große Mengen fein- und feinstdisperser Reststoffe an, die sich oft durch hohe Gehalte an Einsatzstoffen auszeichnen. Diese verursachen nicht nur hohe Entsorgungskosten, sondern stellen auch einen bedeutenden Verlust an Einsatzstoffen dar, wenn sie nicht in den Prozess zurückgeführt werden. Ein von dieser Problematik im Besonderen betroffener Industriezweig ist die Metallurgie, deren Stäube oft schwermetallbelastet sind.

In der Regel ist ein direkter Wiedereinsatz der anfallenden Stäube ohne Vorbehandlung aufgrund der Zusammensetzung der Stäube technologisch nicht möglich. Mechanisch-physikalische Aufbereitungsprozesse und -verfahren sind dabei wegen ihres vergleichsweise geringen Energiebedarfs vorzuziehen. Um entsprechende Verfahren nicht nach Versuch und Irrtum, sondern gezielt entwickeln zu können, müssen die Stäube erst nach objektiven Kriterien charakterisiert werden.

Die Definition von "Staub" steht im Allgemeinen für einen Feststoff, der so fein ist, dass er nach Aufwirbeln längere Zeit in der Luft suspendiert bleibt. Meldau (1952) gibt als Korngrößenbereich „etwa zwischen 1 und 200 Mikron“ an, Neiss (2010) unter Verweis auf die ÖNORM EN 481:1993 (Österreichisches Normungsinstitut, 1993) einen aerodynamischen Durchmesser von 0,5 bis 100 μm . Zu Letzterem ist anzumerken, dass dieser Bereich in der Norm nicht explizit niedergeschrieben ist. Allerdings endet die Definition der Korngrößenverteilungen für die „einatembare, thorakale und alveolengängige Konvention“ mit 100 μm . Zur unteren Grenze sagt der Originaltext lediglich, dass für Partikel unter 0,5 μm aerodynamischem Durchmesser besser der Partikeldiffusionsdurchmesser verwendet werden sollte. Die Norm definiert den aerodynamischen Durchmesser als „Der Durchmesser einer Kugel mit der Dichte 1 g/cm^3 und der gleichen Sinkgeschwindigkeit in ruhender Luft wie die Partikel...“

Die in dieser Dissertation untersuchten Proben können Maximalkorngrößen von bis zu einem Millimeter erreichen. Da aber große Massenanteile der Proben dem Kriterium von Meldau entsprechen, werden sie im Folgenden generell als "Stäube" bezeichnet.

1.2 Gezielte Prozessentwicklung

Veröffentlichungen zum Thema Verwertung von metallurgischen Reststoffen finden sich vereinzelt ab den 1980er Jahren. Ab Mitte der 1990er werden sie zahlreicher, beschäftigen sich aber schwerpunktmäßig mit metallurgischen Lösungsansätzen. Darin werden die Reststoffe als Ganzes den verschiedensten pyro- und hydrometallurgischen Verfahren unterzogen.

Im Rahmen des „Industriellen Kompetenznetzwerkes“ (KnetMET) „Metallurgische und umwelttechnische Verfahrensentwicklung“ wurde am Lehrstuhl für Aufbereitung und Veredlung der Montanuniversität Leoben die Behandlung eines Reststoffes aus der Abgasreinigung einer Sinteranlage untersucht. Nach schnellen ersten Erfolgen konnte mit späteren Proben dieses Materials kein entsprechender Sortiererfolg mehr erreicht werden. Diese Rückschläge werden im Folgenden verwendet, um die Notwendigkeit einer systematischen Beschreibung solcher Stäube zu illustrieren.

Mit Juli 2008 startete in Österreich das im Rahmen des COMET-Programmes geförderte Programm „Advanced Metallurgical and Environmental Process Development – K1-MET“. Ein Teilbereich, "Zero Waste Processing in Metallurgy", beschäftigt sich unter anderem mit der Vermeidung, dem Wiedereinsatz oder einer anderen Wiederverwertung der anfallenden betriebsinternen feinkörnigen Reststoffe. Wie oben ausgeführt, müssen diese dazu zum Teil erst aufbereitet werden. Ein in diesem Rahmen durchgeführtes Projekt zwischen voestalpine Stahl (VASL), voestalpine Stahl Donawitz (VASD) und dem Lehrstuhl für Aufbereitung und Veredlung (AuV) setzte sich das Ziel, ausgewählte Stäube zu charakterisieren. Auf Basis dieser Untersuchungen sollen schlussendlich physikalische Trennverfahren ausgewählt und optimiert werden.

Weitere drei Staubproben wurden in einem gemeinsamen Projekt mit dem Lehrstuhl für Nichteisenmetallurgie der Montanuniversität Leoben bearbeitet. Ziel war es, die Stäube für die sekundäre Zinkgewinnung weiter anzureichern.

Der Ansatz zur Charakterisierung der Stäube wird aus der Mineralaufbereitung übernommen, wo die Aufgabenstellung prinzipiell die gleiche ist: ein Rohgut mit mehr oder weniger hohem Wertstoffgehalt, wertloser Gangart und eventuell auch verschiedenen Schadstoffgehalten durch Anwendung physikalischer Trennverfahren in ein (oder mehrere) hochwertige(s) Konzentrat(e) und Berge (das nicht verwertbare Material) zu trennen. Dazu wird das Rohgut einer nach Möglichkeit mehrdimensionalen objektiven Merkmalsklassenanalyse unterzogen, die die Grundlage für eine Verwachsungs- und Phasenanalyse ist. Diese Beschreibungen der Stäube liefern Aussagen zum bestmöglichen Trennergebnis, das aber nur von Analyseverfahren erreicht werden kann. Diese bilden somit den Maßstab für technische Trennprozesse.

1.3 Aufbau der Dissertation

Abschnitt 3 gibt einen Überblick über vergangene Untersuchungen zum Wiedereinsatz metallurgischer Reststoffe. Es zeigt sich, dass in der Vielzahl an Veröffentlichungen die Möglichkeit einer vorbereitenden Behandlung der Stäube selten auch nur angedacht wird.

Abschnitt 4 bildet den theoretischen Teil der Arbeit. Hier werden zunächst die Grundlagen der Merkmalsklassenanalyse zusammengefasst und die Ergebnisdarstellung mittels Henry-Reinhardt Schaubild erläutert. Weiters folgen die Möglichkeiten zur Beurteilung des Trennergebnisses von technischen Prozessen oder auch Trennversuchen, das Konzept der "Selektivität" und deren Darstellung im Kappa-Netz. Den Abschluss des Kapitels bildet ein kurzer Überblick über die Ausgleichsrechnung mittels Gauß' „Methode der kleinsten Quadrate“ bzw. der Lagrange-Multiplikatoren.

Die im Rahmen dieser Untersuchungen auftretenden Staubquellen mit ihren Staubtypen werden in Abschnitt 5 beschrieben.

Der experimentelle Teil beschreibt in Abschnitt 6 die durchgeführten Staubcharakterisierungen und die technischen Trennversuche im Labor- und Pilotmaßstab. Abschnitt 7 vergleicht deren Ergebnisse und schlägt darauf aufbauend einen Standarduntersuchungsgang für staubförmige Reststoffe sowie aussichtsreiche Behandlungsstrategien im Betrieb vor.

Abschnitt 8 gibt schließlich Abschätzungen und Ausblicke betreffend die Eisen- und Stahlindustrie und die Übertragung der gewonnenen Erkenntnisse auf andere Industriezweige. Eventuell notwendige Erweiterungen der Merkmalsklassenanalyse bilden den Abschluss der Dissertation.

2 Zusammenfassung

2.1 Allgemeiner Wissenszuwachs

Auf dem Gebiet des Wiedereinsatzes feinkörniger metallurgischer Reststoffe ist deren Aufbereitung mittels mechanisch-physikalischer Trennverfahren derzeit immer noch eher selten anzutreffen. Die Merkmalsklassenanalyse als wertvolles Werkzeug zur Verfahrensentwicklung ist dafür bisher entweder gar nicht verwendet worden oder zumindest in der Fachliteratur nicht dokumentiert.

Die in dieser Dissertation beschriebenen Untersuchungen zeigen, dass die Anwendung der etablierten Methoden der aufbereitungstechnischen Merkmalsklassenanalyse auf diese Stoffe erfolgversprechend ist, wenn die Eigenheiten der Stäube im Vergleich zu mineralischem Rohgut beachtet werden. Erweiterungsbedarf besteht vor allem in Richtung feinerer Korngröße.

Eine Reihe von Stäuben aus der Eisen- und Stahlproduktion wurde durch möglichst trennscharfe Fraktionierung und folgende chemische Analyse mittels Henry-Reinhardt-Schaubildern charakterisiert. Diese bilden die Grundlage für eine gute Verfahrensentwicklung und die in 2.3 skizzierten Vorschläge, um Fe und C als Wertstoffe wiederzugewinnen und die prozessschädlichen Elemente abzustößen.

Die dreizehn untersuchten Proben können von der Entstehung her in sieben Gruppen zusammengefasst werden. Da von jeder Staubsorte nur eine Probe bearbeitet wurde, sind die quantitativen Ergebnisse nicht repräsentativ. Die qualitativen Aussagen dagegen sind allgemein gültig.

Die Erkenntnisse und Vorgehensweisen sind auch auf staubförmige Reststoffe aus anderen Industriezweigen anwendbar.

2.2 Erkenntnisse

Wenn bei Stäuben aus der Eisen- und Stahlproduktion mechanische Trennverfahren bislang überhaupt angedacht oder ausprobiert wurden, handelte es sich meist um die Magnetscheidung. Die diesbezüglichen eigenen Ergebnisse für zwei Staubtypen sind ernüchternd: Die mit den Gießhallenstäuben durchgeführten Versuche mittels Schwachfeldmagnetscheidung ergaben zwar Magnetproduktausbringen von 70 bis 80 %, Fe wurde aber bei einer Probe gar nicht, bei den anderen nur mäßig angereichert. Zn tendierte mit einer Ausnahme zum Magnetprodukt und das Verhalten von Pb war wechselhaft.

Beim Gichtstaub ist zwar die Anreicherung des Fe durch Magnetscheidung viel besser, es wird aber unerwünschterweise vom zweiten Wertstoff C sehr effizient getrennt, während sich Zn und Pb ähnlich wie bei den Gießhallenstäuben verhalten.

Im Gegensatz dazu erwies sich die Fraktionierung mittels Laborsichter bei allen Proben als zielführend. Die Dispergierung der Agglomerate war sehr gut und bei fast allen analysierten Elementen zeigte der Gehalt zumindest einen eindeutigen Trend mit der Partikelgröße. Häufig trat ein

starker Anstieg erst von der Fraktion 25/7 μm zu $< 7 \mu\text{m}$ auf. In vielen Fällen war der Unterschied so groß, dass die Gleichfälligkeitsklassierung zugleich als effiziente Sortierung dienen kann. Das ist im Kappa-Netz für alle Stäube der Sinteranlage, die Gießhallenstäube und den Gichtstaub deutlich zu erkennen. Auch die Klassierung einer Gichtschlammprobe mittels Hydrozyklon kann das Zn in gewissem Maß ausschleusen und so den bisher verloren gehenden Wertstoffinhalt zumindest teilweise nutzbar machen.

Angesichts der Versuchsergebnisse sollte für eine Aufbereitung solcher Reststoffe die Klassierung durch Sichter bzw. Hydrozyklon als erstes in Betracht gezogen werden. Das gemeinsame Sichten verschiedener Staubsorten ist nach den derzeitigen Ergebnissen nicht zielführend, da der effiziente Trennschnitt teilweise bei unter 10 μm , teilweise bei 200 μm liegt.

Zur Ermittlung der Korngrößenverteilung ist die Lasergranulometrie bei den untersuchten Proben generell nicht brauchbar. Für die Anwendung der Fraunhofer-Näherung ist die Mehrzahl der Stäube zu fein und für die Mie-Auswertung kann nur ein einziger Brechungsindex angesetzt werden, was bei den vielen auftretenden und teilweise auch opaken Phasen zu stark fehlerhaften Ergebnissen führen muss.

Generell ist auch ein Zusammenhang zwischen Partikelgröße und Dichte zu beobachten, der aber bei der Feinheit der Stäube im Moment technisch nicht ausgenutzt werden kann.

Obwohl korngößenmäßig sehr gut geeignet, muss für eine flotative Aufbereitung mit erheblichen praktischen Schwierigkeiten gerechnet werden. So hängen etwa die Eigenschaften der Reststoffe stark von den Einsatzstoffen und Prozessparametern ab und sind damit sehr variabel. Im Extremfall kann das dazu führen, dass Sammler zum einen Zeitpunkt sehr selektiv arbeiten und später ihre Wirksamkeit vollständig verlieren. Eindrücklich wird das von den Untersuchungen zur Flotation des MEROS-Staubes (Rückstand einer Sinterabgasreinigung) demonstriert.

2.3 Verfahrensvorschläge zur Staubaufbereitung

Da die untersuchten Reststoffe gegebenenfalls über die Sintermischung wieder in den Hochofenprozess gelangen, sind nasse Verfahren nach Möglichkeit zu vermeiden. Außerdem weisen viele der Stäube eine beträchtliche Löslichkeit auf, die umfangreiche Maßnahmen für die Prozesswasserführung bzw. -aufbereitung nach sich ziehen würden.

Wie die Charakterisierung der Proben zeigt, ist der Korngrößeneinfluss auf die Zusammensetzung in den meisten Fällen stark und führt dazu, dass über die Klassierung ein beträchtlicher Sortiereffekt erreicht werden kann. Der dazu nötige Trennschnitt unterscheidet sich jedoch deutlich und würde die gemeinsame Sichtung der Stäube verhindern.

Trotz der bestehenden Dichteunterschiede sind derzeit keine geeigneten trockenen Dichtesortierverfahren verfügbar. Nach der Entstaubung und engen Klassierung mittels Sichter bestünde die Möglichkeit, einen großen Anteil mittels Herdarbeit anzureichern. Durch das fehlende Feinstkorn wäre der Trocknungsaufwand stark reduziert.

Bei der untersuchten Gichtschlammprobe ist es bereits durch eine einfache Klassierstufe mittels Hydrozyklon möglich, Zn und Pb in gewissem Maß auszuschleusen. Das Potential ist in diesem Fall aber noch bedeutend größer.

2.4 Weiterführende Arbeiten

Die vorliegende Dissertation hatte zum Ziel, die Einsatzmöglichkeiten und -grenzen der aufbereitungstechnischen Merkmalsklassenanalyse zur Charakterisierung von Stäuben auszuloten. Nachdem mögliche erfolgversprechende Prozessroutinen aufgezeigt werden konnten, werden weiterführende Untersuchungen für alle Staubtypen zur Untermauerung der Erkenntnisse und insbesondere zur Auffindung eines optimierten Aufbereitungsganges für den jeweils vor Ort anfallenden Staubtyp empfohlen. Einer repräsentativen Probenahme, auch zur allfälligen Erfassung von Unterschieden im Staubanfall bei unterschiedlichen Betriebszuständen, kommt dabei eine entscheidende Bedeutung zu.

Beim Gichtschlamm ist noch nicht geklärt, woran die schädlichen Elemente Pb, Zn, etc. gebunden sind. Beim derzeit verwendeten Hydrozyklon finden sich rund 55 % des Fe und 60 % des C als Verluste im Überlauf. Es ist davon auszugehen, dass daraus je nach „Verwachsung“ entweder mittels Flotation oder Magnetscheidung noch zumindest einer der beiden Hauptbestandteile weitgehend schadstofffrei zurückgewonnen werden kann.

Eine Richtung, die in dieser Untersuchung nicht verfolgt wurde, ist die Elektroscheidung, da sie derzeit unter etwa 100 µm technisch nicht mehr einsetzbar ist. Bei der Vielzahl vorliegender Phasen kann davon ausgegangen werden, dass sich deren elektrische Eigenschaften genügend stark unterscheiden, um zu einem Sortiererfolg zu führen. Am Lehrstuhl für Aufbereitung und Veredlung sind verstärkte Bemühungen im Gange, den Einsatz der auf dem triboelektrischen Auflademechanismus beruhenden Elektroscheidung auf den Korngrößenbereich unter 100 µm auszudehnen. Das Potential dieses sogenannten Koax-Scheiders sollte mit entstaubten Proben ausgelotet werden.

Für die Erweiterung der Merkmalsklassenanalyse bieten sich insbesondere zwei Stoßrichtungen an: Zum einen die Adaptierung des Frantz-Scheiders für die Analyse von Partikeln unter 40 µm und zum anderen die trockene Dichtesortierung. Für letztgenannte endet der technische Einsatzbereich derzeit je nach Quelle bei einer Korngröße von 500 bis 150 µm, es ist auch keine trockene Analyseverfahren verfügbar. Es wird angeregt, eine solche in Anlehnung an die Luftherde mittels Wirbelschichttechnik zu erarbeiten. Erkenntnisse daraus ließen sich direkt für die Entwicklung von Trennapparaten nutzen.

Auch die Frage der Trennschärfe des Laborsichters 100 MZR ist noch nicht abschließend geklärt. Weiters wäre eine bedeutende Verbesserung für die Beschreibung der Proben zu erreichen, wenn der derzeitige Feinstkornverlust beim Zyklon sortenrein gefasst würde.

3 Literaturübersicht zur Aufbereitung von Stäuben

Ziel der Literaturrecherche waren Veröffentlichungen zur Merkmalsklassenanalyse von Stäuben (siehe dazu Abschnitt 4.1), die bei verschiedenen Produktionsprozessen anfallen. Zu den Suchbegriffen „dust characterisation“, „dust recycling“ und „dust processing“ findet sich eine unübersehbar hohe Anzahl von Veröffentlichungen, die Stäube aus metallurgischen Prozessen betreffen, andere Sparten treten dagegen nur sehr spärlich auf.

Beginnend in den 1970er Jahren werden die Beiträge langsam zahlreicher, was die geänderten Rahmenbedingungen bezüglich Umweltgesetzgebung widerspiegelt. Einen deutlichen Einschnitt bildet 1980 die Einstufung der Stäube aus dem Elektrolichtbogenofen (EAF) durch die United States Environmental Protection Agency (US EPA) als umweltgefährdende Abfälle, was die Befassung mit der Wiederverwertung dieser Rückstände unumgänglich machte. Aus der Reihe von Untersuchungen, die laut Kurzfassung eine Charakterisierung der Stäube enthalten, konnten 27 Veröffentlichungen ausgewertet werden.

Der Großteil davon behandelt Rückstände aus der Eisen- und Stahlherstellung, wobei die Hochofenroute und der Elektrolichtbogenofen in je etwa zehn Veröffentlichungen gleich stark vertreten sind. Al-Guss, die FeMn- und SiMn-Herstellung sind je zweimal vertreten, FeCr einmal. Mit verschiedenen anderen metallhaltigen Reststoffen beschäftigen sich in Summe ebenfalls zehn Artikel.

Entgegen den Erwartungen erwähnen viele der Untersuchungen eine Aufbereitung der Rückstände gar nicht und die Merkmalsklassenanalyse tritt nur zweimal in Ansätzen auf. Dementsprechend gliedert sich die folgende Zusammenfassung der Artikel in zwei Gruppen: solche, die sich auf die metallurgischen Aspekte des Wiedereinsatzes der Reststoffe beschränken, und solche, die zumindest ansatzweise aufbereitungstechnisch relevante Inhalte aufweisen. In jeder Gruppe wird eine kleine wesentliche Auswahl der Veröffentlichungen detaillierter beschrieben, die übrigen werden nur der Vollständigkeit halber angeführt.

Als Gemeinsamkeit der metallurgischen Reststoffe werden regelmäßig die feine Korngrößenverteilung, die sehr variable chemische Zusammensetzung und der komplexe Phasenaufbau der Partikel hervorgehoben. Zusammenfassend ergibt sich das Bild, dass die Aufbereitung der metallurgischen Reststoffe bisher stark vernachlässigt wurde und dass die Verwendung der Merkmalsklassenanalyse zur systematischen Beschreibung der Stäube in Bezug auf Aufbereitbarkeit überhaupt ein Novum ist.

3.1 Untersuchungen ohne Aufbereitungscharakter

Dieser Gruppe sind 19 Veröffentlichungen zuzuordnen, wovon 14 die Möglichkeit einer Aufbereitung der Reststoffe nicht einmal erwähnen. Die restlichen beschränken sich auf Aussagen, dass die mechanisch-physikalischen Verfahren „gescheitert sind“, „schwierig waren“ oder „nicht möglich sind“. Zum Teil gründen diese Beurteilungen auf den eigenen Untersuchungen, zum Teil sind sie auch nur

aus der Literatur abgeleitet oder übernommen worden. In all diesen Fällen wird der Wiedereinsatz der Reststoffe ausschließlich in der Zusammensetzung versucht, in der sie im Prozess entstehen.

Die Hälfte der Gruppe enthält als Teil der Charakterisierung eine Phasenanalyse, die zum Großteil auf der Röntgendiffraktometrie (RDA) – eventuell unterstützt von der Rietveldanalyse – und dem Rasterelektronenmikroskop (REM) aufbaut. Dazu gehören Antrekowitsch et al. (2008 und 2009), Havlik et al. (2012), Kim et al. (2010), Majuste und Mansur (2009), Mantovani et al. (2004), Nyirenda (1991), Shen et al. (2005) sowie Wu (1999).

Weitere Aspekte, die umfassend behandelt werden, sind die Entstehungsmechanismen der Rückstände, ihre chemische Zusammensetzung und ihre metallurgischen Eigenschaften. Dazu gehört einerseits das Lösungsverhalten für die hydrometallurgische Route, andererseits das Reduktions-, Erweichungs- und Schmelzverhalten für die pyrometallurgischen Verfahren.

Die Beiträge ohne Phasenanalytik sind Antrekowitsch und Antrekowitsch (2001), Antrekowitsch et al. (2002), Cochran und George (1976), Gudenau et al. (2000), Makkonen et al. (2002), Margolin (1985), Rombach und Krüger (1996), Ruiz et al. (2007), Shibaike et al. (2000) sowie Sokolov et al. (2005).

Beispielhaft werden drei Veröffentlichungen wiedergegeben:

Antrekowitsch et al. (2008)

behandeln die Zn-, Pb- und Halogenverbindungen aus EAF-Stäuben. Nach Literaturangaben sind diese Stäube zu 90 % kleiner als 10 µm, nach deren Untersuchungen sind 85 % kleiner als 3 µm. Neben den sehr feinen ZnO-Partikeln sind aber auch bis zu 1 mm große gedrungene Partikel zu finden, deren Zusammensetzung von Stahl, Schlacke, Kohle oder Kalk dominiert wird. Die Zusammensetzung hängt neben den Einsatzstoffen auch von den Betriebsparametern des Ofens ab und variiert wegen des diskontinuierlichen Prozesses auch stark mit der Zeit.

Wichtige auftretende Oxide sind Fe_3O_4 , ZnFe_2O_4 , FeCr_2O_4 , $\text{Ca}_{0,15}\text{Fe}_{2,85}\text{O}_4$ und ZnO. Weiters sind KCl, NaCl und Spinelle zu finden, wobei Fe in letzteren häufig in schwankendem Ausmaß durch andere Kationen substituiert wird. Die meisten Partikel enthalten mehrere dieser Phasen und sie weisen oft einen schalenförmigen Aufbau auf.

Während ZnO leicht löslich und damit hydrometallurgisch einfach zu gewinnen ist, ist für den Zinkferrit die pyrometallurgische Route vorzuziehen. Hohe Konzentrationen an Halogenen führen bei der Elektrolyse zu Problemen.

Die weiteren Charakterisierungen betreffen das unterschiedliche Verhalten – Löslichkeit, Reduzierbarkeit und Verdampfen – einiger Verbindungen in hydro- und pyrometallurgischen Verfahren und sind damit für die Beurteilung der Aufbereikbaarheit nicht relevant.

Antrekowitsch et al. (2009)

beschreiben drei verschiedene Reststoffe: Rückstände aus dem Wälzprozess und Neutrallaugungsrückstände aus der Zn-Metallurgie sowie Filterstäube aus der sekundären Cu-Metallurgie. Die Untersuchungen erfolgten jeweils mittels RDA, Thermogravimetrie und energiedispersiver Röntgenspektroskopie (REM-EDX).

Laut RDA enthält der Neutrallaugungsrückstand u.a. ZnO , $\text{ZnO}\cdot\text{Fe}_2\text{O}_3$, ZnS , ZnSO_4 , PbO , $3\text{PbO}\cdot\text{SiO}_2$, PbSO_4 , $\text{CuO}\cdot 2\text{Fe}_2\text{O}_3$ und CaSO_4 . Der Pb-Gehalt kann dabei bis zu 9 % erreichen. Dieser Reststoff entsteht, wenn das Zinkoxid aus einem Staub unter geringem Säureeinsatz zum Großteil in Lösung geht und der Zinkferrit im Rückstand verbleibt.

In der Wälzschlacke kommt Fe in acht von zwölf identifizierten Phasen vor, darunter Fe_2O_3 , Fe_3O_4 und metallisch, sowie Zn als Sulfid und Zinkferrit. Der Zinkgehalt ist naturgemäß niedrig. Trotz ihrer Bezeichnung stammt die Wälzschlacke nicht aus einer flüssigen Phase, daher ist der Aufbau der Partikel sehr inhomogen.

Die Filterstäube aus der Cu-Metallurgie zeichnen sich durch hohe Zn- und Halogengehalte aus. Durch den niedrigen Fe-Gehalt liegt Zn kaum als Zinkferrit vor. Bei diesem Reststoff sind wieder viele Partikel schalenförmig aufgebaut.

Die weiteren Ausführungen behandeln die Eignung der drei Reststoffe für verschiedene metallurgische Verfahren und sind für die aufbereitungstechnische Fragestellung nicht relevant.

Nyirenda (1991)

verfasste eine umfangreiche Literaturstudie über die Entstehung, Eigenschaften und Verwertung von Stäuben aus der Stahlproduktion. Je nach Produktionsbedingungen unterscheiden sie sich in manchen Aspekten stark voneinander, daher werden die Stäube aus der Edelstahlproduktion sowie solche von Normalstählen separat behandelt. Bei letzteren wird noch zwischen Rückständen mit hohen, mittleren bzw. niedrigen Gehalten an Nichteisen-Metallen unterschieden.

Für jede Gruppe wird eine Übersicht der verfügbaren hydro- und pyrometallurgischen Verfahren mit ihren spezifischen Vor- und Nachteilen gegeben. Die Stäube der Normalstahlproduktion mit mittleren Nichteisen-Gehalten enthalten auch einen Abschnitt über die Aufbereitung der Rückstände.

Klassierung ist seit längerem ein Standardverfahren für Stäube aus Sauerstoffkonvertern, da bekannt ist, dass der Zn-Gehalt über etwa 60 bis 100 μm unter 1 % liegt. Die EAF-Stäube waren bis dahin für diese Anwendung zu fein. Aus demselben Grund war die Dichtesortierung nicht erfolgreich.

Die Möglichkeit einer flotativen Trennung von Zinkoxid und Eisenoxid wurde zwar prinzipiell demonstriert, benötigt aber mit 15 kg/t exorbitante Mengen an Dispergiermitteln.

Die Trennung von ferromagnetischem Magnetit, paramagnetischem Zinkferrit und diamagnetischem Zinkoxid sollte theoretisch gelingen, scheitert aber oft an der Substitution von zweiwertigem Fe im Magnetit durch Zn, da sie die Magnetisierbarkeit bis zu einem Substitutionsgrad von 50 % kaum verändert.

3.2 Untersuchungen mit Aufbereitungscharakter

Diese Gruppe enthält acht Veröffentlichungen, wovon eine nur eine Modellrechnung zur Zn-Reduktion ohne Versuchsdaten darstellt. Die übrigen Untersuchungen beinhalten zumindest einen Klassier- oder Sortierschritt, bevor dessen Produkt metallurgisch weiter verarbeitet wird. Die Magnetscheidung ist viermal vertreten, Klassierung dreimal, Flotation zweimal.

Korngrößenverteilungen werden fünfmal angegeben. Eine systematische Rohgutcharakterisierung wird aber nur von Fu und Zhang (2008) sowie Yehia und El-Rahiem (2005) ansatzweise versucht, indem die Inhaltsverteilung einer bzw. dreier chemischer Analysen in den Korngrößenklassen einer Siebanalyse ermittelt wird. Konkret angewandt werden diese Informationen in der Folge aber nicht.

Eine umfassende Phasenanalyse ist auch in vier Beiträgen dieser Gruppe zu finden: bei Bruckard und Woodcock (2004), Bruckard et al. (2005), Cruells et al. (1992) sowie Fu und Zhang (2008). Auf die chemischen Gehalte beschränken sich Esezobor und Balogun (2006), Fiore et al. (2005), N.N. (1994) sowie Yehia und El-Rahiem (2005).

Die drei relevantesten Artikel werden im Folgenden zusammengefasst.

Bruckard und Woodcock (2004)

beschäftigen sich mit zwei grundlegend verschiedenen Materialien, von denen der Shredderschlämms für diese Arbeit nicht relevant ist.

Die Al-Krätze hat eine komplexe Zusammensetzung, die u.a. die folgenden zehn Mineralphasen enthält: Al als Metall, Nitrid, Korund, Spinell und Diaoyudaoit ($\text{NaAl}_{11}\text{O}_{17}$), F als Fluorapatit und Neighbourit (NaMgF_3), weiters Quarz, Periklas und Halit. Die Al-Tröpfchen sind dabei in einer groben Matrix aus diesen Mineralphasen eingebettet.

Nach Attrition, Nasssiebung bei 38 μm , Stabmühle und nochmaliger Nasssiebung wurde das Grobgut 60 min lang in einer Cu-Sulfatlösung konditioniert, um das metallische Al für Xanthatsammler zu aktivieren. Nach insgesamt vier Minuten Flotationsdauer wurden im Schaumprodukt 51 % des metallischen Al bei einem Gehalt von 64 % ausgebracht. Im Schlamm mit 53 % Masseausbringen gingen nur 5 % des metallischen Al verloren.

Bruckard et al. (2005)

geben einen Überblick über die Entstehung von EAF-Stäuben und Untersuchungen zu ihrer Wiederverwertung. Gegenstand der Veröffentlichung ist die Entfernung der wasserlöslichen Chloride und anderer Salze und die Gewinnung zinkreicher Konzentrate mittels Magnetscheidung bzw. Hydrozyklon. Im Idealfall könnten die zinkreichen Produkte verwertet werden und die eisenreichen Rückstände problemlos deponiert werden. Etwa 15 % der Aufgabe gehen in Lösung und müssen aus den Prozesswässern ausgefällt werden.

Bei allen Trennversuchen wurden die Produkte mittels RFA, RDA und REM untersucht. An Mineralphasen wurden u.a. Zinkit, Franklinit und Magnetit sowie Hämatit, Calcit, Quarz, Halit, Sylvit und Calciumoxid gefunden.

Laugungsversuche in Wasser ergeben einen natürlichen pH-Wert von etwa 12 und sind nach 30 bis 60 min abgeschlossen. Cl, K und SO₄ gehen fast vollständig in Lösung, Na zur Hälfte und Ca zu 10 %. Die Konzentrationen von Pb und Cr sind signifikant und müssen bei der Wasserreinigung beachtet werden. Zn, Fe und Mn lösen sich dagegen nur in Spuren.

Bei Magnetscheideversuchen auf dem Davis-Rohrscheider folgte das Fe-Ausbringen genau dem Masseausbringen an Magnetprodukt. Zn wurde dagegen zu etwa 95 % im unmagnetischen ausgebracht. Sein Gehalt stieg von 22 % in der Aufgabe auf 28 %, während Fe von 27 auf 24 % sank.

Die Klassierung auf einem 1"-Hydrozyklon mit Trennschnitt bei 2 bis 5 µm ergab bei gleichem Masseausbringen 85 % Zn-Ausbringen im Überlauf, wobei sowohl der Zn- als auch der Fe-Gehalt etwas höher waren als beim unmagnetischen Produkt.

Yehia und El-Rahiem (2005)

ist eines von nur zwei Beispielen, wo eine Merkmalsklassenanalyse zumindest ansatzweise versucht wurde. Zehn Korngrößenklassen einer Gichtstaubprobe wurden auf Fe, Laugungsrückstand und Glühverlust (LOI, als Maß für den Koksgehalt) analysiert. Die Verteilungen zeigen, dass Fe hauptsächlich in Partikeln unter 210 µm und der Glühverlust vor allem über 110 µm auftritt. Diese Informationen wurden aber nicht weiter verwendet.

Die Trennung von Fe und Koks erfolgte einerseits mit der Kombination von Flotation mit Schwachfeldmagnetscheidung, andererseits mit Starkfeldmagnetscheidung alleine. Das Trennergebnis der beiden Varianten war für das koksreiche Produkt mit über 85 % LOI bei 97 % Ausbringen sehr ähnlich. Die Fe-reichen Produkte mit 49 % Fe unterscheiden sich dagegen beim Ausbringen mit 89 bzw. 75 %.

Für das Fe-reiche Produkt wird die Wiederverwertung auf dem Sinterband vorgeschlagen, für das Koksprodukt externe Verbrennung, Abwasserbehandlung oder die Herstellung von Farbruß und für den Rückstand die Verwendung in Zement, Ziegeln oder Plastik. In dieser Veröffentlichung werden keine Elemente außer Fe und C betrachtet.

4 Theoretische Grundlagen

4.1 Rohgutcharakterisierung

Dieser Abschnitt behandelt die Methoden der Rohgutcharakterisierung nur in ihren Grundzügen und geht auf Details nur so weit ein, wie es für die Dissertation relevant ist. Für weitergehende Informationen, theoretische Überlegungen und mathematische Betrachtungen wird auf die Fachliteratur verwiesen. Aufbereitungslehrbücher, die die Thematik enthalten, sind u.a. Schubert (Band 1, 1989; teilweise auch Band 2, 1996), Kelly und Spottiswood (1995) und das SME Handbook (Weiss (Hrsg.), 1985, Section 30).

4.1.1 Merkmalsklassenanalyse

Trennmerkmale sind diejenigen physikalischen Eigenschaften von Partikeln, die zu deren Trennung mittels mechanisch-physikalischer Verfahren ausgenützt werden können. Dazu zählen u.a. Korngröße, Dichte, Magnetisierbarkeit, Benetzbarkeit und elektrische Eigenschaften. Sie können innerhalb gewisser Bereiche jeden beliebigen Wert annehmen.

Die chemische Zusammensetzung der Partikel beeinflusst zwar ihre physikalischen Eigenschaften, ist aber per se kein Kriterium, in welches Trennprodukt sie ausgetragen werden. Die Gehalte stellen daher kein „Merkmal“ dar.

Die Merkmalsklassenanalyse beschreibt das Körnerkollektiv apparatunabhängig nach objektiven Kriterien. Aus der Verteilung eines Merkmals in einem Aufgabegut lassen sich Aussagen über die Trennbarkeit des Kollektivs bei Ausnützung dieses Merkmals ableiten. Für Korngröße, Dichte und Magnetisierbarkeit können die daraus resultierenden Kräfte direkt zur Analyse verwendet werden. Die Farbe und andere Wechselwirkungen der Partikel mit dem elektromagnetischen Spektrum können zwar gemessen werden, sie sind aber durch das Fehlen einer direkten Kraftwirkung Sonderfälle und können trenntechnisch nur mittels sensorgestützter Sortierung ausgenützt werden. Der Randwinkel als Maß für die Benetzbarkeit sowie die elektrischen Eigenschaften können nur für einzelne Partikel und mit Einschränkungen gemessen werden, daher sind sie nicht Gegenstand der Merkmalsklassenanalyse im eigentlichen Sinn.

Um die Merkmalsverteilung objektiv festzustellen, wird der gesamte Wertebereich in Intervalle aufgeteilt, deren Breite je nach Bedarf gewählt werden kann und nicht konstant zu sein braucht. Bei Anwendung analysenscharfer Methoden wird jedes Partikel entsprechend seinem Wert des Merkmals genau dem einem passenden Intervall zugewiesen. Alle Partikel in einem Intervall bilden eine Klasse, deren Masseanteil m_i an der Gesamtprobe einen Analysenwert darstellt. Entsprechend gilt

$$\sum m_i = 1 \quad (1)$$

Das Ergebnis der Analyse ist die Merkmalsverteilung. Ihre zweckmäßigste Darstellung ist in Form einer Summenkurve, da deren Erscheinungsbild nicht durch die Wahl der Klassengrenzen willkürlich beeinflusst werden kann. Das Aufteilen oder Zusammenfassen von Klassen verändert nur die Anzahl der Datenpunkte und wirkt sich auf die anderen Teile der Kurve nicht aus. Die bekannteste Darstellung in kumulativer Form ist die Korngrößenverteilung – entweder als Durchgangskurve oder als Rückstandskurve. Als zweiter Vorteil ist bei den Summenkurven die Interpolation immer möglich.

In Sonderfällen kann auch die Darstellung in Form einer Verteilungsdichte zweckmäßig sein, die bei einer endlichen Anzahl von Klassen zu einem Histogramm wird. Dabei ist darauf zu achten, dass nicht die Klassenanteile m_i aufgetragen werden dürfen, sondern $m_i/\Delta k_i$, wobei Δk_i die Klassenbreite ist. In der ersten Art würde dem Flächeninhalt jeder Stufe eine Bedeutung zugewiesen, die physikalisch nicht vorhanden ist. Besonders bei ungleichen Klassenbreiten würde das Erscheinungsbild breiter Klassen durch ihren höheren Anteil an der Probe zusätzlich verzerrt.

Für eine vollständige Rohgutcharakterisierung ist die chemische Analyse der einzelnen Merkmalsklassen unbedingt erforderlich. Sie ermöglicht erst in der Kombination mit den Klassenanteilen Aussagen über die Nutzbarkeit des untersuchten Trennmerkmals für die Trennung bestimmter Phasen und damit die Prognose und Beurteilung von technischen Trennprozessen. Siehe dazu Abschnitt 4.1.2. Durch Auftrennen der einzelnen Klassen hinsichtlich weiterer Merkmale kann auch eine mehrdimensionale Merkmalsklassenanalyse erstellt werden.

4.1.1.1 Analyse versus technische Trennung

Die Genauigkeit der Zuweisung der Partikel zu den Intervallen bestimmt, ob der Anspruch auf Analysenschärfe gerechtfertigt ist. In der Definition oben wurde angenommen, dass jedes Partikel genau der einzig richtigen Klasse zugewiesen wird. Das wäre wirkliche Analysenschärfe, wird aber in der Realität nie vollständig der Fall sein. So werden z.B. auch bei der sorgfältigsten Durchführung einer Siebanalyse nach längerer Siebbewegung doch noch einige weitere Partikel das Sieb passieren.

Im Gegensatz zur Analyse ist ein technischer Trennprozess, auch wenn er dasselbe Trennprinzip anwendet wie die Analyse, immer mehr oder weniger unscharf. Das Ziel der beiden ist grundlegend verschieden: während die Analyse die Probe beschreibt, soll der technische Prozess ein Produkt in größerer Menge herstellen. Die Unschärfe des Prozesses kann durch die Analyse festgestellt und quantifiziert werden.

4.1.1.2 Korngröße

Bei der Korngrößenanalyse kann noch unterschieden werden, ob das alleinige Feststellen der Verteilung hinreichend ist, oder ob die einzelnen Korngrößenklassen auch physisch getrennt vorliegen sollen. Letzteres soll im Weiteren als „Fraktionierung“ bezeichnet werden. Sie ist immer notwendig, wenn die chemischen Gehalte der Klassen zu bestimmen sind, wenn die Korngrößenklassen bezüglich weiterer Merkmale untersucht werden sollen oder wenn sie bereits als fertige Produkte getestet werden sollen.

Die aktuell am häufigsten angewandte Methode zur bloßen Feststellung der Korngrößenverteilung ist die Lasergranulometrie, bei der das Streuungsmuster eines Laserstrahls an der dispergierten Probe ausgewertet wird. Dieses Verfahren wird im Anschluss genauer behandelt. Im Bereich der Sedimentationsverfahren sind vor allem die Andreasen-Pipette und der Sedigraph zu nennen. Bei beiden wird die Veränderung der Suspension während der Sedimentation beobachtet. Bei Andreasen wird der Feststoffgehalt der Suspension durch die manuelle Entnahme von Proben bestimmt, beim Sedigraph die Feststoffkonzentration über die Abschwächung eines Röntgenstrahls. Der Vorteil des Sedigraphen ist die automatisierte Messung und die stark verkürzte Messdauer: während die Sedimentationsdauer zur Bestimmung des Durchgangs bei 1 μm nach Andreasen in der Größenordnung von 24 h liegt, dauert es beim Sedigraph etwa 1 h. Diese Verfahren kommen alle mit einer geringen Probenmenge aus. Bei entsprechender Feinheit der Proben genügen beim Lasergranulometer u.U. schon zwei Mikrolöffel, beim Sedigraph werden etwa 4 g und bei Andreasen etwa 6 g Probe verwendet. Die potentielle Fehlerquelle in der Analysenprobenentnahme beim Lasergranulometer ist offensichtlich.

Bei den fraktionierenden Korngrößenanalysen ist die älteste und nach wie vor grundlegende Methode die Siebanalyse. Das Körnerkollektiv wird über den physischen Kontakt mit dem Sieb mit einer geometrisch definierten Öffnung verglichen. Ist das Einzelkorn kleiner, kann es passieren; ist es größer, wird es zurückgehalten. Diese Methode überstreicht mit dem Einsatzbereich von vier Größenordnungen – von über 10 cm bis 40 μm – beinahe den gesamten relevanten Korngrößenbereich in der klassischen Aufbereitung mineralischer Rohstoffe. Eine Alternative zur Siebanalyse ist die Fraktionierung nach der Fallgeschwindigkeit. Durch den Übergang vom Schwerkraftfeld zum Fliehkraftfeld können mit einem Laborsichter feinere Fraktionen in größeren Mengen hergestellt werden, als mit Analysesieben. Trennschnitte bis zu 2 μm sind prinzipiell möglich. Ein Problem bei den Sichtern ist die Trennschärfe im Allgemeinen und die nicht klassierten Anteile im Feingut im Speziellen. Dieser Punkt wird in Abschnitt 6.3 anhand von konkreten Messergebnissen detailliert behandelt.

Bowen (2002) beschreibt anschaulich die Herausforderungen und Probleme bei der Korngrößenanalyse über viele Größenordnungen und bei verschiedenen Partikelformen. Entsprechend vielfältig sind die Messmethoden, die hier zum Einsatz kommen. Da die Herleitung von Beziehungen zwischen Partikelgröße und physikalischen Auswirkungen auf regelmäßige und leicht erfassbare Kornformen angewiesen ist, wird die Partikelgröße bei den meisten Verfahren in Form eines äquivalenten Kugeldurchmessers angegeben. Die Definition der Partikelgröße ist jedoch bei fast jedem Verfahren unterschiedlich, sodass die Ergebnisse der Messmethoden kaum oder gar nicht miteinander vergleichbar sind.

Lasergranulometer

Beim Auftreffen auf Materie wird Licht gestreut, d.h. von seiner ursprünglichen Richtung abgelenkt. Generell gilt, dass der Streuwinkel mit abnehmender Teilchengröße zunimmt. Drei Mechanismen tragen zur Streuung bei – Beugung, Brechung und Reflexion (Abbildung 1). Beim Lasergranulometer wird das gestreute Licht durch ein optisches System so gebündelt, dass alle Strahlen mit dem gleichen Streuwinkel unabhängig von der Position des streuenden Objektes gemeinsam auf einen Kreis am Detektor abgebildet werden.

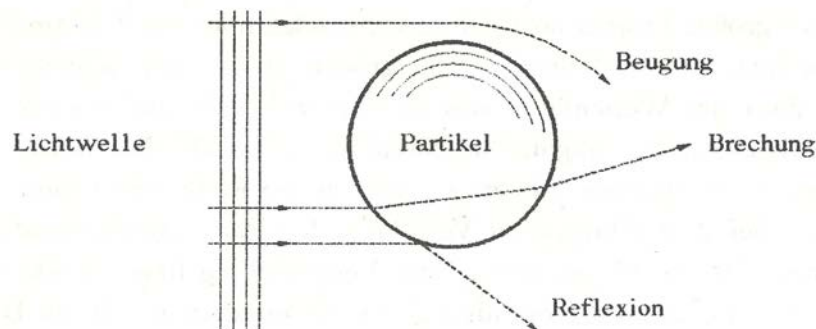


Abbildung 1: Komponenten der Streuung von Licht an einem transparenten Partikel (Stieß, 1995)

Die allgemeine theoretische Lösung der Maxwell-Gleichungen wurde von Gustav Mie für die Intensitätsverteilung um kugelförmige Teilchen schon 1908 aufgestellt und ist eine sehr komplexe Funktion von Teilchengröße, Brechungsindex von Teilchen und Medium, Wellenlänge, Polarisationswinkel und Streuwinkel. Sie ist rotationssymmetrisch um die ursprüngliche Richtung der gestreuten Welle und weist entlang des Streuwinkels eine Reihe von Maxima auf. Die Berechnung der Intensitätsverteilung lässt sich unter bestimmten Umständen durch Näherungslösungen stark vereinfachen. Dazu wird das Frequenzspektrum über den dimensionslosen Parameter

$$\alpha = \frac{\pi d}{\lambda} \quad (2)$$

d Durchmesser des sphärischen Partikels

λ Wellenlänge des Lichts

in drei Bereiche mit sehr unterschiedlicher Charakteristik der Streuung eingeteilt. Im Bereich

- $\alpha \ll 1$ herrscht die Rayleigh-Streuung vor. Sie zeichnet sich dadurch aus, dass die Intensitätsverteilung nach vorwärts und rückwärts symmetrisch ist und für die Ermittlung der Korngrößenverteilung nicht ausgenutzt werden kann.
- $\alpha \approx 1$ muss die volle Mie-Lösung verwendet werden. Sie benötigt den Brechungsindex des Dispersionsmediums und den korrekten komplexen Brechungsindex der Partikel.
- $\alpha \gg 1$ folgt die Lösung großteils der geometrischen Optik. Die Fraunhofer-Näherung enthält keine Brechungsindizes.

Für die Wahl der Grenzen streuen die Angaben in der Literatur. Während die Online-Enzyklopädie Wikipedia ohne Quellenangaben von $0,1$ und $0,2 \lambda$ für die untere Grenze und 2 bis 10λ für die obere spricht, gibt Teipel (2003) Werte von $\alpha = 0,5$ bzw. 10 an, was etwa $0,15$ bzw. 3λ entspricht. Für absorbierende Partikel nennt er auch $> 5 \mu\text{m}$ für die Gültigkeit der Fraunhofer-Näherung. Nach Bowen (2002) soll die Fraunhofer-Näherung für die meisten Materialien ab $4 \mu\text{m}$ angemessen sein, im Bereich 1 bis $4 \mu\text{m}$ müssten die optischen Konstanten des Systems beachtet werden und unter $1 \mu\text{m}$ auf jeden Fall nach Mie ausgewertet werden.

Während die Bestimmung der Korngrößenverteilung für monodisperse Kugeln bei bekannten optischen Parametern sehr genau möglich ist, treten beim praktischen Einsatz einige Probleme auf: von der Kugel abweichende Kornform, breite Korngrößenverteilungen, unbekannte Brechungsindizes oder eine Messprobe, die aus Materialien verschiedener Brechungsindizes besteht.

Die Ermittlung einer breiten Korngrößenverteilung bei einer Probe geht von einer angenommenen Verteilung aus, die nach herstellerabhängigen Algorithmen verändert und angepasst wird. Als Ergebnis der Analyse wird diejenige Verteilung ausgegeben, deren nach den verwendeten Modellen berechnetes Streuungsmuster mit den tatsächlich gemessenen Werten am besten übereinstimmt. Nach Bowen (2002) sollen sich die unterschiedlichen Algorithmen der Hersteller bei Messung der gleichen Suspension im Ergebnis „mit Unterschieden von bis zu 20% “ niederschlagen. Die „Unterschiede“ werden dabei nicht weiter erläutert.

Ein Problem, das bei den in dieser Dissertation untersuchten Proben häufig auftritt, ist die Detektion von Feingut, das in der Probe tatsächlich nicht vorhanden ist. Grund dafür ist die Wahl von Parametern, die für die Probe nicht zutreffen und deshalb die Auswertung nach unzulässigen Modellvorstellungen erfolgt. Umfangreichere Untersuchungen zu diesem Aspekt sind bei Teipel (2003) zu finden. Seine Ergebnisse werden im Folgenden kurz skizziert, sie lassen sich leicht auf die Messung der Staubproben übertragen.

Für die Versuche wurden zunächst vier eng klassierte Fraktionen von Glaskugeln in Wasser gemessen. Für die größte Fraktion mit $115 \mu\text{m}$ Durchmesser ist das Ergebnis der Fraunhofer-Näherung mit der Lösung nach Mie bei korrekten Parametern identisch. Auch ein absichtlich zu hoch gewählter Brechungsindex für Glas verändert das Ergebnis kaum. Wenn aber der Brechungsindex willkürlich ähnlich dem des Wassers gewählt wird, ergibt Mie einen Anteil von 40% -vol mit Durchmesser 1 bis $4 \mu\text{m}$ aus – obwohl diese Fraktion gar nicht in der Probe enthalten ist.

Bei den Kugeln mit $14 \mu\text{m}$ Durchmesser ergibt Fraunhofer einen Anteil von etwa 8% -vol von nicht vorhandenen Kugeln als Peak bei $1 \mu\text{m}$ Durchmesser (Abbildung 2). Das Ergebnis nach Mie ist nur bei korrekten Parametern richtig. Zu hoher Brechungsindex bei richtigem Absorptionsindex sowie korrekter Brechungsindex bei erhöhtem Absorptionsindex führen auch nach Mie zur Anzeige des nicht vorhandenen Feingutes.

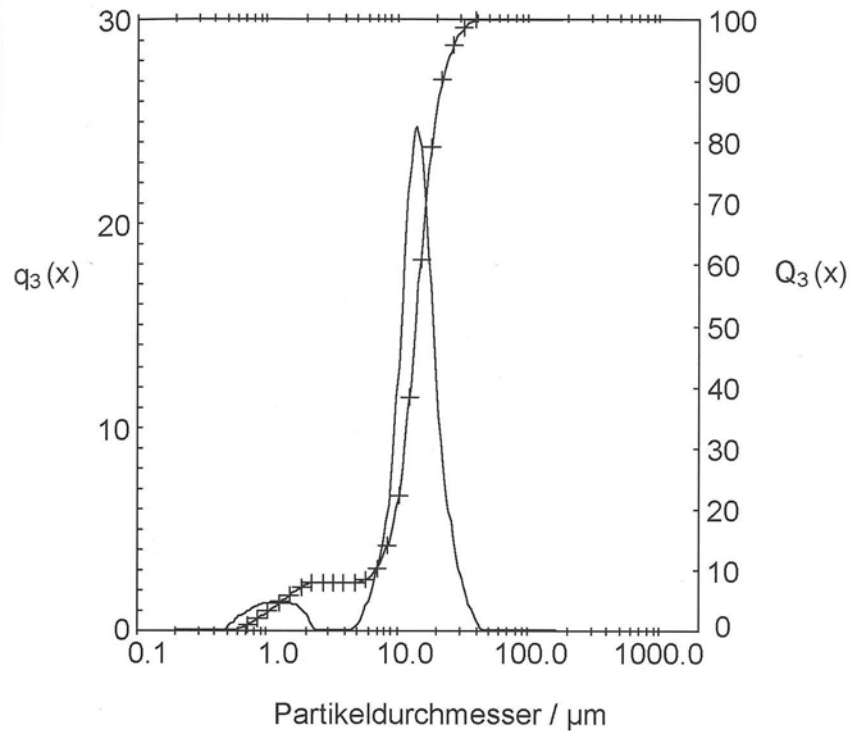


Abbildung 2: Partikelgrößenverteilung von Glaskugeln mit 14 µm Durchmesser nach Fraunhofer-Näherung (Teipel, 2003)

Bei den 7 µm großen Kugeln verbindet sich der Bereich des imaginären Feingutes nach Fraunhofer bereits mit der tatsächlichen Korngrößenverteilung. Im Feinbereich stimmt Mie mit einer Sedimentationsmethode und dem Coulter-Counter überein. Sowohl Mie mit korrekten Parametern als auch Fraunhofer erkennen gröbere Partikel, als in der monodispersen Probe überhaupt vorhanden sind.

Bei der feinsten Fraktion schließlich beginnt die Verteilung nach Fraunhofer bei deutlich kleineren Durchmessern, sie verläuft auch viel zu flach und findet dementsprechend auch viel zu grobe Partikel in der Probe. Die Verteilung dieser Fraktion sieht an sich plausibel aus, die große Abweichung wird nur im direkten Vergleich mit anderen Messmethoden erkannt. Das Ergebnis nach Mie entspricht qualitativ dem vom vorhergehenden Absatz (Abbildung 3).

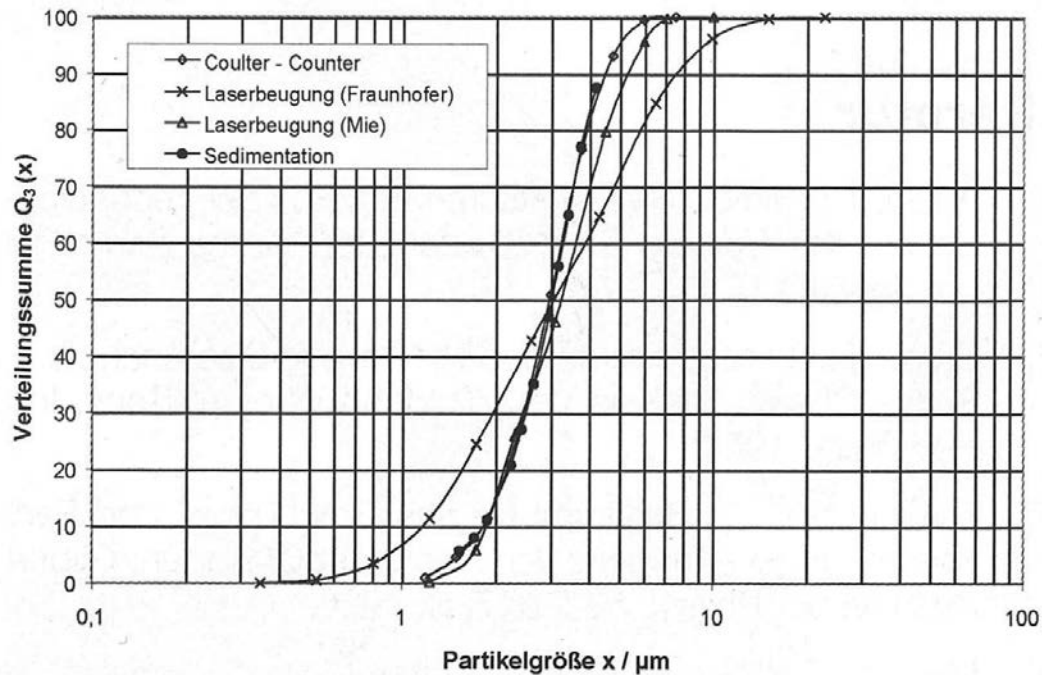


Abbildung 3: Partikelgrößenverteilung von Glaskugeln mit 3 µm Durchmesser (Teipel, 2003)

Begründet werden die Artefakte mit den verschiedenen Grundannahmen der beiden Auswertemodi: Fraunhofer betrachtet nur Beugungseffekte, womit die Partikel stillschweigend als opak angesehen werden. Wenn aber tatsächlich durchscheinende oder durchsichtige Partikel gemessen werden, wird ein Teil des Lichtes durch Brechung und Reflexion deutlich stärker von seiner ursprünglichen Richtung abgelenkt, als es bei dieser Feinheit durch Beugung geschieht. Wenn also hohe Intensitäten bei großen Streuwinkeln gemessen werden, kann dies bei Annahme opaker Materialien nur durch kleine Partikel hervorgerufen werden. Wie später gezeigt wird, ist das bei einigen Staubsorten der Fall: sie enthalten sowohl opake als auch durchscheinende Körner, sodass bei diesen Messungen die Voraussetzungen weder für die Fraunhofer- noch für die Mie-Auswertung vollständig zutreffen.

Wenn für die transparenten Partikel der Absorptionskoeffizient zu hoch angesetzt wird, sinkt bei gleicher Korngröße die berechnete Intensität bei großen Streuwinkeln. In der Auswertung wird das durch die falsche Detektion von kleinen Partikeln kompensiert. Im Grenzfall wird das Material als opak angesehen, was wieder der Auswertung nach Fraunhofer entspricht.

Wenn transparente Partikel zwar nach Mie gemessen werden, aber ihr Brechungsindex jenem des Dispergiermediums zu ähnlich angesetzt wird, dürften die Streuwinkel für diese Korngröße nicht so groß sein. Als falsche Schlussfolgerung ergibt die Analyse eine feinere Verteilung, um die gemessenen Intensitäten zu erreichen.

Wenn der Brechungsindex der Partikel im Grenzfall gleich dem des Mediums gesetzt wird, würde theoretisch überhaupt keine Brechung mehr stattfinden und die gesamte Streuung durch Beugung verursacht. Daher muss die errechnete Korngrößenverteilung sehr viel feiner sein als die tatsächliche. In einer Messung wurde von Teipel für eine Messung in Wasser mit Brechungsindex 1,333 der Brechungsindex der 14 µm-Glaskugeln auf 1,339 statt 1,53 gesetzt. Die errechnete

Korngrößenverteilung enthält dementsprechend fast ausschließlich imaginäre Partikel um 1 μm und kaum die tatsächlich vorhandenen 14 μm .

Bei genügend grober Verteilung ist der Charakter der Streuung so stark von der Beugung dominiert, dass die Fraunhofer-Näherung auch bei der Messung von transparenten Partikeln korrekte Ergebnisse liefert. Spätestens beim Durchmesser von 14 μm stellt diese Vereinfachung bei Teipel aber eine grobe Fehlerquelle dar. Abbildung 4 zeigt dazu ein Beispiel für die Staubprobe EF, die nach Fraunhofer gemessen wurde. Während für das Grobgut des Laborsichters 100 MZR bei 20 μm der Durchgang mit 0 % ausgewiesen wird, zeigt das Mittelgut den fehlerhaften Buckel. Das Feingut ist schon so fein, dass dieser Fehler von der tatsächlich vorhandenen Verteilung kaschiert wird. Besonders deutlich sichtbar wird er, wenn der Durchgang bei 10 μm etwa zwischen 10 und 30 % liegt.

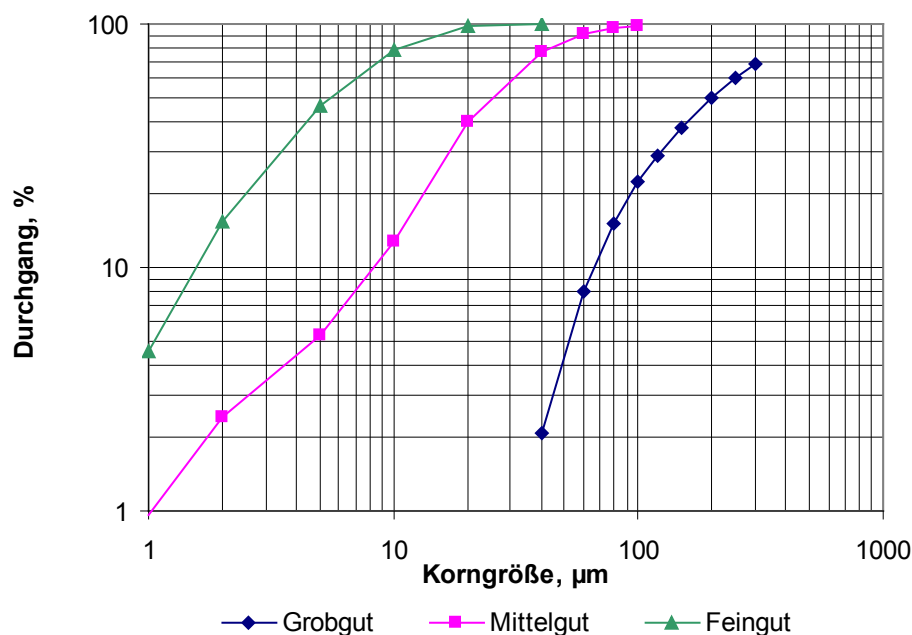


Abbildung 4: Der Fraunhofer-Fehler am Beispiel dreier Fraktionen der Probe EF

Je nachdem, ob die fälschlicherweise detektierten Partikel bei 1 μm einen isolierten Peak bilden oder zusätzlich zu einer durchgehenden gewissen Häufigkeit im Bereich von unter 1 bis etwa 10 μm auftreten, zeigt die Durchgangskurve entweder ein Plateau mit „Fehlkorn“ wie in Abbildung 2, oder sie steigt unter Ausbildung eines „Buckels“ kontinuierlich an wie das Mittelgut in Abbildung 4. Die Untersuchungen von Teipel wurden an einem Mastersizer von Malvern durchgeführt. Die Korngrößenverteilungen in dieser Dissertation wurden in geringem Ausmaß auf einem Helos (von der Firma Helos) und umfassend auf einem Mastersizer (Malvern) und einem Cilas (Sympatec) gemessen. Besagter Buckel wurde unter gewissen Voraussetzungen bei allen drei Geräten gefunden.

In der Ausführung des Mastersizers am Lehrstuhl für Aufbereitung und Veredlung wird die relativ geringe Menge an dispergierter Probe für die Dauer der gesamten Messung zirkuliert. Für ein brauchbares Messsignal sollte der gestreute Anteil des Laserlichtes etwa 10 bis 20 % betragen. Wenn nur grobe Partikel vorhanden sind, sind dafür bis zu 20 Mikrolöfchel an Probe nötig, bei einem Produkt < 10 μm dagegen genügt u.U. bereits ein einziger. Für eine Probe mit breiter Korngrößenverteilung

ergibt sich damit das Problem, dass bei passender Streulichtmenge die groben Partikel kaum repräsentativ vertreten sind und die Unsicherheiten auch bei Mehrfachmessungen groß bleiben.

Fazit

Für Partikel etwa $> 20 \mu\text{m}$ ist die Laserbeugung eine gute Messmethode für monodisperse Proben, da die Brechung des Laserlichts vernachlässigbar ist und somit auch Mischungen von transparenten Materialien mit unterschiedlichem Brechungsindex und opaken Materialien möglich sind. Sobald aber kleinere Partikel in der Messprobe vorhanden sind, liefert jede falsche Annahme der optischen Eigenschaften der Partikel ein mehr oder weniger falsches Ergebnis mit tatsächlich nicht vorhandenen feinen Partikeln. Dieser Fehler muss nicht immer deutlich sichtbar sein. Das Problem kann auch bei monomineralischen Proben optisch anisotroper Minerale auftreten, wenn die Partikel in verschiedenen Lagen beleuchtet werden. Auch die Messung von breiten Korngrößenverteilungen ist problematisch, da sich das Streuungsmuster der Gesamtprobe aus der Überlagerung vieler einzelner Muster ergibt. Zu deren Auswertung müssen viele Annahmen getroffen werden, die das Ergebnis stark beeinflussen. Für die Messung der Korngrößenverteilung der im Abschnitt 5 beschriebenen Staubproben ist die Lasergranulometrie aus diesen Gründen nicht gut geeignet. Eine bessere Alternative sind Sedimentationsverfahren, insbesondere wenn anhand dieser Korngrößenverteilungen ein Apparat zur Gleichfälligkeitsklassierung beurteilt werden soll.

4.1.1.3 Dichte

Eine sehr genaue Einteilung in Dichteklassen kann mit der Schwimm/Sink-Analyse durch das Abschwimmen in sogenannten Schwereflüssigkeiten erfolgen. Die Dichte der Flüssigkeit stellt die Klassengrenze dar. Die Probe wird in der Flüssigkeit dispergiert und kann sich anschließend ungestört entmischen. Spezifisch schwerere Partikel sinken ab, spezifisch leichtere steigen auf. Nach einer gewissen Zeit, die mit der Viskosität der Schwereflüssigkeit und sinkender Partikelgröße länger wird, wird die Flüssigkeit zwischen dem Schwimm- und Sinkgut klar und diese können entnommen und gewaschen werden. Je nachdem, ob mit ansteigender oder sinkender Trenndichte gearbeitet wird, bilden die schwimmenden Partikel eine fertige Dichteklasse und die abgesunkenen werden bei der nächsten Trenndichte wieder abgeschwommen, oder umgekehrt.

Verwendung finden einerseits anorganische wässrige Salzlösungen, die in der Handhabung unkritisch sind und durch Eindampfen leicht regeneriert werden können, aber nur relativ geringe Dichten erreichen. So lassen sich mit ZnCl_2 beispielsweise Werte von bis zu $2,07 \text{ g/cm}^3$ realisieren. Mit Na-Polywolframat sind auch $3,0 \text{ g/cm}^3$ möglich, allerdings ist diese Lösung sehr viskos. Hohe Dichten bei niedrigerer Viskosität lassen sich durch eine Suspension von feinkörnigem Wolframcarbid in Na-Polywolframatlösung verwirklichen.

Organische Flüssigkeiten, wie Tetrabrommethan, Fluorchlorkohlenstoff oder Dijodmethan, können zur Einstellung einer bestimmten Dichte mit Aceton stufenlos gemischt werden. Die erreichbaren Dichten sind mit bis zu $3,31 \text{ g/cm}^3$ bei Dijodmethan am höchsten. Diese Stoffe haben allerdings einige Nachteile: zum hohen Preis und hoher Viskosität kommen gesundheitsschädliche Eigenschaften, die

eine gute generelle Arbeitshygiene und Arbeiten im Digestorium unter Luftabzug unabdingbar machen.

Das Schwimmgut der gröberen Korngrößenklassen lässt sich bei der Schwimm/Sink-Analyse in beliebigen Gefäßen leicht abschöpfen. Unter 2 mm Korngröße ist dagegen die Arbeit mit Scheidetrichtern vorzuziehen. Die untere Grenze bei der Arbeit im Schwerkräftfeld ist bei etwa 100 μm anzusetzen. Durch die relativ lange Entmischungsdauer ist die Herstellung größerer Mengen der Dichteklassen kaum mehr möglich. Auch die Reinigung dieser feinen Korngrößen ist durch ihre höhere spezifische Oberfläche deutlich anspruchsvoller. Noch feinere Partikel können in Zentrifugen analysiert werden, allerdings fallen die verarbeitbaren Mengen stark ab.

Dichteklassen lassen sich durch trockene Verfahren nicht in Analyseschärfe herstellen, die Schwimm/Sink-Analyse von Proben mit wasserlöslichen Anteilen sollte aber in den organischen Schwereflüssigkeiten keine Probleme darstellen. Trockene Fraktionierungsverfahren ohne Analysenanspruch für größere Produktmengen wären die Dichtentrennung in einer Wirbelschicht, der Luftherd und das Luftsetzen.

Da für die in den untersuchten Proben vorherrschenden kleinen Partikelgrößen keine trockenen Sortierverfahren zur Verfügung stehen, war die Dichte nicht Teil der für die Dissertation durchgeführten Merkmalsklassenanalysen.

4.1.1.4 Magnetisierbarkeit

Für Details zu diesem Abschnitt wird auf Böhm (2009) verwiesen.

Bei der Magnetisierbarkeit ist zwischen der Stoff- und der Körpersuszeptibilität zu unterscheiden (κ_s bzw. κ_p , beide Größen sind dimensionslos), wobei erstere eine Materialkonstante ist und für unendlich ausgedehnte Körper gilt. Bei der magnetischen Kraft auf reale Objekte spielt aber aufgrund ihrer magnetischen Polarisierung und der daraus folgenden Erregerfeldschwächung („Entmagnetisierung“) auch die konkrete Form eine Rolle: ferromagnetische gedrungene Körper (z.B. Kugeln) werden weniger stark angezogen als langgezogene (z.B. Drähte) aus demselben Material. Für paramagnetische Materialien (Stoffsuszeptibilitäten bis 0,2) dagegen gilt $\kappa_p = \kappa_s$.

Da in der Merkmalsklassenanalyse die Partikel in den Proben durch die magnetische Kraft getrennt werden, entstehen Klassen gemäß der Körpersuszeptibilität. Nachdem die Trennkräfte auch im technischen Prozess von der Partikelform abhängen, bildet die Merkmalsklassenanalyse auch bei ferromagnetischen Materialien die Verteilung der trennrelevanten Eigenschaft ab.

In der Suszeptibilitätsanalyse ist bei der Wahl der Methode die Stärke der Magnetisierbarkeit zu beachten: für ferromagnetische Anteile ist je nach Korngröße die Anhebemethode mittels Handmagnet oder der Davis-Rohrscheider geeignet, für paramagnetische Anteile dagegen der Isodynamik-Scheider der Bauart „Frantz“.

Der Davis-Rohrscheider (Abbildung 5) stellt in vielen Laboratorien nach wie vor eine Standardapparatur zur Suszeptibilitätsuntersuchung dar, denn er hat den Ruf, der trennschärfste Magnetscheider für ferromagnetisches Material zu sein. Eine Glasröhre mit etwa 2,5 cm Durchmesser bewegt sich zwischen den spitzen Polen eines Elektromagneten auf einem Schlitten etwa 10 cm weit auf und ab und pendelt zugleich in einem Sektor von etwa 90° um seine Längsachse. Das magnetische Material wird im inhomogenen Magnetfeld zwischen den Polen bei bis zu 1,8 A Erregerstromstärke zurückgehalten. Durch den konstanten Spülwasserstrom und die Bewegung der Glasröhre wird das Magnetprodukt intensiv durchgearbeitet, sodass eventuell eingeklemmte unmagnetische Partikel freigesetzt und ausgetragen werden. Durch ansteigende Erregerstromstärke bei mehreren aufeinanderfolgenden Durchgängen kann die Aufgabe in eine Reihe von Magnetprodukten sinkender Körpersuszeptibilität übergeführt werden.

Da die Kraftdichte zwischen den Polen nicht konstant ist und durch die pulsierende Anströmgeschwindigkeit weitere Unschärfen eingeführt werden, erfüllt diese Fraktionierung die Ansprüche an eine Merkmalsklassenanalyse nicht zur Gänze. Sie kann für beliebig feine Korngrößenklassen eingesetzt werden. Die obere Grenze hängt vom lichten Durchmesser am Auslauf der Röhre ab.



Abbildung 5: Davis-Rohrscheider

Eine noch trennschärfere Methode für ferromagnetische Proben stellt die Anhebemethode dar, die einen Handmagneten in der in Abbildung 6 dargestellten Bauart verwendet. Durch ein Gewinde im äußeren Plastikteil ist die genaue Einstellung des Abstandes zwischen der Stirnfläche der Messinghülse und der Probe möglich und damit sind die Trennbedingungen reproduzierbar. Wenn die Partikel aus Korngrößenklassen vereinzelt vorliegen – in der am Lehrstuhl gebräuchlichen Variante in

einer Vibrorinne aus Aluminium – sind die Voraussetzungen für eine analysenscharfe Fraktionierung gegeben. Diese Methode ist bei Böhm (2009) sowie Steiner und Böhm (2000) detailliert beschrieben. Bei der Fraktionierung von Partikeln unter 100 μm Größe nimmt die Analysenschärfe ab und spätestens bei 40 μm endet der Analysencharakter der Methode.



Abbildung 6: Handmagnet oder Taschenmagnetscheider

Für die Ermittlung der Suszeptibilitätsverteilung von paramagnetischen Partikeln dienen die Isodynamikscheider, deren bekanntester Vertreter der Frantz-Scheider ist (Abbildung 7). Der Name leitet sich von der besonderen Bauart ab, die durch die Form der Magnetpole gewährleistet, dass im gesamten Trennbereich eine konstante Kraftdichte herrscht. Damit ist die Reaktion eines Partikels auf das Magnetfeld unabhängig von seiner Lage im Trennbereich und auch von seiner Größe. Auf dieser Grundlage lässt sich eine Menge von Partikeln durch Veränderung der Erregerstromstärke analysenscharf in die Suszeptibilitätsklassen einteilen.

Wegen der Remanenz des Polsystems müssen ferromagnetische Anteile der Probe vor der Analyse am Frantz-Scheider entfernt werden, da diese Partikel sich dauerhaft an das Magnetsystem anlagern würden. Das würde nicht nur den freien Transport der Probe behindern, sondern auch das Magnetfeld verformen. Dadurch wäre die konstante Kraftdichte und damit die Analysenschärfe des Apparates nicht mehr gegeben.

Im Spalt zwischen den Polen liegt eine Vibrorinne aus unmagnetischem Material, die mit dem gesamten Spulensystem in Quer- und Längsrichtung geneigt werden kann. Das Ausmaß der Querneigung bestimmt gemeinsam mit der Erregerstromstärke, mit welcher Suszeptibilität Partikel noch entgegen der Schwerkraftkomponente nach oben zum magnetischen Austrag gezogen werden. Diese Grenze lässt sich aus dem entsprechenden Kräftegleichgewicht ableiten. Die Längsneigung beeinflusst nicht die Trennung in Magnetprodukt und Rückstand, sondern nur die Transportgeschwindigkeit.



Abbildung 7: Isodynamikscheider der Bauart Frantz für paramagnetische Stoffe

Die gut verarbeitbare Korngrößenspanne liegt bei 500 bis 100 μm . Für kleinere Partikel ist die rückhaltende Wirkung des Polsystems im Vergleich zur Schwerkraftkomponente u.U. zu hoch, sodass sie zwar auf die Seite des Magnetproduktes gezogen werden, sich aber dort nur sehr langsam weiterbewegen oder gänzlich verharren. Das kann zur Blockierung der Rinne führen und Partikel, die eigentlich in das Magnetprodukt gehören, in den Rückstand abdrängen.

4.1.1.5 Farbe und andere Oberflächeneigenschaften

Die Farbe und andere Oberflächeneigenschaften im elektromagnetischen Spektrum (z.B. Transmissionsspektren im Infrarot- oder Ultraviolett-Bereich) stellen als „Merkmale“ einen Sonderfall dar. Sie können berührungslos an Einzelkörnern gemessen werden (bei der Farbe z.B. in Form von drei Koordinaten im gewählten Farbraum), allerdings wirken sich die Werte nicht in Form einer Kraftwirkung aus. Damit ist keine unmittelbare Auftrennung in Fraktionen möglich, sie kann aber in Form der optischen Sortierung mit Hilfe mechanischer Austragelemente realisiert werden. Direkt von der Datenerfassung lassen sich nur eine Anzahl- und Flächenstatistik ableiten. Zum Ausweisen einer massenmäßigen Verteilung müssen entweder mit Unsicherheiten behaftete Annahmen über die Feststoffdichte getroffen werden oder die in mehreren Durchgängen bei veränderten Kriterien – „Klassengrenzen“ – ausgeschossenen Produkte gewogen werden. Da das Innere der Partikel überhaupt nicht erfasst wird, ist die Zuordnung von Farbklassen und Gehalten nicht eindeutig.

Die örtliche Auflösung in der Messphase ist bei geeigneter Wahl der optischen Systeme so gut wie unbegrenzt. Bei beidseitiger Aufnahme der Partikel wird mit Ausnahme der Ränder der Großteil der Oberfläche erfasst.

Bei der Verwendung von Produktionsgeräten liegen die Grenzen der Fraktionierung in der Datenverarbeitung und der Mechanik: um einen genügend großen Durchsatz zu erreichen, müssen die Maschinen eine Arbeitsbreite von mehreren 100 mm Breite aufweisen. Dabei kann es passieren, dass ein auszuschießendes Teilchen vom Austragsselement (Klappe, Hebel oder Luftstrahl) nicht mittig getroffen wird und daher nicht bis in das Ausschussprodukt gelangt. Damit ist eine zusätzliche Unschärfe gegeben. Außerdem können die Ausstoßelemente nicht beliebig schmal gebaut werden. Deshalb liegt die untere Korngröße bei der sensorgestützten Sortierung derzeit bei etwa 1 mm im sichtbaren Licht und für Röntgentechnologien und bei etwa 6 mm für die Nahinfrarottechnologie.

Bei einer Laborausführung könnte diese Fehlerquelle bei in Kauf nehmen geringer Durchsätze praktisch eliminiert werden, wenn die Teilchen dem System in einer einzigen Reihe zugeführt würden. Auch die Verarbeitung kleinerer Partikel wäre relativ leicht möglich.

4.1.1.6 Benetzbarkeit, Leitfähigkeit und Dielektrizitätskonstante

Diese drei Größen sind zwar ausschlaggebend für das Verhalten der Partikel bei der Flotation bzw. Elektroscheidung, können aber messtechnisch nicht in der Merkmalsklassenanalyse erfasst werden. Für die Messung der Benetzbarkeit bzw. des Randwinkels muss ein Wassertropfen oder eine Luftblase gezielt auf die Oberfläche aufgesetzt werden. Auch bei der Leitfähigkeit muss das einzelne Partikel direkt kontaktiert werden. Die Dielektrizitätskonstante wird über eine Kapazitätsmessung bestimmt, wofür die Probe in das Messgerät eingefüllt wird.

In allen drei Fällen können nur die Werte gemessen werden, die physische Trennung in Merkmalsklassen ist nicht möglich. Um das Ansprechen der Partikel auf die trennenden Kräfte im Sortierprozess zu beschreiben, muss dessen Ergebnis bei Variation der Parameter in Form der Anreicherungskurven ausgewertet werden. Siehe dazu Abschnitt 4.1.3.

4.1.2 Henry-Reinhardt-Schaubild

Das Ergebnis einer Merkmalsklassenanalyse besteht in der Häufigkeitsverteilung des betreffenden Merkmals. Diese ermöglicht zwar die Ermittlung von Masseausbringen beim Einstellen beliebiger Trennschnittlagen, gibt aber noch keinerlei Auskunft über die Qualität der einzelnen Produkte. Zu diesem Zweck muss sie mit chemischen Analysen aller Klassen ergänzt werden. Daraus kann die Verteilung der analysierten Komponenten in der Probe abgeleitet und das Ergebnis idealer Trennungen bei beliebiger Trennschnittlage leicht abgelesen werden.

Die in dieser Dissertation verwendete Darstellungsart dieser Daten ist das Henry-Reinhardt-Schaubild (im weiteren „HR-Schaubild“), in dem die Inhalte (sprich: Mengen) der Komponenten durch Flächen repräsentiert werden. Eine mögliche alternative Darstellung wäre die Mittelwert- oder M-Kurve nach Mayer, wo die Massen und Gehalte der einzelnen Klassen (oder auch von Produkten) in Form von Vektoren aufgetragen werden. Auch wenn das Erscheinungsbild von HR-Schaubild und M-Kurve grundsätzlich verschieden ist, so stellen sie doch denselben Sachverhalt dar. Die Originalarbeit zur M-Kurve ist Mayer (1950), eine kurze Beschreibung findet sich bei Schubert (1989). Dieser enthält auch einen Abschnitt zum HR-Schaubild, dessen ursprünglichen Veröffentlichungen Henry (1905) und Reinhardt (1911) sind. Da von den verfügbaren Daten aus einer Untersuchung – Masseausbringen, Gehalte, Ausbringen, Anreicherungsfaktor, etc. – beliebige Kombinationen in einem Diagramm dargestellt werden können und dabei den gleichen Sachverhalt zeigen, ist deren Anzahl nahezu unbegrenzt. Die Auswahl der Darstellungsart hängt von der konkreten Fragestellung und auch der persönlichen Vorliebe ab. Eine Sammlung von Anreicherungskurven wird von Drzymala (2006, 2007 und 2008) im dreiteiligen „Atlas of upgrading curves etc.“ vorgestellt.

In der englischsprachigen Fachliteratur ist die Bezeichnung der Methode etwas uneinheitlich. Bei Kelly und Spottiswood (1995) heißt sie „release analysis“ und ähnelt durch die Verwendung einer vektoriellen Darstellung der M-Kurve. Die Verteilung von Merkmalsklassen und von Inhalten wird hier „washability curve“ nach der Herkunft aus der Kohlenaufbereitung oder allgemein „separability curve“ genannt. Wills und Napier-Munn (2006) verstehen dagegen unter der „washability curve“ den mittleren Gehalt des kumulierten Produktes bis zur entsprechenden Trennschnittlage. Das ist identisch mit den „Produktkurven“ im HR-Schaubild (siehe unten). Im SME Handbook (Weiss (Hrsg.), 1985) schließlich ist mit „theoretical washability curve“ der gesamte Komplex der Produktkurven gemeint und beinhaltet auch die Gehalte der Merkmalsklassen. Bei letzterer wird unter der Bezeichnung „characteristic assay“ eine Kurve gezeichnet, die jeweils durch die Klassenmitte verläuft und prinzipiell der Grundverwachsungskurve aus dem HR-Schaubild entspricht. Die Tatsache, dass die Inhalte erhalten bleiben müssen und deshalb der Flächenausgleich anzuwenden wäre, wird dabei aber ignoriert. Im Gegensatz zu Kelly und Spottiswood wird die Verteilung der Dichteklassen im SME als „specific gravity curve“ bezeichnet.

Im Folgenden wird die Erstellung und Verwendung des HR-Schaubildes am Beispiel einer Rohkohle (Abbildung 8) kurz skizziert:

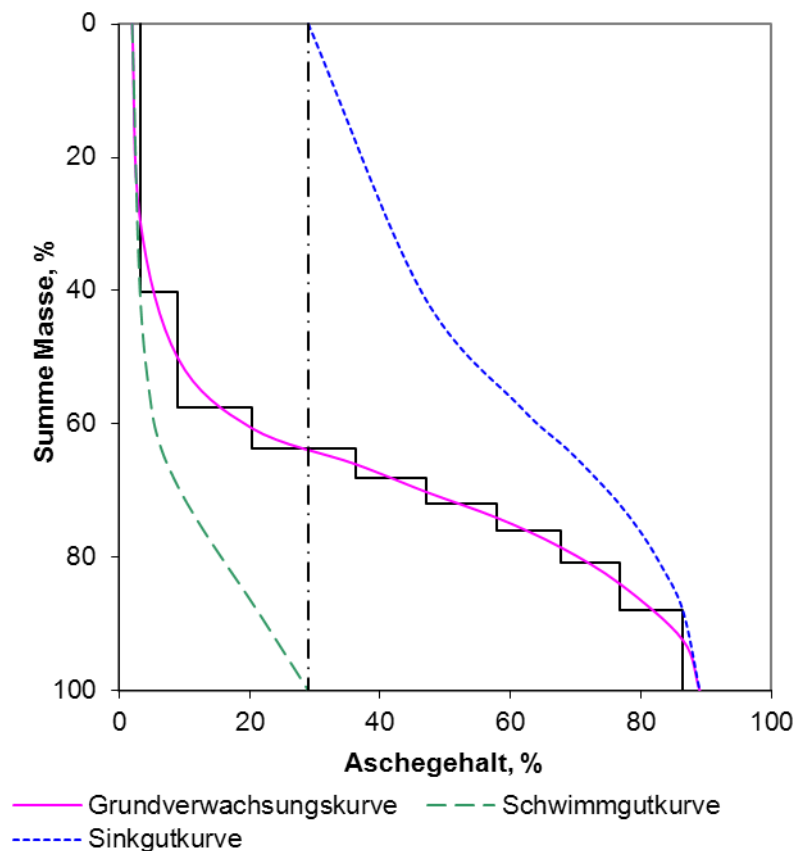


Abbildung 8: Beispiel eines Henry-Reinhardt-Schaubildes für Rohkohle, basierend auf einer Schwimm/Sink-Analyse

Neun Dichteklassen wurden bei Trenndichten von 1,3 bis 2,25 g/cm³ abgeschwommen und jeweils auf den Aschegehalt analysiert, da dieser den wichtigsten Einzelparameter bei Kohlen darstellt. Der Ascheinhalt jeder Dichteklasse wird in Form eines Rechtecks dargestellt, dessen Breite ihrem mittleren Gehalt entspricht und seine Höhe dem Anteil der Klasse. Beginnend mit der Dichteklasse < 1,3 g/cm³ werden diese Rechtecke untereinander angeordnet und bilden die schwarzen Stufen im Schaubild. Da jede Klasse aus vielen Einzelpartikeln besteht, können die Stufen in eine kontinuierliche Verteilung, die Grundverwachsungskurve, übergeführt werden. Zu beachten ist, dass der Flächenausgleich für jede einzelne Klasse zwingend einzuhalten ist, da die Fläche der Aschemenge entspricht und somit erhalten werden muss.

Durch schrittweises Festlegen der Trenndichte bei den Werten aus der Schwimm/Sink-Analyse wird die Aufgabe hypothetisch durch ideale Sortierung in jeweils zwei Produkte, in diesem Beispiel Schwimmgut und Sinkgut, getrennt. Im Schaubild entspräche dieser Schnitt einer horizontalen Linie. Die Ascheinhalte der Produkte sind die Summe aller Ascheinhalte über bzw. unter der Trennlinie, ihre Masseausbringen ergeben sich direkt aus der Summenkurve der Schwimm/Sink-Analyse. Daraus lässt sich für jeden dieser Trennschnitte der mittlere Gehalt der beiden Produkte errechnen, die in Form der Schwimm- und Sinkgutkurve aufgetragen sind. Für Trenndichten, die nicht für die

Merkmalsklassenanalyse verwendet wurden, können die Masseausbringen und Gehalte aus der Kurve abgelesen werden.

Wenn das untersuchte Merkmal mit dem aufgetragenen Analysenwert ursächlich zusammenhängt, werden alle drei Kurven eine monotone Form haben, da dann der mittlere Gehalt der Klassen durchgehend an- oder absteigt. Besteht dieser Zusammenhang nicht, können sich die Produktkurven sogar schneiden. In solchen Fällen kann zwar angegeben werden, welche Gehalte die Produkte aufweisen werden, aber die Ableitung eines Trennschnittes, um gewisse Gehalte zu erreichen, ist nicht zielführend und teilweise auch nicht eindeutig.

Durch die Darstellung der Inhalte in Form von Flächen ergibt sich sofort ein anschaulicher Eindruck der Verteilung dieser Komponente in der gesamten untersuchten Probe. Aufgeschlossene Anteile einer Phase sind durch Bereiche konstanten Gehaltes in der Grundverwachsungskurve gekennzeichnet.

Da die Ermittlung der Produktkurven immer eine ideale Trennung annimmt, die aber nur von Analyseverfahren erreicht werden kann, bilden ihre Ausbringen und mittleren Gehalte den objektiven Maßstab, mit dem reale Trennprozesse verglichen und an dem sie beurteilt werden können. In obigem Beispiel würden bei einer Trenndichte, die 60 % Leichtgutausbringen zur Folge hat, bestenfalls ein Kohleprodukt mit 5,3 % und Berge mit 65,1 % mittlerem Aschegehalt zu erreichen sein.

4.1.3 Anreicherungskurven aus Trennversuchen

Beim Fehlen einer objektiven Analysenmethode für ein Merkmal kann ersatzweise aus dem Ergebnis von Trennversuchen eine Anreicherungskurve abgeleitet werden. Da diese Versuche nicht die Trennschärfe der Analysen besitzen, ist auch ihre Aussagekraft nicht so stark wie die eines HR-Schaubildes. Die Anreicherungskurven wurden für die Untersuchung der flotativen Trennung und der Elektroscheidung entwickelt.

Es sind zwei grundlegende Arbeitsweisen zu unterscheiden. Einerseits können die sogenannten Teilsorten, die sinngemäß den Platz der Merkmalsklassen einnehmen, parallel und in einem einzigen Versuch aus derselben Aufgabe gewonnen werden. Das wäre zum Beispiel bei einem Elektroscheider möglich, indem der gesamte Austragsbereich in mehrere Abschnitte unterteilt wird. Bei einem Flotationsversuch verändert sich das „örtliche Nebeneinander“ zum „zeitlichen Nacheinander“, wobei die einzelnen Teilsorten ohne Nachdosierung von Reagenzien unmittelbar hintereinander gewonnen werden. Der Flotationsrückstand ist die letzte Teilsorte.

In der zweiten Art wird bei einer Reihe von Versuchen mit Zweiproduktentrennung die Grenze zwischen den Produkten schrittweise verändert. Beim Elektroscheider entspräche das der Stellung einer einzigen Schneide, beim Flotationsversuch jeweils einer bestimmten Versuchsdauer. Es ist sicherzustellen, dass alle restlichen Versuchsbedingungen – Zusammensetzung der Aufgabe und Apparateinstellungen – konstant gehalten werden.

In Analogie zu einer Siebanalyse entspricht die erste Variante den Anteilen der einzelnen Korngrößenklassen und die zweite Variante der Durchgangs- oder Rückstandskurve, aus denen die Teilsorten rückgerechnet werden können. Nach der chemischen Analyse der Teilsorten erfolgt die weitere Auswertung gleich wie nach der Merkmalsklassenanalyse.

Mit steigender Trennschärfe des Versuches nähert sich sein Ergebnis dem der Merkmalsklassen an, bedingt durch die geringere Trennschärfe und den Fehlaustrag beiderseits der Trennschnittlage ergeben sich – wenn die Masseausbringen der Teilsorten gleich hoch sind wie die Anteile der entsprechenden Klassen – aber gewisse Abweichungen:

- Der mittlere Gehalt der ersten und letzten Teilsorte ist etwas näher am mittleren Gehalt der Aufgabe.
- Der mittlere Gehalt der übrigen Teilsorten kann je nach Merkmalsverteilung nach oben oder unten abweichen.
- Das erste Partikel, das in eines der Produkte übergeführt wird, ist bei Analysenschärfe und beim technischen Prozess identisch, daher muss der Anfangspunkt der Produktkurven, der beim Gehalt dieses Partikels liegt, identisch sein.
- Bei 100 % Masseausbringen muss der mittlere Gehalt des (einzigen) Produktes gleich dem mittleren Gehalt der Aufgabe sein, deshalb ist auch dieser Endpunkt von der Trennschärfe unabhängig.
- Für alle Masseausbringen außer 0 und 100 % sind die mittleren Gehalte beider Produkte bei der unschärferen Trennung etwas in Richtung mittlerer Gehalt der Aufgabe verschoben.
- Das „erste“ Partikel wird bei einer etwas „früheren“ Trennschnittlage in das Produkt ausgebracht, das „letzte“ bei einer „späteren“ Trennschnittlage als bei der Merkmalsklassenanalyse.

Über die Größe der Abweichungen zwischen analysenscharfer Trennung und Versuch kann keine generalisierte Aussage gemacht werden, denn sie hängt vom Ausmaß der Unschärfe und auch von der Verteilung des Merkmals ab. Parallelen dazu sind auch bei der Modellrechnung zur Fraktionierung eines Sichterorgans durch einen weiteren Sichter in Abschnitt 6.3.5 (S 94 ff) zu finden.

4.2 Selektivität von Trennprozessen im Kappa-Netz

Sinngemäß kann die „Selektivität“ eines Trennprozesses als jenes Ausmaß definiert werden, mit dem unterschiedliche Phasen, Elemente oder Merkmalsklassen zum Austrag in verschiedene Produkte tendieren. Eine hohe Selektivität ist gleichbedeutend mit guter Trennung. Da die Selektivität ein wichtiges Kriterium zur Beurteilung der Qualität eines Trennprozesses darstellt, sind in der Fachliteratur viele verschiedene Ansätze zu finden, um sie in Zahlenwerten zu erfassen. Teilweise beruhen sie nur auf Gehalten, teilweise nur auf Ausbringen und manche auch auf Kombinationen davon. Die Formeln dazu reichen von einfachen Differenzen bis zu umfangreicheren Brüchen. Dementsprechend ergeben sich je nach Definition für ein- und dieselbe Bilanz teilweise stark unterschiedliche Werte. Die beiden Sonderfälle der vollständigen Trennung und einer „Probenteilung“ hinsichtlich der betrachteten Komponenten werden generell durch Werte von 0, 1 oder ∞ gekennzeichnet. Eine frühe Auswahl von Kennzahlen ist zum Beispiel in Steiner (1964) enthalten, wo neun verschiedene Definitionen vorgestellt werden.

Bei der Darstellung des Trennerfolges im Gehalt/Ausbringen-Diagramm (Wertstoffausbringen auf der Abszisse, Wertstoffgehalt des Konzentrates auf der Ordinate) liegen Bilanzen mit gutem Trennerfolg in Richtung oben rechts. Bei der Variation von Parametern werden die meisten Ergebnisse in einem gekrümmten Band zu liegen kommen, das vom höchsten Gehalt bei minimalem Ausbringen (entspricht jenem Partikel, das am schnellsten in das Produkt übergeführt wird) zum mittleren Gehalt der Aufgabe bei 100 % Ausbringen führt. Die Begrenzung dieser Punktwolke nach rechts und nach oben ist nach Steiner (1965) die „Grenzkurve der Selektivität“, die ohne grundlegende Änderungen an der Aufgabe oder dem Trennprozess nicht überschritten werden kann (Abbildung 9, links).

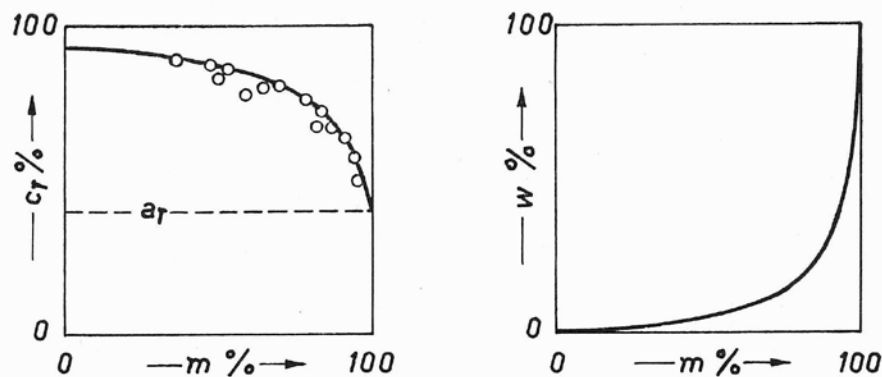


Abbildung 9: Zwei Darstellungsarten für die „Grenzkurve der Selektivität“: Gehalt im Konzentrat über Wertstoffausbringen (links) und Gangartverbleib im Konzentrat über Wertstoffausbringen (rechts). (Steiner, 1965).

In einer anderen Darstellungsart wird der Verbleib an Gangart im Konzentrat über dem Ausbringen des Wertstoffes ins Konzentrat aufgetragen (Abbildung 9, rechts). Bei der Auswertung von eigenen

Flotationsversuchen und von Literaturangaben fand Steiner, dass in dieser Form die Grenzkurve der Selektivität oft annähernd als eine Funktion der Form

$$m = \frac{w}{1 - \kappa(1 - w)} \quad (3)$$

m	Wertmineralausbringen im Konzentrat, 1
w	Bergeverbleib im Konzentrat, 1
κ	Selektivitätskennwert, 1

dargestellt werden kann. Jede Kurve aus der Schar verbindet Punkte gleicher Selektivität mit κ als Parameter. Ideale Trennung wird durch $\kappa = 1$ gekennzeichnet, wobei die im Allgemeinen stetige Kurve zu zwei Geradenstücken aufgetrennt wird, die sich im Eckpunkt ($w = 0$ und $m = 1$) schneiden. Die Diagonale mit $\kappa = 0$ steht für keinerlei Trennung der Komponenten. In Steiner (1965) wurde diese Methodik zur Beurteilung von flotativen Zweiproduktentrennungen eingeführt, wobei dort die Ausbringen von Wertmineral und der gesamten Gangart aufgetragen werden. Da aber die Ausbringen verschiedener Komponenten unabhängig voneinander sind, kann auf dieser Grundlage ebenso gut die Trennung von zwei Komponenten unter Vernachlässigung aller restlichen dargestellt werden. Die „Komponenten“ können dabei gleichermaßen Minerale bezeichnen, chemische Verbindungen, Elemente oder auch verschiedene Oxidationsstufen eines Elementes.

Durch die Transformationen

$$x^* = \ln \frac{x}{1-x} \quad \text{und} \quad y^* = \ln \frac{y}{1-y} \quad (4)$$

entsteht das Kappa-Netz, in dem die Kurven gleicher Selektivität linearisieren (Steiner, 2012). Da die Transformation nur für das offene Intervall $]0, 1[$ definiert ist, können die Ausbringenswerte 0 und 1 nicht dargestellt werden. Die Punkte ohne Trennerfolg liegen nach wie vor auf der Diagonalen, die weiteren Linien gleicher Selektivität sind dazu parallel und mit steigendem κ weiter nach rechts unten verschoben.

Da im Kappa-Netz jede Bilanz durch einen einzigen Punkt beschrieben wird, eignet es sich sehr gut für den Vergleich einer größeren Anzahl von Bilanzierungen hinsichtlich ihrer Selektivität. Dieser Vergleich kann die Einstellungen beim selben Trennprozess, unterschiedliche Vorbereitungen für denselben Prozess, unterschiedliche Trennprinzipien oder auch unterschiedliche Aufgaben betreffen.

Die Erfahrung zeigt, dass höhere Aufgabegehalte im Allgemeinen zu besseren Konzentraten führen. Deshalb ist der Vergleich von Trennergebnissen aus verschiedenen hohen Aufgabegehalten in der Darstellung „Gehalt über Ausbringen“ nicht möglich. Das Ausbringen der Komponenten dagegen ist davon unabhängig, sodass der Vergleich im Kappa-Netz auch in diesen Fällen aussagekräftig ist.

Nachdem die Bildung von Merkmalsklassen eine analysenscharfe Mehrproduktentrennung darstellt, können auch die Punkte der Produktkurven aus dem HR-Diagramm in Datenpunkte im Kappa-Netz übergeführt werden. Nach Erfahrungen von Steiner (2012) linearisieren diese Punktreihen oft, sodass bei weit auseinanderliegenden Klassengrenzen für das HR-Diagramm unter Umständen Zwischenpunkte interpoliert werden können.

4.3 Ausgleichsrechnung von Inhaltsbilanzen

In der aufbereitungstechnischen Bilanzrechnung müssen für jeden Bilanzraum die „Erhaltung der Masse“ und „Erhaltung der Inhalte“ gegeben sein. Letztere gilt auf jeden Fall für die chemischen Gehalte, sie gilt aber auch für Merkmalsklassen, wenn der Bilanzraum keine Zerkleinerungs- oder Agglomerationschritte enthält:

$$\sum g_{i,j} \cdot r_{m,j} = 0 \quad \text{und} \quad \sum r_{m,j} = 0 \quad (5)$$

g	Gehalt, %
r_m	Masseausbringen, 1
i	Index der analysierten Komponenten
j	Index der Ströme

Um ein bestimmtes Gleichungssystem und damit eine eindeutige Lösung zu erhalten, muss die Anzahl der unabhängigen Analysen um zwei geringer sein als die Gesamtanzahl der Ströme. Eine weitere Gleichung ist die Erhaltung der Masse und für einen Strom wird die Masse willkürlich gewählt – zweckmäßigerweise für die Aufgabe mit $r_{m,0} = 1$.

Auch wenn die analysierten Komponenten vom mineralogischen Hintergrund her nicht unabhängig sind – z.B. die Gehalte von Pb und Ag bei der Aufbereitung eines Bleiglanz enthaltenden Erzes – wird sich durch die unvermeidlichen Analysefehler trotzdem eine eindeutige mathematische Lösung ergeben, die entweder plausibel scheinende, aber falsche Ergebnisse liefert, oder durch extreme oder vorzeichenmäßig falsche Werte offensichtlich unbrauchbar ist.

Alle Zeilen des bestimmten Systems können mit beliebigen Faktoren multipliziert werden. Da dies Linearkombinationen von Zeilen darstellt, wird die Aussage des Gleichungssystems und damit die Lösung nicht verändert. Es ist in diesem Fall irrelevant, ob mit den tatsächlichen Analyseergebnissen gerechnet wird, oder ob einzelne Zeilen für sich normiert werden.

Durch die Verwendung zusätzlicher analysierter Komponenten wird das Gleichungssystem formal überbestimmt. Es kann allgemein in der Form

$$A \cdot \underline{x} = \underline{b} \quad (6)$$

angeschrieben werden. Die Koeffizientenmatrix A enthält die Gehalte $g_{i,j}$ der Produktströme, \underline{b} die Gehalte $g_{i,0}$ der Aufgabe, \underline{x} ist der Lösungsvektor mit den Masseausbringen der einzelnen Produktströme. A besteht aus n Spalten (Anzahl der Produktströme) in m Zeilen (Anzahl der analysierten Komponenten).

Da die zur Verfügung stehenden Analysenwerte grundsätzlich mehr oder weniger stark fehlerbehaftet sind, wird es bei einer Bilanz mit überzähligen Analysen in der Praxis nie gelingen, eine widerspruchsfreie Bilanz zu erstellen. Deshalb muss bei einem überbestimmten System die Masseverteilung unter Verwendung unterschiedlicher Ansätze geschätzt werden. Zwei in der vorliegenden Arbeit angewendete Arten werden im Weiteren unter den Bezeichnungen „Gauß“ und

„Lagrange“ beschrieben. In beiden Fällen kann das Ergebnis durch die Einführung zeilenweiser Gewichtungsfaktoren beeinflusst werden.

Mit diesen beiden Methoden ist es weder möglich, eine Gewichtung der Analysenwerte nach den Materialströmen einzuführen, noch eine widerspruchsfreie Bilanz zu erstellen. Beides kann mit dem Einsatz von einschlägigen Computerprogrammen, wie z.B. UsimPac, auch für komplex verschaltete Aufbereitungsstammbäume erreicht werden. Für eine widerspruchsfreie Bilanz müssen Analysenwerte verändert werden, wobei das Ausmaß der Anpassungen durch die Bewertung der Vertrauenswürdigkeit jedes einzelnen Wertes gesteuert werden kann.

In den konsolidierten Bilanzen ist nicht mehr erkennbar, welche Analysen starke Widersprüche hervorrufen. Da aber im Rahmen der Untersuchungen diese Informationen relevant waren, wurde auf „fehlerfreie“ Bilanzen verzichtet. Die Konsolidierung von Zwei-Produkten-Trennungen wird z.B. bei Wills (2006, S 80 ff) beschrieben.

4.3.1 Gauß-Ausgleich – Lösung ohne Nebenbedingungen

Dieser Ansatz ist vor allem unter den Bezeichnungen „Gauß-Ausgleich“ und „Minimierung der Fehlerquadratsumme“ bekannt. Entwickelt wurde der Ansatz von C. F. Gauß, um den Einfluss der unvermeidbaren Messfehler, für die eine Normalverteilung zugrunde gelegt wird, zu verringern.

Bei Einsetzen eines Lösungsvektors \underline{x}^* in die linke Seite des überbestimmten Gleichungssystems (Gleichung 6) ergibt sich als Differenz zur rechten Seite der Restvektor \underline{r} :

$$\underline{r} = A \cdot \underline{x}^* - \underline{b} \quad (7)$$

Die Lösung des Gauß-Ausgleiches ist jener Vektor, für den die Summe der Fehlerquadrate minimal ist. Diese Summe ist zugleich das Quadrat des Betrags des Restvektors:

$$\sum r_i^2 = \underline{r}^T \cdot \underline{r} \quad (8)$$

Diese Vorgabe wird nach der Gauß-Transformation durch das lineare Gleichungssystem

$$A^T \cdot A \cdot \underline{x} = A^T \cdot \underline{b} \quad (9)$$

mit einer symmetrischen quadratischen Koeffizientenmatrix ausgedrückt. Wenn dafür eine eindeutige Lösung existiert, erfüllt sie die Minimierung der Fehlerquadrate. Sie kann z.B. durch eine klassische Gauß-Eliminierung ermittelt werden. Zur numerischen Lösung werden Orthogonalisierungsverfahren, z.B. nach Householder, empfohlen (Bronstein et al, 1993, S 216).

Abgesehen von der Fehlerquadratminimierung ist das Ergebnis dieses Ausgleiches in keiner Weise eingeschränkt. Die Masseerhaltung bei der Bilanzierung wird daher immer mehr oder weniger stark verletzt. Bei stark fehlerhaften Analysewerten können die Masseausbringen von einzelnen Strömen daher auch negative Werte oder Werte über 1 annehmen. Die Erweiterung des ursprünglichen Gleichungssystems um die Masseerhaltung kann solche Abweichungen nur verringern, aber nicht vollständig ausschalten.

Die Lösung wird vor allem von den Fehlerquadraten der Zeilen mit großen Koeffizienten bestimmt und hängt damit bei Verwendung der absoluten Gehalte hauptsächlich von den Hauptbestandteilen ab. Da aber die Multiplikation ganzer Zeilen mit jeweils konstantem Faktor nach wie vor zulässig ist, kann der Einfluss einzelner Analysen zeilenweise entsprechend ihrer Vertrauenswürdigkeit beliebig angepasst werden. Wenn jede Zeile des Ausgangssystems für sich normiert wird, tragen alle Analysen gleich stark zur Lösung bei.

4.3.2 Lagrange-Multiplikatoren – Lösung mit Nebenbedingungen

Die Multiplikatorenmethode nach Lagrange dient allgemein dem Ermitteln der Extremwerte von Funktionen mehrerer Variablen unter Einhalten beliebiger Nebenbedingungen. Deren Anzahl ist beschränkt und muss geringer sein als die Anzahl der Variablen. Sowohl die zu minimierende Funktion als auch die Nebenbedingungen können nichtlinear sein. Das Verfahren ist allgemein z.B. bei Bronstein et al. (1993, S 240 f), und mit zusätzlichen konkreten Beispielen bei Meyberg und Vachenaer (2001, S 409 ff) beschrieben.

Mit diesem Ansatz kann die Erhaltung der Masse in einer Bilanz erzwungen werden, wenn bei der Minimierung der Fehlerquadratsumme aus der Inhaltserhaltung nur solche Lösungen zugelassen werden, die diese eine Nebenbedingung erfüllen. Wie beim Gauß-Ausgleich kann auch hier durch die Skalierung von einzelnen Zeilen des Ausgangssystems das Endergebnis beeinflusst werden.

Für die Zwei- und die Drei-Produkten-Trennung lässt sich die Lösung leicht in Tabellenform anschreiben, wo die notwendigen Grundoperationen nacheinander ausgeführt werden. In der vorliegenden Arbeit wurde dazu auf die Veröffentlichungen von Grumbrecht (1952 und 1953) zurückgegriffen, deren Berechnungsgang sich ohne Programmieraufwand problemlos in einer Tabellenkalkulation integrieren lässt (Tabelle 1 und Tabelle 2).

Tabelle 1: Ausgleich für Zwei-Produkten-Trennung mit Masseerhaltung (nach Grumbrecht, 1953)

Nr.	Klasse bzw. Analyse	Produkt 1 Gehalt, % a	Produkt 2 Gehalt, % b	Aufgabe Gehalt, % c	a - b d	c - b e	d-d f	d-e g
1								
2								
etc.								
Summe								
							F	G
Masseausbringen								
		G / F	1 - m1					

Tabelle 2: Ausgleich für Drei-Produkten-Trennung mit Masseerhaltung (nach Grumbrecht, 1953)

Nr.	Klasse bzw. Analyse	Produkt 1 Gehalt, % a	Produkt 2 Gehalt, % b	Produkt 3 Gehalt, % c	Aufgabe Gehalt, % d
1					
2					
etc.					
Summe					

Nr.	a - c	b - c	d - c	e-e	e-f	e-g	f-f	f-g
	e	f	g	h	j	k	l	m
1								
2								
etc.								
Summe				H	J	K	L	M

Masseausbringen	Produkt 1	Produkt 2	Produkt 3
	$(K \cdot L - J \cdot M) / (H \cdot L - J^2)$	$(H \cdot M - J \cdot K) / (H \cdot L - J^2)$	1 - m1 - m2

Auch bei dieser Art der Ausgleichsrechnung können Masseausbringen von unter 0 und über 1, sowie plausibel scheinende, aber falsche Ergebnisse auftreten. Die Einhaltung der Nebenbedingung kann bei stark fehlerbehafteten Analysen auch zu einer Lösung führen, deren Fehlerquadratsumme deutlich größer als beim Gauß-Ausgleich ist. Die Anwendung dieser Ausgleichsrechnung entbindet also keinesfalls davon, die zugrunde liegenden Analysen und Bilanzen kritisch zu hinterfragen.

5 Staubquellen und Probenbeschreibung

Die in dieser Arbeit behandelten Stäube stammen alle direkt aus der Eisen- und Stahlherstellung oder aus deren Umfeld. In diesem Kapitel werden die einzelnen Prozessabschnitte mit den Orten des Staubanfalls selbst gezeigt und die Stäube grob beschrieben. Abschnitte 5.1 bis 5.4 betreffen Stäube der voestalpine, Abschnitt 0 dagegen Staubproben, die als typisch für den jeweiligen Prozess angesehen werden und ohne Herkunftsangaben untersucht wurden. Die Ergebnisse der Merkmalsklassenanalysen folgen in Abschnitt 6.4, die von Trennversuchen in 0.

Da die chemischen und metallurgischen Abläufe in der Sinteranlage und den verschiedenen pyrometallurgischen Verfahren sehr komplex sind, beschränken sich die folgenden Beschreibungen auf jene Grundlagen, die für das Verständnis der Staubentstehung notwendig sind. Detaillierte Informationen sind in der entsprechenden Fachliteratur zu finden, z.B. VDEh (1999), Gudenau und Assistenten (2002) und Domke (1986). Als detaillierte, wenn auch etwas ältere Studie über das gesamte Feld der Abfallströme in der österreichischen Metallurgie ist jene von Gara und Schimpf (1998) zu nennen.

Abbildungen in diesem Abschnitt zeigen ausschließlich die Prozesse bei voestalpine Stahl in Linz. Allerdings ist der Aufbau der beiden Werke in Linz und Donawitz sehr ähnlich, sodass die grundlegenden Eigenschaften der jeweiligen Staubsorten vergleichbar sind.

Bis auf den MEROS-Rückstand und einen Gießhallenstaub stand von allen Staubsorten für die Charakterisierung jeweils nur eine Probe zur Verfügung. Da die Staubeigenschaften sehr stark prozessabhängig sind, stellt jede dieser Proben nur eine Momentaufnahme dar. Für eine beispielhafte Charakterisierung und die Ausarbeitung eines standardisierten Untersuchungsganges für Stäube sollte dies aber ausreichen.

5.1 Bereich Sintern

Ein Hochofen stellt verfahrenstechnisch einen Gegenstromreaktor dar. Daher ist es für den effizienten Betrieb wichtig, dass seine Einsatzstoffe eine gute Gasdurchlässigkeit besitzen. Bei Stückerzen ist das gegeben, Feinerze dagegen müssen erst durch Stückigmachen zu stabilen größeren Gebilden zusammengesetzt werden. Dies kann einerseits durch Pelletieren geschehen, indem die zu pelletierende Mischung (Erz, Bindemittel, Wasser, eventuell auch Zuschlagstoffe) auf einem schräg gestellten Teller abrollt und sich an schon vorhandenen größeren Partikeln schichtweise anlagert. So entstehen die kugelförmigen weichen Grünpellets, die bei passender Größe (meist 10-20 mm Durchmesser) dem Prozess entnommen und gebrannt werden, um die nötige Festigkeit zu erhalten. Bei dieser Art der Aufbauagglomeration liegt die Obergrenze für die Korngröße im Rohmaterial bei etwa 1 mm, wobei aber für den Erfolg des Pelletierens die gesamte Korngrößenverteilung des Gutes maßgeblich ist.

Eine andere Methode des Stückigmachens ist das Sintern, sie wird sowohl in Linz als auch in Donawitz angewandt. Die chemische Zusammensetzung der Sinteraufgabe unterscheidet sich von der Pelletieraufgabe durch das Entfallen der Bindemittel und den Zusatz von Koksgrus, der auf dem Sinterband als Brennstoff dient. Die Korngrößenverteilung der Aufgabe ist beim Sintern deutlich gröber und kann bis zu etwa 10 mm Maximalkorn reichen. Das Material wird in Rolliertrommeln gemischt und agglomeriert, in einer gleichmäßig hohen Schicht auf einen Wanderrost aufgetragen und an dessen Beginn auf der Oberseite durch einen Gasbrenner gezündet. Entlang des ganzen Bandes wird Luft durch die Sintermischung gesaugt, sodass die Brennfront mit steigender Entfernung vom Aufgabepunkt im Bett immer tiefer wandert. Dabei werden die einzelnen Partikel oberflächlich auf- und zusammengesmolzen – gesintert. Am Ende des Bandes ist die Kühlzone, nach dieser wird der fertige Sinter abgeworfen und zerbricht in undefiniert große Stücke. Mittels Stachelbrecher wird er weiter zerkleinert und anschließend ausgesiebt. Sinterstücke über 5 mm werden als Bestandteil des „Möllers“ in den Hochofen aufgegeben, der Siebdurchgang kommt zur rohen Mischung in die Trommel zurück.

Die Abgasführung der Sinteranlage in Linz ist in Abbildung 10 dargestellt. Die Saugkästen entlang des gesamten Sinterbandes sind in drei Gruppen zu zwei Kreisen zusammengeschlossen. Das Gas aus der vorderen Hälfte und den letzten Saugkästen wird zusammengefasst und in einem Elektrofilter gereinigt. Der hierbei anfallende Staub wird in den folgenden Untersuchungen *AF30* genannt. Die Reinigung des Gases vom Reststaub erfolgt durch den in Abschnitt 5.2 beschriebenen MEROS-Prozess, um den strengen Emissionsauflagen zu genügen. Eine kleine Gruppe von Saugkästen aus der hinteren Hälfte des Sinterbandes wird in einem anderen Elektrofilter entstaubt. Diese Staubprobe bekommt im Weiteren die Bezeichnung *AF40*. Das Gas wird mit Warmluft vom Sinterkühler gemischt und zum Sinterband rückgeführt. Dieses Vorgehen hat den Hintergrund, dass auf diese Weise ein großer Teil des Schwefels im Sinter gebunden werden kann und die zu reinigende Abluftmenge deutlich verringert ist. Eine detaillierte Darstellung dieses „*eposint*“ Verfahrens ist bei Schmid et al. (2006) zu finden.

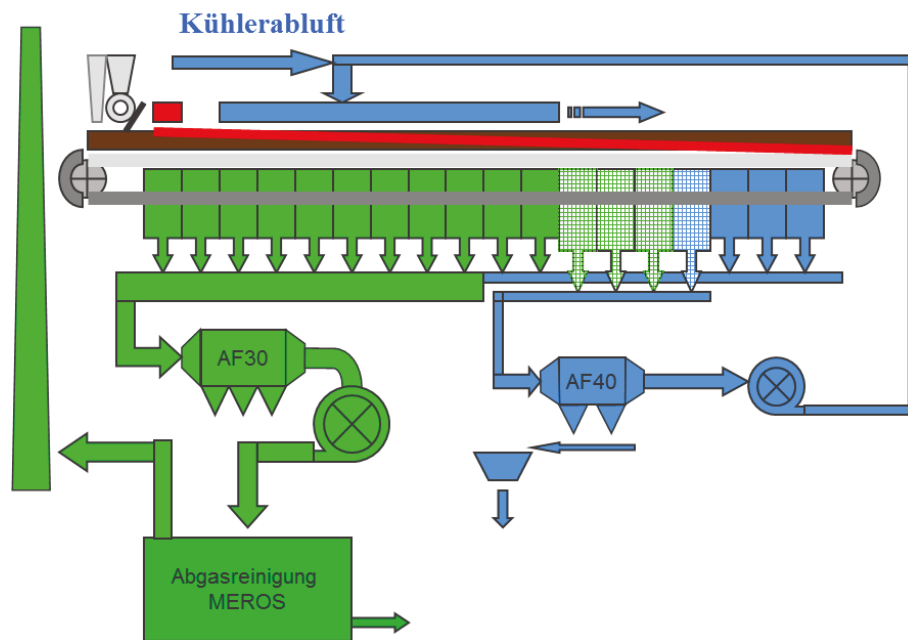


Abbildung 10: Abgasführung in der Sinteranlage Linz (Schmid, 2012)

Von *AF30* und *AF40* fallen jeweils etwa 2.000 t/a an. Die chemische Zusammensetzung von *AF30* und *AF40* hängt stark von der verwendeten Sintermischung ab. Durch den Einsatz von Erz vom Steirischen Erzberg werden u.a. große Mengen von Alkalien eingebracht, wobei K viel stärker vertreten ist als Na. Weitere Hauptbestandteile sind Fe sowie C in Form von Koks. Verschiedene Schwermetalle werden einerseits durch die Erze, andererseits durch den Zusatz von Reststoffen aus dem gesamten integrierten Hüttenwerk eingetragen. Besonderes Augenmerk gilt dem Hg, das in geringen Mengen mit dem Erz vom Steirischen Erzberg eingetragen wird. Einen optischen Eindruck von *AF40* gibt Abbildung 11. Aus Donawitz wurde nur ein einziger Sinterstaub, im folgenden *EF* genannt, untersucht.

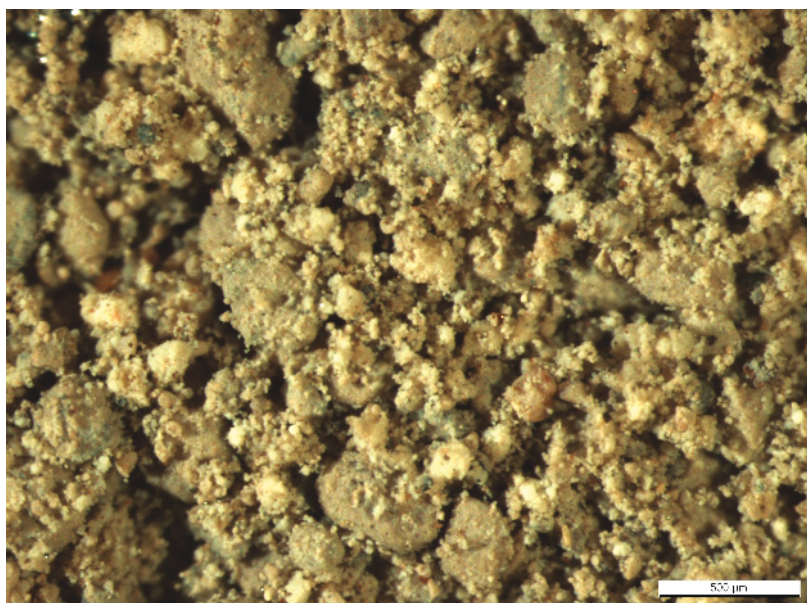


Abbildung 11: Staubprobe *AF40* aus der Sinteranlage. Maßstab: 500 µm

Tabelle 3 gibt einen groben Überblick über die chemische Zusammensetzung der Proben. Typisch ist der hohe Gehalt an Alkalien, der sowohl zu teilweise hoher Löslichkeit in Wasser (12 bis 47 %), als auch starker Agglomeratbildung führt. Durch die teils gasförmig ausgetragenen und wieder kondensierten Bestandteile ist mit einem großen Anteil sehr kleiner Partikel und feinen Verwachsungen zu rechnen. Das teilweise oxidisch auftretende Fe lässt erwarten, dass in den Proben große Unterschiede bezüglich der magnetischen Suszeptibilität herrschen. Auch die Dichte der Phasen weist eine hohe Bandbreite auf.

Tabelle 3: Bandbreite einiger Gehalte der untersuchten E-Filter-Stäube

Gehalt, % bzw. ppm							
Fe	C	K	Na	Cl	Pb	Zn	Hg, ppm
16-40	7	5-30	0,9	25	0,1	0,02	300-800

5.2 MEROS – Abgasreinigung in einer Sinteranlage

Die Abgasreinigung der Sinteranlage der voestalpine Stahl in Linz wurde 2007 von einem nassen auf einen trockenen Prozess umgestellt: Der in Abbildung 12 dargestellte Abgasreinigungsprozess namens MEROS (Maximized Emission Reduction Of Sintering) wurde von Siemens VAI entwickelt. Vor der Inbetriebnahme war zwei Jahre lang eine Pilotanlage für 60.000 Nm³/h in Betrieb, aus der die untersuchten Proben stammen. Die folgende Beschreibung der Anlage basiert auf Meierhofer et al. (2006).

Das Sinterabgas ist neben Feststoffen vom Sinterband mit sauren Gasen, Alkalien, Schwermetallen und organischen Verbindungen – flüchtige organische (VOC) und Dioxine/Furane (PCDD/PCDF) – belastet. Adsorbentien werden in den Abgasstrom eingeblasen. Bei Verwendung von Kalkhydrat muss zur Kühlung und Befeuchtung zusätzlich Wasser eingedüst werden. Der Abgasstrom passiert einen Reaktor, in dem bereits die Hälfte der Schadstoffe umgesetzt und gebunden wird. Agglomerate werden am Boden des Reaktors gesammelt und ausgetragen. Der weitaus größte Teil des Feststoffes kommt mit dem Abgasstrom zum Schlauchfilter. Auf diesem baut sich ein Filterkuchen auf, in dem das Gas fertig gereinigt wird. Das saubere Gas wird über einen Kamin ausgeblasen. Nach dem Abreinigen des Filters werden etwa 10 % des Materials ausgeschleust und extern entsorgt. Der Rest wird rezirkuliert, um die Reagenzien gut auszunützen.

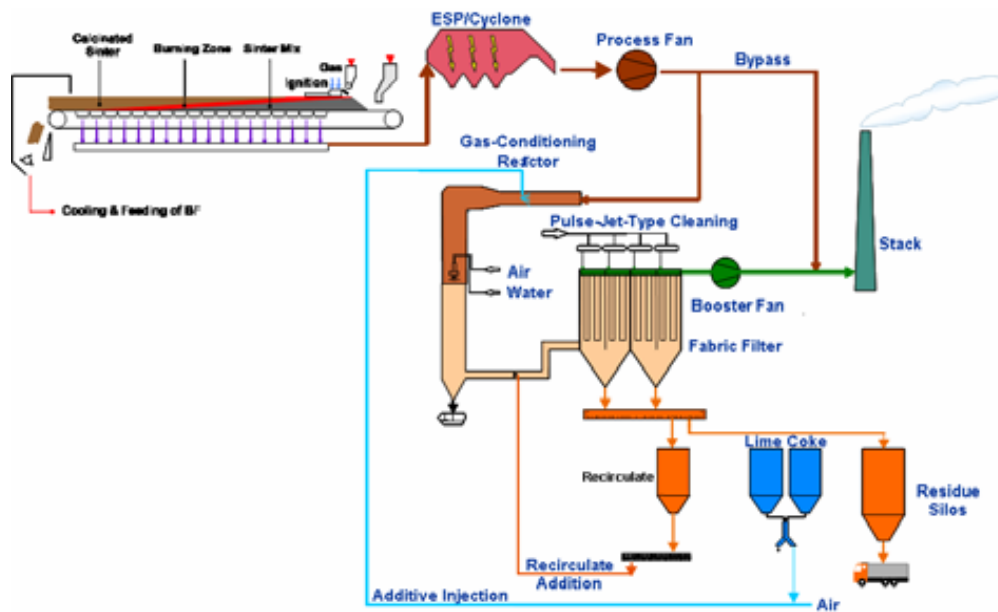


Abbildung 12: MEROS, das Verfahren zur Abgasreinigung der Sinteranlage bei voestalpine Stahl Linz (Meierhofer et al., 2006)

Das Verfahren verwendet zwei Arten von Reagenzien: Kalkhydrat $\text{Ca}(\text{OH})_2$ oder Natriumhydrogenkarbonat (NaHCO_3) zur Entschwefelung (DeSO_x), sowie Herdofenkoks (HOK, ein Braunkohlenkoks der RWE Power AG) oder Aktivkohle zur Adsorption von Schwermetallen und Dioxinen/Furanen. Die Auswahl der tatsächlich eingesetzten Reagenzien erfolgt je nach Gasbelastung und geforderten Abscheidungsleistungen.

Bei HOK handelt es sich um ein kohlenstoffreiches poröses Material. Es wird im Herdofenverfahren aus Braunkohle hergestellt, hat einen C-Gehalt von 88,5 % und unterscheidet sich trotz vergleichbarer Anwendungen deutlich von Aktivkohlen. Während diese innere Oberflächen von bis zu $2.000 \text{ m}^2/\text{g}$ aufweisen können, kommt HOK gerade auf $300 \text{ m}^2/\text{g}$. Dabei ist seine Porengröße mit einem Maximum bei etwa 200 nm relativ breit und gleichmäßig verteilt. Aktivkohle dagegen hat zwei Maxima - bei 1.000 und unter 1 nm (Abbildung 13). Dies wird als Begründung angegeben, wieso HOK trotz seiner geringeren Oberfläche bei der Adsorption von Dioxinen und Furanen oft besser abschneiden kann als Aktivkohle. Für Details siehe Wirling (2001).

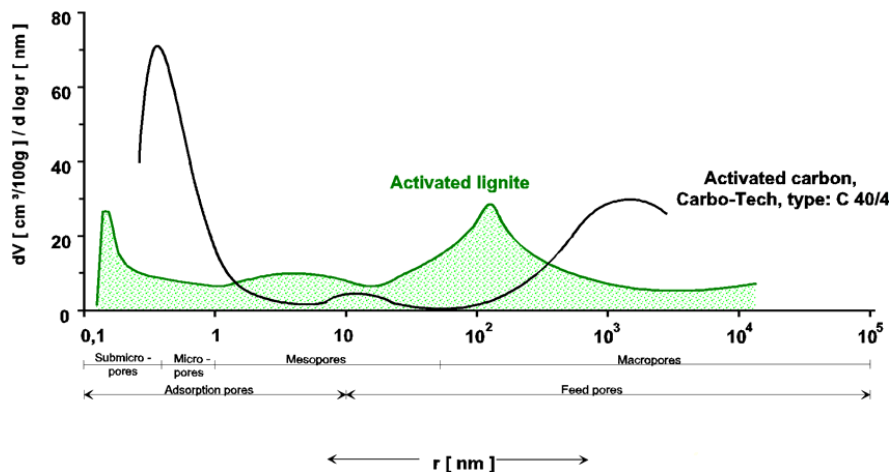


Abbildung 13: Porenverteilung in Aktivkohle und in Herdofenkoks (Wirling, 2001)

Beim MEROS-Prozess treten verschiedene Reinigungsmechanismen auf: Schwermetalle mit hohem Dampfdruck (v.a. Hg), organische Verbindungen und Schwefelverbindungen werden teilweise durch Physisorption an den Kohlenstoffträger gebunden. In dessen Poren laufen zusätzlich einige unterstützende chemische Reaktionen ab, die z.B. SO_2 teilweise aufoxidieren und zu Schwefelsäure umsetzen und so die Abscheidung von Schwermetallen unter Bildung von Sulfaten weiter unterstützen. Die sauren Gase werden durch das Entschwefelungsreagens in verschiedenste wasserhaltige oder -freie Na- oder Ca-Salze umgesetzt und später am Filter abgeschieden. Schwermetalle mit niedrigem Dampfdruck werden auch direkt als Feststoffe ausgefiltert.

Die erreichbare Abscheideleistung liegt sehr hoch: bei Feststoff und VOCs wird bis zu 99 % erreicht, bei Dioxinen/Furanen bis 98 %, bei Schwermetallen über 95 %. Bei SO_2 hängt sie vom Reagens ab und kann mit Natriumhydrogenkarbonat über 90 % erreichen.

Die Entscheidung zwischen Natriumhydrogenkarbonat und Kalkhydrat wird von den jeweiligen Anforderungen an die Abgasreinigung beeinflusst: ersteres hat eine deutlich bessere Entschwefelungswirkung und verursacht durch die stöchiometrisch bedingte niedrigere Einsatzmenge entsprechend weniger Rückstände. Da das Abgas zur Entschwefelung nicht gekühlt werden muss, ist im Fall einer nachgeschalteten Entstickungsstufe weniger Heizaufwand erforderlich. Auf der anderen Seite liegen die Einsatzkosten für Natriumhydrogenkarbonat um 40 bis 100 % höher als für Kalkhydrat.

Von dieser Staubart fallen etwa 2.000 t/a an, sie werden derzeit mit Zement inertisiert und deponiert. Die erste Probe dieses Staubes stammt aus dem "Notaustrag" des MEROS-Reaktors, der am unteren Ende eigentlich zur Entfernung der ausgefallenen Agglomerate dient. Die weiteren zwei Proben wurden dem Rezirkulat entnommen. Die MEROS-Proben werden im Weiteren als Probe A, B und C bezeichnet.

MEROS-Staub besteht immer aus dem als Adsorbens zugesetzten schwarzen Kohlenstoffträger – entweder Aktivkohle oder HOK – und hellen bis grauen Komponenten, die ein Gemisch von verschiedensten Phasen bilden. Weiters enthält er Erzpartikel und vereinzelt andere mineralische Körner.

Die chemische Analyse der Eingangsproben ist recht variabel. Hauptelemente sind aber immer Ca, K, Cl, S und C. Einen Eindruck der Bandbreite der untersuchten Proben gibt Tabelle 4. Aufgrund der chemischen Zusammensetzung der Sintermischung und der oben beschriebenen Entschwefelungsmechanismen können u.a. die folgenden Phasen erwartet werden:

- HOK bzw. Aktivkohle
- Erzpartikel in verschiedenen Oxidationszuständen
- Na und K in Form von -Hydroxid, - Chlorid und - Sulfat
- Ca als -Hydroxid, - Chlorid, - Sulfat
- verschiedenste Schwermetallverbindungen (Chloride, Sulfate, ...)

Tabelle 4: Bandbreite der chemischen Zusammensetzung der untersuchten MEROS-Proben

	HCl-Laugungs- rückstand, %	Gehalt, %							
		Ca	K	Na	S	Hg	C	Pb	Zn
min	11,35	25,4	0,73	0,13	3,05	0,032	8	0,174	0,015
max	16,19	29	9,8	0,44	6,28	0,038	8,66	0,196	0,4

Die Stoffdichte beträgt nach Messungen im Heliumpyknometer etwa 2,3 g/cm³. Durch die hohen Gehalte an Alkalien neigt der Staub stark zum Verklumpen: in den untersuchten Proben machen die Agglomerate bis zu 50 % der Masse aus. Der große Anteil der Alkaliverbindungen bewirkt auch die Löslichkeit in Wasser von 27 bis 66 %. In wässriger Suspension stellt sich wegen Ca(OH)₂, NaOH und KOH innerhalb weniger Minuten ein pH-Wert von etwa 12 ein.

Abbildung 14 zeigt eine Fraktion aus dem Versuch einer Siebanalyse. Diese Partikel bilden den Rückstand auf dem 200 µm Sieb nach händischer Desagglomeration.



Abbildung 14: Korngrößenklasse > 200 µm einer MEROS-Probe

5.3 Bereich Roheisen

Dieser Bereich beinhaltet den Hochofen selbst, in dem das Eisen aus dem Erz geschmolzen wird und die Gießhalle, in der das flüssige Roheisen von der Hochofenschlacke getrennt wird.

5.3.1 Gichtstaub und Gichtschlamm

Der kontinuierlich betriebene Hochofen (Abbildung 15) ist ein Schachtofen, der einen Gegenstromreaktor darstellt. Die festen Einsatzstoffe (der Möller) werden am oberen Ende durch das Schleusensystem der Gicht aufgegeben und bewegen sich entgegen dem Gasstrom nach unten.

Der Hochofen wird abwechselnd mit Schichten von Koks und Möller beschickt. Letzterer setzt sich aus Erz (Stückerz, Pellets, Sinter) und Zuschlagstoffen (v.a. Kalk) zusammen. Koks ist dabei sowohl Energielieferant als auch Reduktionsmittel und dient auch als Stützgerüst, um ausreichende Gasdurchlässigkeit zu gewährleisten. Die Zuschlagstoffe haben die Aufgabe, die Gangart aus dem Eisenerz in eine dünnflüssige Schlacke umzusetzen. In dieser sollen auch im Roheisen unerwünschte Elemente wie S oder P gebunden werden. Die Zuschlagstoffe wirken zusätzlich als Flussmittel für die Schlacke und senken somit den Energiebedarf beträchtlich. Die Mischung der Zuschlagstoffe muss auf die jeweils aktuellen Eigenschaften von Erz und Koks abgestimmt sein. Da die Hochofenschlacke ebenfalls ein verkaufsfähiges Produkt ist (z.B. als Bestandteil von Zement), wird mit den Zuschlägen auch auf die gewünschten Eigenschaften der erstarrten Schlacke Rücksicht genommen.

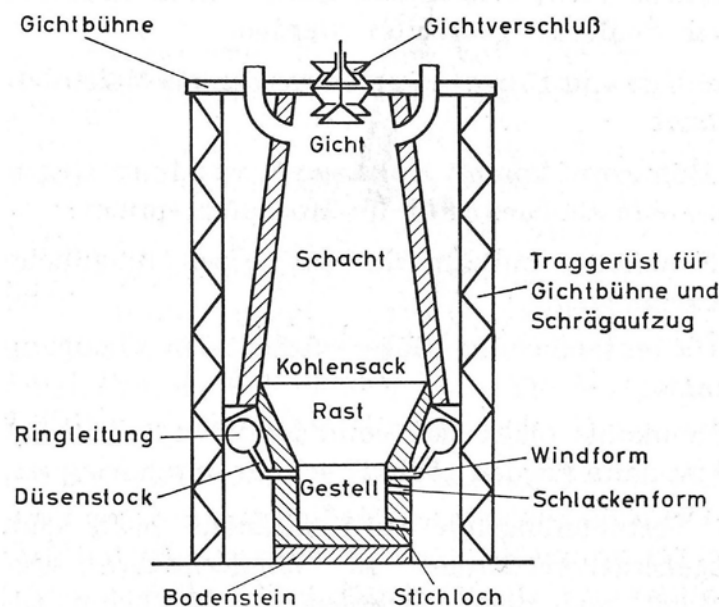


Abbildung 15: Schematischer Aufbau eines Hochofens (Domke, 1986)

Im Unterteil des Hochofens, dem Gestell, sammelt sich das flüssige Roheisen und darauf die flüssige Schlacke. Darüber wird über eine Ringleitung und eine Reihe von Düsen Heißwind, auf bis zu 1.300 °C erhitzte Luft, eingeblasen. Es besteht auch die Möglichkeit, in dieser Ebene Ersatzbrennstoffe einzudüsen, die den Koksbedarf senken. Dabei kann es sich um Gas, Öl oder

Kunststoffabfälle handeln. Der Heißwind entzündet die unterste Koksschicht, die zunächst zu CO umgesetzt wird. Dieses reduziert die Fe-Oxide der untersten Möllerschicht und reagiert selbst zu CO₂. Durch Reaktion mit Koks entsteht wieder CO, das seinerseits wieder Fe reduziert. Diese Reaktionen wiederholen sich mit Aufsteigen des Gases, solange die Temperatur ausreichend hoch ist. Im Bereich darüber wird hauptsächlich die Möllersäule aufgeheizt und getrocknet. Die Temperatur im Hochofen fällt von 2.000 °C im Bereich der Heißwinddüsen nach oben hin kontinuierlich ab, bis sie bei der Gicht etwa 200 °C erreicht.

Problematische Elemente im Hochofenprozess sind u.a. Pb, Zn, Na und K. Sie werden oxidisch oder silikatisch eingebracht und im unteren Teil des Hochofens reduziert. Dabei liegt die Reduktionstemperatur für Zn und Alkalien über ihren Verdampfungstemperaturen. Die Metaldämpfe steigen mit dem Gasstrom im Hochofen auf und kondensieren an der Ofenwand und dem Möller. An der Ausmauerung bilden sie zähflüssige Schlacken, die das Feuerfestmaterial angreifen und Anbackungen bewirken. Durch das geringere CO/CO₂-Verhältnis reoxidieren die Metalltröpfchen teilweise und sinken mit dem Möller wieder ab. Dies wird der „innere Zn-Kreislauf“ genannt. Pb hat eine deutlich höhere Verdampfungstemperatur. Bei den herrschenden Temperaturen ist es sehr dünnflüssig und kann die vom Zn vorgeschädigte Ausmauerung infiltrieren. Zusätzlich zum erhöhten Feuerfestverschleiß bewirken Pb und Zn einen signifikanten Mehrverbrauch an Koks (Gara und Schrimpf, 1998, S 33).

Zn wird zum Teil mit den Eisenerzen eingetragen. Die größere Quelle stellt jedoch die Wiederverwertung von Schrott im Stahlwerk dar. Mit steigendem Anteil von verzinktem Stahl fallen in den Stäuben immer größere Mengen an Zn an. Um dessen Gehalt im Hochofen unter Kontrolle zu halten, können die Fe-reichen Stäube nicht vollständig über den Sinter wiederverwertet werden. Ein Weg zum Ausschleusen des Zn wäre, gewisse Zn-reiche Stäube vollständig abzustoßen und dabei hohe Fe-Verluste in Kauf zu nehmen. Alternativ kann versucht werden, die Stäube mittels physikalischer Trennverfahren in ein Fe-reiches Produkt mit geringen Gehalten an schädlichen Elementen (Pb, Zn, Alkalien, etc.) und einen Fe-armen Reststoff, der u.U. als Sekundärrohstoff für die Zn-Gewinnung geeignet ist, aufzugliedern.

Die Vielzahl chemischer Reaktionen im Hochofen (Bildung von CO, Reduktion des Fe und anderer Metalle durch C, CO und H₂, Bildung der Schlacke, etc.), ist für diese Arbeit nicht relevant, dazu wird auf die Fachliteratur verwiesen.

Das an der Gicht in Rohrleitungen gefasste Gichtgas enthält neben bedeutenden Mengen an CO und H₂ auch bis zu 30 g Feststoff pro Nm³ und muss vor seinem Einsatz als Energieträger für das Hüttenwerk erst entstaubt werden. Dies wird meist zweistufig ausgeführt: der grobe Anteil, der Gichtstaub *GS_t*, wird in einem Zyklon oder einem sogenannten „Staub sack“ trocken abgetrennt (Abbildung 16). Der feine Reststaub wird über Venturiwäscher oder ähnliche Einrichtungen nass abgeschieden, die dabei entstehende Suspension wird Gichtschlamm (im Weiteren *GS_{ch}*) genannt. Mit den erreichbaren Staubkonzentrationen von 6-30 mg/Nm³ ist das Gichtgas anschließend zur Verwertung in Turbinen oder Gasmotoren geeignet.

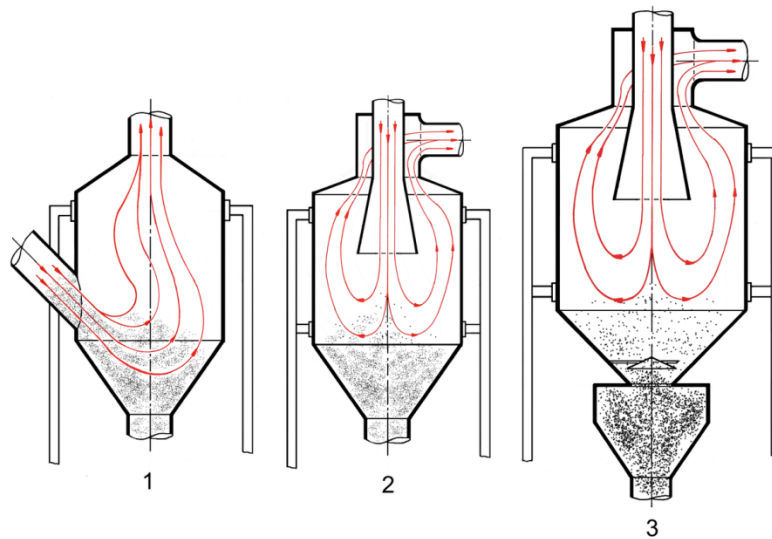


Abbildung 16: Drei Bauarten eines "Staubsackes" (Ra'ike, 2010)

Durch den Einfluss der Parameter im Hochofenprozess und die Variabilität bei den Einsatzstoffen hat die chemische Zusammensetzung von Gichtstaub und -schlamm eine große Bandbreite. Sie bestehen zu einem großen Teil aus Koks- und Erzkpartikeln, mit Fe- und C-Gehalten von zusammen 75 % und mehr. Ca und Mg stammen v.a. von Partikeln der Zuschlagstoffe. Die Gehalte an Pb, Zn und im konkreten Fall auch Hg entstehen durch die Verdampfung und Wiederkondensation der entsprechenden reduzierten Metalle. Daher sind Elemente, die noch in Form ihrer ursprünglichen Partikel ausgetragen werden, eher in groben Teilchen zu finden, die Schwermetalle dagegen eher im Feinen.

Der Staubsack trennt die groben Partikel in Form einer Gleichfälligkeitsklassierung ab, deshalb hat der Gichtstaub höhere Gehalte an Fe, C und Ca, der Gichtschlamm dagegen die höheren Schwermetallgehalte. Auch ist die Korngrößenverteilung des Gichtstaubes deutlich steiler als die der anderen untersuchten Staubsorten. Durch die relativ geringe Dichte der Kokspartikel weisen diese eine obere Korngröße von bis zu 1 mm auf. Einen Eindruck der chemischen Zusammensetzung von *GSt* und *GSch* gibt Tabelle 5. Die beiden Proben stammen vom gleichen Hochofen in Donawitz, die Probenahmezeitpunkte liegen allerdings weit auseinander. Die untersuchte Gichtschlammprobe stammt vom Filterkuchen einer Kammerfilterpresse, in der sie auf eine Feuchte von 29,5 % entwässert worden war.

Tabelle 5: Chemische Analysen der Eingangsproben von *GSt* und *GSch*

	Gehalt, % bzw. ppm							
	Fe	CaO	MgO	Pb	Zn	C	S	Hg, ppm
<i>GSt</i>	26,53	2,56	0,95	0,015	0,021	47,50	0,33	0,20
<i>GSch</i>	34,41			0,460	1,030	26,83	0,91	8,20

Das Hüttenwerk in Linz betreibt drei Hochöfen, wobei sich die Prozessbedingungen des größeren Hochofens deutlich von denen der kleineren unterscheiden. Das wirkt sich stark auf die chemischen Reaktionen im Hochofen und damit auch auf die Zusammensetzung von Gichtstaub und -schlamm aus. Insgesamt fallen dort pro Jahr etwa 42.000 t Gichtstaub und 21.000 t Gichtschlamm an. Der Gichtstaub wird derzeit über die Sinteranlage wiederverwertet. Der Gichtschlamm des größeren Hochofens wird über Hydrozyklone geführt, deren Unterlauf ebenfalls in den Sinter eingebaut wird. Der Überlauf ist so wie der gesamte Gichtschlamm der kleineren Öfen derzeit nicht verwertbar und wird mit diesem gemeinsam deponiert.

5.3.2 Gießhallenstaub

Im Abstand von typischerweise 2 bis 4 h sammeln sich im Gestell des Hochofens genug flüssiges Roheisen und flüssige Schlacke für einen Abstich an. Dazu wird eine mit keramischer Masse verschlossene Öffnung aufgebohrt, Roheisen und Schlacke ergießen sich in ein Rinnensystem. Das Abstichloch wird wieder verstopft, Eisen und Schlacke sammeln sich erneut im Gestell an.

Im Rinnensystem können sich die beiden Phasen wieder entmischen. Die Schlacke wird mit Hilfe eines „Schlackendamms“ zurückgehalten. Das Eisen kann darunter durchfließen, wird in Pfannen aufgefangen und zum Stahlwerk überstellt. Die Schlacke wird in eine andere Rinne umgelenkt, ebenfalls aufgefangen und zur Schlackenverwertung (Erstarrung im Stück im Schlackenbeet, Granulierung in Wasser, Herstellung von Hüttenwolle, etc.) gebracht.

Das Rinnensystem des Abstiches befindet sich in der Gießhalle, die als Ganzes raumentstaubt wird. Das Eisen kann mit Luft reagieren und als „brauner Rauch“ aufsteigen oder durch Metallspritzer in der Luft in Form von Kugelschalen erstarren. Die oben erwähnte unterschiedliche Fahrweise der Hochöfen in Linz äußert sich auch darin, dass deren Gießhallenstäube optisch völlig anders aussehen. In Linz fallen jeweils etwa 2.000 t/a an, die derzeit über die Sinteranlage wieder eingebracht werden. Die Proben dieser Stäube werden im Weiteren *HO A* und *HO 8m* genannt.

Eine dritte Probe von Gießhallenstaub stammt aus dem Werk Donawitz. Hier wird die flüssige Schlacke in den Rinnensystemen mit Gichtstaub abgedeckt, um ihre Abkühlung zu behindern. Das äußert sich in einem höheren C-Gehalt der Probe *GH*.

Siehe Tabelle 6 und Abbildung 17.

Tabelle 6: Bandbreite einiger Elemente in den untersuchten Gießhallenstäuben

	Gehalt, %			
	Fe	Pb	Zn	S
min	57,65	0,005	0,200	0,366
max	66,18	0,165	1,360	0,506

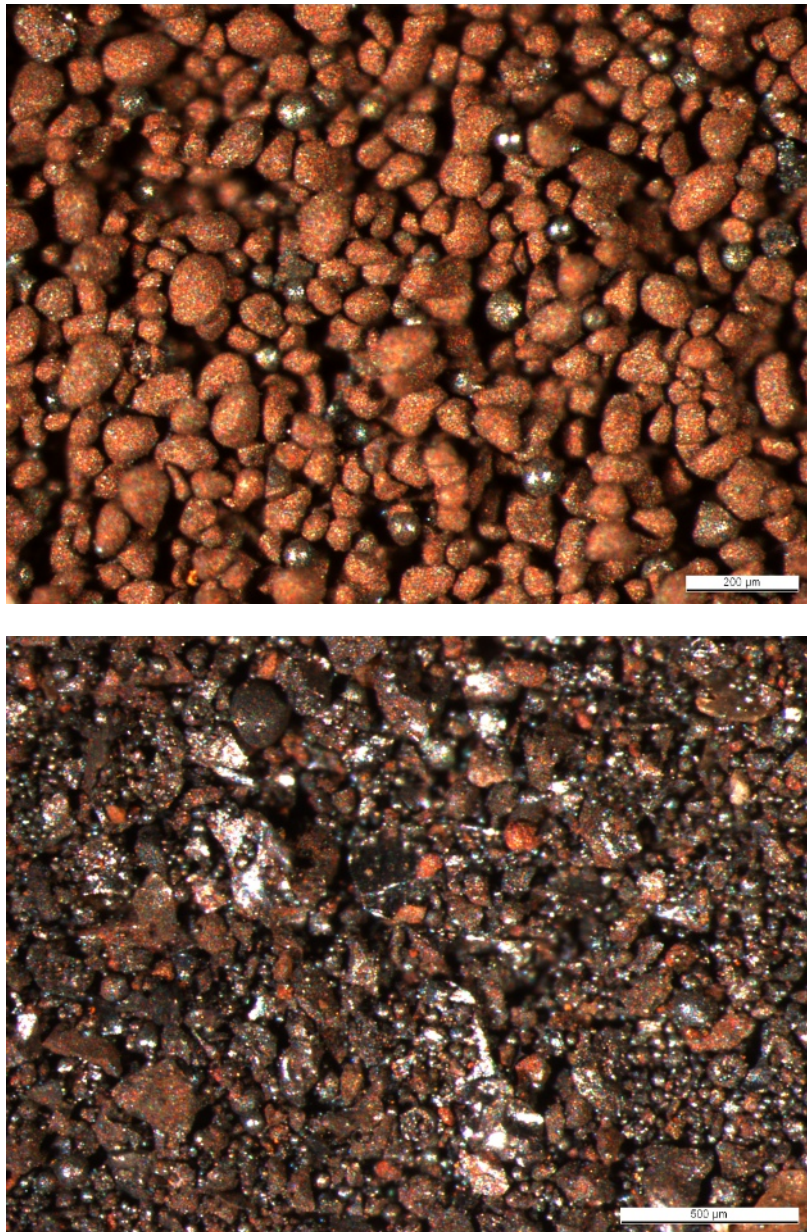


Abbildung 17: Gießhallenstäube HO A (oben, 200 µm Maßstab) und GH (unten, 500 µm)

5.4 Bereich Stahl

Im Hochofen wird ein Teil des C im flüssigen Eisen gelöst, sodass Roheisen einen C-Gehalt von etwa 4 % aufweist. Roheisen ist deshalb spröde, nicht verformbar und nicht schweißbar. Weitere wichtige unerwünschte Begleitelemente sind S, Si und P. Um diese Gehalte auf für Stahl zulässige Werte abzusenken, wird das Roheisen in Konvertern „gefrischt“. Der so entstandene Rohstahl wird anschließend in Pfannenöfen geringerer Kapazität gezielt weiterbehandelt und legiert, um Qualitätsstähle verschiedenster Zusammensetzungen zu erhalten.

In den Werken der voestalpine erfolgt die Rohstahlerzeugung mit dem dort in den 1950er Jahren entwickelten Linz-Donawitz-Prozess (LD), der zur Gruppe der Sauerstoffkonverter (Basic Oxygen

Furnace, BOF) gehört. Durch Aufblasen von Sauerstoff auf die Schmelzenoberfläche werden C, P, Si und andere Verunreinigungen oxidiert und herausgebrannt. Zum Teil entweichen sie gasförmig, zum Teil werden sie in der Schlacke gebunden. Dieser Prozess setzt große Wärmemengen frei, die die Schmelze weiter aufheizen. Um die Temperatur unter Kontrolle zu halten, wird die Schmelze durch Zugabe von Schrott, Brucheisen aus dem Werk und teilweise auch Staubbriketts gekühlt.

Abbildung 18 gibt einen Überblick über das Stahlwerk Linz und seine aktuelle Staubbehandlung. Das beim Frischen entstehende Tiegelgas wird aus dem Konverter abgesaugt und durch einen Kühlreaktor geführt. Dabei kondensiert unter anderem Zn, das wegen seiner Flüchtigkeit aus der Schmelze verdampft und nicht in der Schlacke gebunden wird. Am unteren Ende des Reaktors fällt relativ grober Zn-reicher Staub aus. Eine Probe dieses Typs, im Folgenden als „LD *grob*“ geführt, wurde untersucht. Aus dem Gas wird später noch ein Feinstaub abgeschieden, der aber nicht Teil der Untersuchungen war. Der Typ *Sek 1.2* aus der Raumentstaubung wird über eine Absaughaube im Umfeld des Konverters abgezogen.

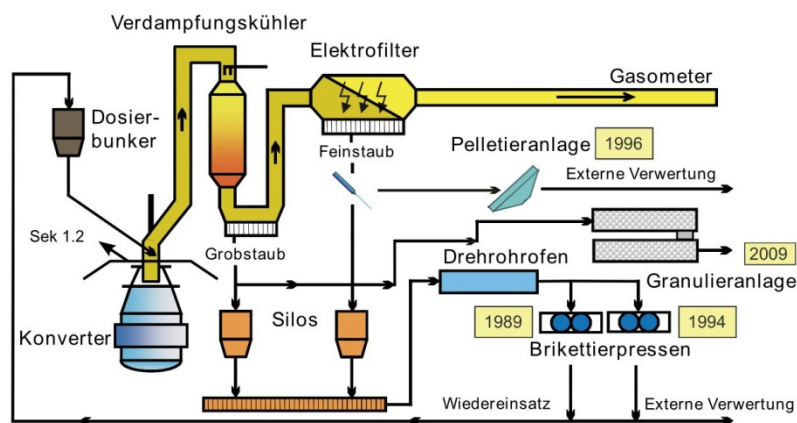


Abbildung 18: Staubwirtschaft im Stahlwerk Linz (nach Pilz, 2012)

Die Zusammensetzung der Stäube aus der Rohstahlproduktion ist wieder sehr variabel, sie sind aber immer Fe-reich. Der Zn-Gehalt kann durch Heißbrikettierung und den Wiedereinsatz im Konverter auf bis zu 35 % ansteigen. In Linz werden sie deshalb je nach Gehalt unterschiedlich vorbehandelt und an mehrere Abnehmer weitergegeben, die die Stäube als Einsatzstoff in der sekundären Zn-Metallurgie verwenden. In diesem Werk fallen jährlich etwa 30.000 t *LD grob* und 5.000 t *Sek 1.2* an.

5.5 Andere Quellen

In Zusammenarbeit mit dem Lehrstuhl für Nichteisenmetalle der Montanuniversität Leoben wurden drei weitere Stäube untersucht, zu deren Herkunft keine Informationen verfügbar sind. Es handelt sich um je eine Probe vom Lichtbogenofen (engl. Electric Arc Furnace, EAF), einem Sauerstoffkonverter (engl. Basic Oxygen Furnace, BOF) und einem Kupolofen (engl. Cupola furnace), die als repräsentativ für den jeweiligen Prozess angesehen werden. Ihre Bezeichnungen in der Dissertation sind *EAF*, *BOF* und *Cup*.

Endziel dieser Untersuchungen war die Verarbeitung dieser Stäube mit Holzkohle zu Pellets für die sekundäre Zn-Gewinnung. Von Seiten des Lehrstuhls für Aufbereitung und Veredlung wurde u.a. versucht, auch diese Proben nach Art der Mineralaufbereitung zu charakterisieren und nach Möglichkeit das Zn anzureichern. Die chemischen Analysen beschränkten sich auf Fe und Zn.

Wie bei allen bisher beschriebenen Staubtypen gilt auch hier, dass die Zusammensetzung und Eigenschaften sehr stark von den jeweiligen Einsatzstoffen und Prozessparametern abhängen.

EAF

Der Lichtbogenofen wird im Chargenbetrieb gefahren und hauptsächlich zum Aufschmelzen von Schrott verwendet. In der Gleichstromausführung wird der elektrische Strom durch je eine Schmelz- und Bodenelektrode geleitet, bei der dreiphasigen Wechselstromvariante durch drei Schmelzelektroden. Zwischen Schmelzelektroden und dem festen Metall wird ein Lichtbogen gezündet, der bis zu 3.500 °C erreicht und die feste Chargierung hauptsächlich durch Wärmestrahlung erhitzt. Da beim EAF kein Erz reduziert werden muss, ist er für die Rohstahlherstellung energetisch deutlich günstiger als die Hochofenroute. Durch den Einsatz von elektrischem Strom weist er aber insgesamt höhere Energiekosten auf.

Auch der EAF benötigt Schlackenbildner. Legierungselemente können ebenfalls zugegeben werden, aber allgemein ist es üblich, mit diesem Aggregat nur einen Rohstahl herzustellen, der anschließend in Pfannenöfen den Anforderungen entsprechend fertig gestellt wird. Der abgesaugte Staub enthält durch den Einsatz von verzinktem Schrott neben Fe viel Zn. Zu erwartende Phasen sind u.a. Ca- und Mg-Verbindungen, feines Zn-Oxid, Zn-Ferrite, eventuell auch metallisches Fe. Da der Prozess nicht kontinuierlich ist, ist die Zusammensetzung des Staubes auch zeitlich stark veränderlich.

BOF

Zur Beschreibung des Sauerstoffkonverters siehe Abschnitt 5.4.

Cup

Der Kupolofen ist ein Schachtofen, der hauptsächlich zum kontinuierlichen Aufschmelzen von Stahlschrott dient. Schichten von Koks und Schrott werden von oben aufgegeben, dazu kommen Kalk als Flussmittel und andere Zuschläge. Da keine Reduktion von Erzen erfolgt, sind die benötigten Temperaturen mit 1.600 °C deutlich geringer als im Hochofen. Das flüssige Fe wird durch den Koks aufgekohlt und sammelt sich über einem Abstichloch. Damit ist die Schmelze ein gutes Ausgangsprodukt für die Herstellung von Gusseisen. Zur Produktion von Stahl muss diese Schmelze ebenfalls gefrischt werden.

Der am oberen Ende des Ofens abgezogene Staub enthält keine Erzpartikel und kaum Alkalien, dafür kann aber sein Zn-Gehalt je nach eingesetztem Schrott bis zu etwa 40 % betragen. In Abbildung 19 können mit einzelnen groben schwarzen Partikeln und gelblichen Agglomeraten zwei unterschiedliche Phasen optisch erkannt werden.

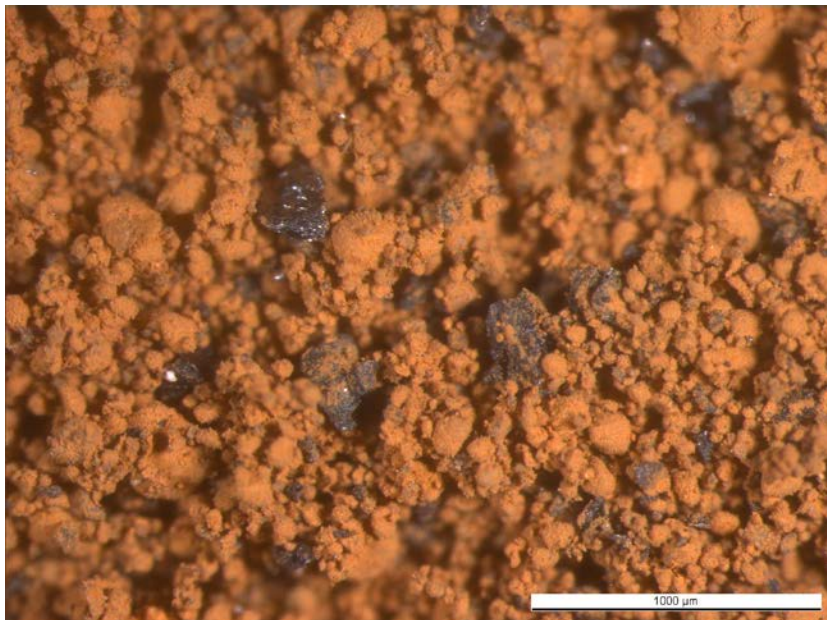


Abbildung 19: Sichterprodukt > 25 µm der Probe Cup (Maßstab 1000 µm)

6 Untersuchungen

6.1 Übersicht

Der untersuchungstechnische Teil der Dissertation weicht von der Reihenfolge der Beschreibung der Staubarten leicht ab. Die Trennversuche des MEROS-Staubes standen vom zeitlichen Ablauf der Untersuchungen her am Anfang. Erste sehr erfolgreiche Ergebnisse konnten mit späteren Proben nicht wiederholt werden. Anhand dieses Beispiels wird zunächst gezeigt, wie wichtig eine grundlegende Charakterisierung der Reststoffe für die gezielte Prozessentwicklung ist.

Im Rahmen der Merkmalsklassenanalyse der eigentlichen Prozessreststoffe wurde für die Korngrößenanalyse ein Laborsichter verwendet. Eine Beschreibung des Gerätes und Untersuchungen bezüglich seiner Trennschärfe bilden den nächsten Teil.

Weiters werden die Ergebnisse der Merkmalsklassenanalyse der Staubproben vorgestellt, bevor der Abschnitt mit technischen Trennversuchen derselben abschließt.

6.2 Einfluss von Prozessparametern auf Staubeigenschaften am Beispiel MEROS

Im Rahmen dieser Untersuchung wurde versucht, den MEROS-Rückstand in ein HOK-reiches Produkt und einen möglichst HOK-freien Rückstand zu trennen. Dies gelang mit der ersten Probe sehr gut (Abschnitt 6.2.3), die Methode versagte jedoch vollständig bei späteren Proben. Abschnitt 6.2.4 beschreibt eine Reihe von Flotationsversuchen, die zum Teil sehr widersprüchliche Ergebnisse lieferten. Diese werden in 6.2.5 kompakt zusammengefasst und mit Erklärungsversuchen ergänzt.

6.2.1 Zielsetzung: HOK-Abtrennung

Im österreichischen Recht hängt die Deponieklasse, in der ein bestimmter Abfall abgelagert werden darf, neben den Gehalten verschiedener Schwermetalle auch vom Auftreten einiger Gruppen organischer Verbindungen ab. Der „Altlastensanierungsbeitrag“, der bei der Deponierung an den Staat zusätzlich abzuführen ist, unterscheidet sich in seiner Höhe ebenfalls zwischen diesen Klassen.

Die Zielsetzung für die Untersuchung der Aufbereitbarkeit des Staubes war, einen massenmäßig relativ geringen, dafür aber höher belasteten Anteil abzutrennen und nur diesen zu den höheren Kosten zu deponieren; der weitaus größere Anteil sollte zu schwach belastetem und damit günstiger zu deponierendem Abfall werden. In einem weiteren Schritt sollte versucht werden, auch den unbelasteten Rest soweit zu sortieren, dass er als Einsatzstoff in verschiedensten Anwendungen geeignet wäre. Damit würde zusätzlich die zu deponierende Menge stark verringert. Die Entsorgungskosten sollten also in Summe deutlich geringer ausfallen.

Um die Behandlungskosten des Staubes niedrig zu halten, wurden nur Möglichkeiten zur Trennung mittels physikalisch-mechanischer Methoden untersucht. Chemische Verfahren hätten von vornherein einen deutlich höheren Energiebedarf, der das Einsparungspotential an Entsorgungskosten übersteigen würde.

6.2.2 Verfahrensauswahl

Die erste eingegangene Probe des MEROS-Rückstandes (Probe A) stammt aus dem „Notastrag“ des MEROS-Reaktors, der u.a. dazu dient, etwaig anfallende Agglomerate aus dem Prozess auszuschleusen. Dementsprechend groß ist deren Anteil in der Eingangsprobe. Für eine händische Siebanalyse bei 200 und 100 μm wurde die Probe desagglomeriert, die Maschenweite von 40 μm wurde ohne zusätzliche Dispergierung mittels Luftstrahlsiebung analysiert. Das Ergebnis ist deshalb nur bedingt objektiv, gibt aber trotzdem einen guten Eindruck von der Feinheit des Staubes. Ein Bild der Klasse $> 200 \mu\text{m}$ wurde bereits in Abbildung 14, Seite 42 gezeigt. Die Korngrößenverteilung mit 53 % $< 40 \mu\text{m}$ ist in Abbildung 20 dargestellt. Die Klassen > 200 , 200/100 und $< 100 \mu\text{m}$ wurden chemisch analysiert. Der Fe-Gehalt ist in den gröberen etwas höher, Ca steigt mit den feineren an. Die Unterschiede zwischen den Gehalten im Bereich < 100 und 100/40 μm – die beiden Klassen machen jeweils etwa die Hälfte der Probe aus – sind aber viel zu gering, um mittels Klassierung eine stoffliche Trennung erreichen zu können.

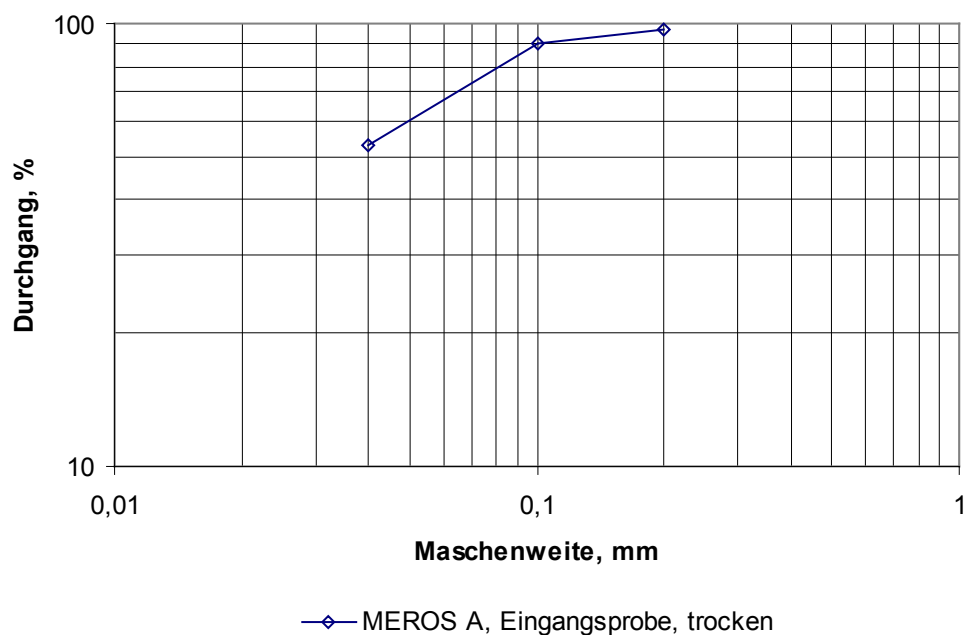


Abbildung 20: Trockene Siebanalyse der MEROS-Probe A

Ciccu et al. (1997) beschreiben die erfolgreiche elektrostatische Trennung von Flugasche und nicht verbrannten Kohlepartikeln aus zwei kalorischen Kraftwerken in Brennbares, Mittelprodukt und kohlefreie Asche. Die Kohle besteht aus relativ groben Partikeln, die in nicht allzu starken Agglomeraten zusammenhängen. Ihr Gehalt wurde mit dem Glühverlust (LOI, Loss On Ignition)

gleichgesetzt, dieser betrug in der Aufgabe 6 bzw 9 %. Die Aufgabe des kompletten Korngrößenspektrums ergab etwa 50 % Ascheprodukt mit 3 % LOI. Die Kombination von Siebung bei 45 µm und Elektroscheidung des Grobguts verbesserte das Gesamtergebnis auf 85 % Ascheprodukt mit ebenfalls 3 % LOI.

Für den MEROS-Staub wurde angenommen, dass die oberflächlich oxidierten Kohlepartikel – Ciccu nennt sie „angekokt“ – mit dem HOK vergleichbar wären und die Flugasche mit den Ca-Trägern. In einem Tastversuch konnte aber weder im elektrostatischen Feld noch mit der Sprühelektrode auch nur der geringste Sortiereffekt erreicht werden. Auch bei erfolgreicher trockener Dispergierung wäre der Großteil der Aufgabe für aktuelle Aggregate zu fein. Zusätzlich war die Aufgabe im Trichter nicht rieselfähig, deshalb wurde diese Richtung nicht weiter verfolgt.

Durch den hohen Alkaliengehalt sind auch andere trockene Sortierprozesse so gut wie ausgeschlossen. Mit der hohen Wasserlöslichkeit müssen alle nassen Trennprozesse mit gesättigter Lauge im Kreislauf gefahren werden. Wie die Laugungsversuche gezeigt haben, bleiben die Schwermetalle bei der Laugung in Wasser, bei der sich ein pH-Wert von etwa 12 einstellt, im Rückstand.

In Bezug auf die magnetische Suszeptibilität unterscheiden sich die Hauptphasen nicht, sie sind alle unmagnetisch. Einzig die Erzpartikel könnten abgeschieden werden, sie sind aber von ihrem Anteil her vernachlässigbar. Die Dichte der erwarteten Phasen bewegt sich im Bereich von etwa 1,9 g/cm³ (HOK, mittels Wasserypnometer) bis 5,3 g/cm³ für Eisenoxide. Eine HOK-Abtrennung durch Herdarbeit erscheint damit für etwa die Hälfte der Eingangsprobe prinzipiell möglich. Aufgrund der Feinheit und dem wenig wertigen „Konzentrat“ wurde der verfahrenstechnische Aufwand aber als in der Praxis nicht vertretbar eingestuft. Aus diesen Gründen wurde versucht, die Sortierung mittels Flotation zu erreichen.

Die Versuche erfolgten auf der Denver Laborzelle. Für die ersten beiden Versuche wurde eine 2-Liter Zelle verwendet, für die weiteren bis auf wenige Ausnahmen eine 1-Liter Zelle. Der MEROS-Rückstand wurde mit Magnetrührern in Leitungswasser dispergiert und anschließend in die Flotationszelle gegeben. Nach sparsamer Reagenzienzugabe wurde solange flотиert, bis der Schaum nicht mehr beladen war. Dann wurde das Vorlagegefäß gegen ein leeres ausgetauscht und entweder nachdosiert oder zu anderen Reagenzien gewechselt. Auf diese Art entstanden in jedem Versuch eine Anzahl von Teilsorten (die Schaumprodukte von S1 bis zu S6) und ein Rückstand.

6.2.3 Erfolgreiche Trennung mittels Flotation

Dieser Abschnitt behandelt nur die MEROS-Probe A.

Zu Beginn wurde versucht, eine etwaige natürliche Hydrophobie des HOK auszunützen. Es erwies sich aber in all diesen Versuchen als schwierig, einen stabilen, tragfähigen Schaum zu erzeugen. Das klassische Reagenz MIBC (Methyl-Isobuthyl-Carbinol) war absolut wirkungslos. Pine Oil war als Schäumer auch nur mittelmäßig erfolgreich, außerdem blieb HOK bis auf einzelne Partikel in der Suspension.

Ein Flotationserfolg stellte sich erst mit der Zugabe von „Polysorbat 80“ ein. Bei diesem Vertreter der Polysorbate, einer Gruppe von nichtionischen Tensiden, handelt es sich um „Polyoxyethylen(20)-sorbitan-monooleat“, es ist u.a. unter dem Markennamen „Tween 80“ bekannt. Seine chemische Struktur ist in Abbildung 21 wiedergegeben. Die Polysorbate wirken allgemein als Netzmittel und Emulgatoren und werden z.B. in der Lebensmitteltechnologie, für Arzneimittel und in Reinigungsmitteln eingesetzt. Als Lebensmittelzusatzstoff trägt Polysorbat 80 die Nummer E 433. Bei der Flotation der Probe A wirkte es in zwei Richtungen: einerseits erzeugte es den stabilen, tragfähigen Schaum, andererseits wirkte es als Sammler für den HOK.

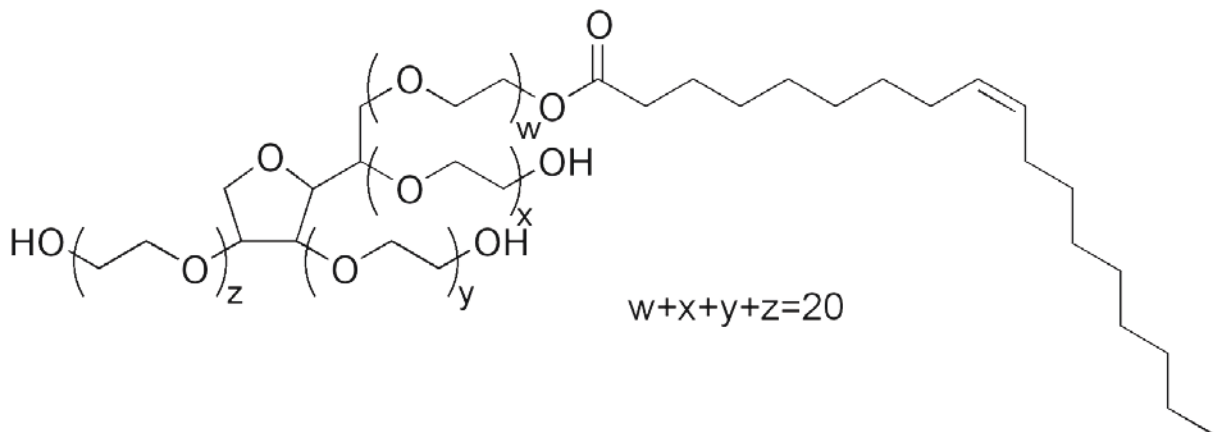


Abbildung 21: Strukturformel von Polysorbat 80

Bei der Suche nach wirksamen Sammlern wurden u.a. zwei Richtungen verfolgt. Zum einen wurde in Anlehnung an die Kohleflotation Heizöl verwendet. Die erzielte Anreicherung war sehr zufriedenstellend, das HOK-Ausbringen aber nur mittelmäßig. Zum anderen wurde versucht, die vom HOK adsorbierten Schwermetalle als Aktivierer für Xanthate auszunützen (Abbildung 22 zeigt als Beispiel den Vertreter NEX), die in der Aufbereitung die klassischen Sulfidsammler sind. Mit den im MEROS-Prozess adsorbierten Metallmengen allein war das nicht möglich, aber mit reichlicher Zugabe von Cu-Sulfat im Ausmaß von 3.000 ppm wurde ein sehr erfolgreiches Regime gefunden. Ein weiterer wirksamer Sammler ist Polysorbat 80, siehe oben. Dessen Anreicherung war ebenfalls sehr hoch, das HOK-Ausbringen dagegen deutlich schlechter als mit Heizöl. Unwirksame HOK-Sammler für die Probe A waren Ölsäure und Xanthat ohne zusätzlichem Cu-Sulfat.

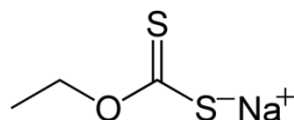


Abbildung 22: Strukturformel von Na-Ethylxanthat

Zur HOK-Analyse wurden die Proben in konzentrierter Salzsäure gelaugt. Nach den erwarteten Phasen sollte der Laugungsrückstand mit HOK gleichzusetzen sein. Bei der Eingangsprobe und bei „frühen“ Schaumprodukten aus den verschiedenen Flotationsversuchen war das augenscheinlich auch der Fall. Zu den „späteren“ Produkten hin war im Laugungsrückstand meist ein steigender Anteil einer hellen Phase zu erkennen. Im Flotationsrückstand war er durchwegs am höchsten. Daher wurde

dessen Gehalt in der folgenden HOK-Bilanzierung aus der Aufgabe und den Schaumprodukten rückgerechnet. Wie die Übersicht in Tabelle 7 zeigt, sind die Ergebnisse der sechs Versuche mit Probe A qualitativ sehr unterschiedlich. Das beste und einzig wirklich zufriedenstellende Ergebnis mit HOK-Ausbringen von 84 bzw. 86 % wurde in den Versuchen 3b und 5 unter Verwendung von Cu-Sulfat und Xanthat erzielt. Die chemische Analyse zeigt, dass dort Cu zu 98 bzw 95 % im Rückstand verbleibt. Dies wird durch die hohe Dosierung des Sulfats verursacht.

Tabelle 7: HOK-Bilanzen der Flotationsversuche 1 bis 5

Versuch	Reagenzien (Auszug)	HOK-Gehalt, %		HOK-Ausbringen, %	
		Teilsorten	Rückstand	Konzentrat	Rückstand
1	Tween 80	24-40	8	45	55
2	Na-Metaphosphat, Tween 80	43-61	9	26	74
3a	Xanthat, Tween 80, Ölsäure	19-36	10	17	83
3b	CuSO ₄ , Xanthat, Heizöl	65-70	2	84	16
4	Heizöl	55-61	5	59	41
5	CuSO ₄ , Xanthat, Heizöl	42-61	2	86	14

6.2.4 Späteres Versagen des Flotationsregimes

Nach Aufbrauchen der Probe A wurden für die Untersuchungen zwei weitere MEROS-Proben sowie ein Muster von unbenutztem HOK bereitgestellt.

In Versuch 6 wurde das früher erfolgreiche Xanthat-Regime mit Cu-Sulfat erfolglos auf die Probe B angewandt. Die Probe enthält offensichtlich grenzflächenaktive Substanzen: Abbildung 23 zeigt die Suspension zu Beginn des Versuches mit geöffneter Luftzufuhr, aber ohne Schäumerszusatz. Durch den unkontrollierbaren und unselektiv schwach beladenen Schaum entstand ein nicht angereichertes erstes Schaumprodukt von 25 % Masseausbringen. Für S3 wurde das früher ebenfalls einigermaßen brauchbare Heizöl als Sammler zugesetzt, das hier aber auch keinen Erfolg brachte.

Unter 6b wurde der vorige Rückstand mit frisch angesetzter Xanthat-Lösung weiter flotiert, aber keine Anreicherung erzielt. Nach Zugabe von Polysorbat 80, das bei der ersten Probe eine HOK-sammelnde und stark schäumende Wirkung hatte, bildete der Schaum keine Riesenporen mehr. Dieses letzte Schaumprodukt war zwar dunkler als die bisherigen, konnte aber trotzdem nicht als HOK-Konzentrat bezeichnet werden.

In Versuch 7 wurde das Xanthat-Regime etwas abgewandelt: Beim Sammler wurde Amyl- durch Ethylxanthat ersetzt, außerdem Na-Metaphosphat zum Drücken der Ca-Träger verwendet. Letzteres war bisher nur in Kombination mit Polysorbat 80 in Versuch 2 im Einsatz. Mit dem Xanthat wurden zwei Schaumprodukte gewonnen, das dritte wie im Vorversuch mit Heizöl. Alle drei sind leicht angereichert – S2 am meisten, S3 am schwächsten (Abbildung 24). Das Sortierergebnis war zwar eindeutig besser als bei Versuch 6/6b, muss aber ebenfalls als Fehlschlag gewertet werden.



Abbildung 23: Unkontrolliertes Schäumen der neuen MEROS-Probe

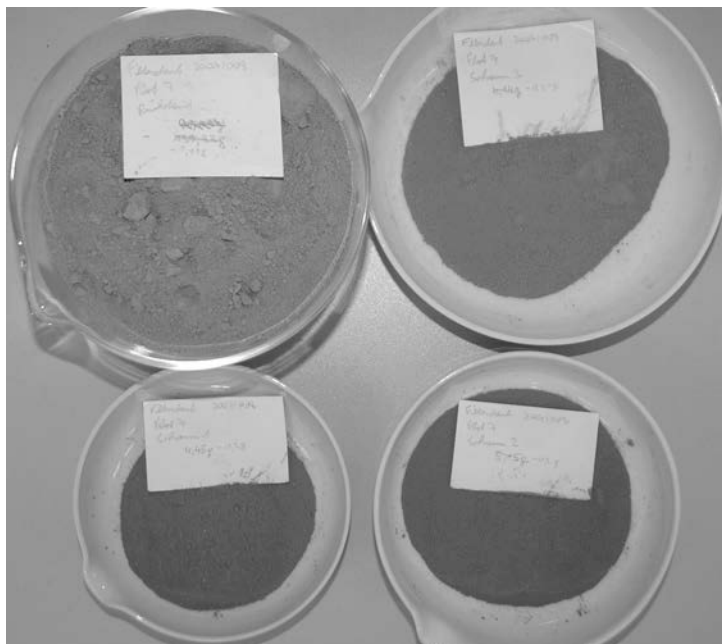


Abbildung 24: Produkte der erfolgreichen Flotation mit der neuen MEROS-Probe

Auch Probe C bildete ohne Schäumer eine hohe stabile, aber kaum beladene Schaumdecke aus. In Versuch 8 wurde sie zunächst mit Schäumer, Cu-Sulfat und Xanthat floriert (S1). Für das zweite Schaumprodukt wurde Heizöl als Sammler zugesetzt, für das dritte Polysorbat 80. Die Schaumprodukte unterscheiden sich nur schwach vom Rückstand. Damit waren bei Probe C alle bisher brauchbaren Sammler erfolglos.

Nach dem Versagen der Flotation bei den Proben B und C wurde das Flotationsverhalten von ungebrauchtem HOK unter verschiedensten Bedingungen untersucht:

- Heizöl als Sammler
- Verwendung von Schäumern ohne Sammler
- Aktivierung von HOK durch Cu-Ionen
- Konditionierung von HOK mit SO_2 oder schwefeliger Säure vor der Cu-Aktivierung

In diesen Kleinstversuchen war HOK die einzige feste Phase. Jeweils 1 g wurde in einer Zelle von 135 cm^3 dispergiert und flотиert.

Wie ursprünglich aus der Kohleflotation erwartet, erwies sich Heizöl als exzellenter Sammler: zusammen mit einem nicht definierten Netzmittel als Schäumer wurde ein HOK-Ausbringen von 95 % erreicht, mit Pine Oil 92 % und mit MIBC 87 %.

Die Flotationsergebnisse von Schäumern ohne Sammler streuen sehr weit: undefinierte Netzmittel erreichten 57 bzw. 18 % HOK-Ausbringen, MIBC kam auf 38 % und Polysorbat 80 gerade auf 4 %. In diesem letzten Versuch war der Schaum unkontrollierbar und das Ausbringen konnte auch mit weiterer Zugabe von Heizöl und Pine Oil nur mehr auf insgesamt 51 % verbessert werden.

In einer Serie wurde die Menge an zugesetztem Cu-Sulfat von 500 bis 3.000 ppm variiert. Dies deckt den Bereich der Cu-Konzentration in den Versuchen mit MEROS-Rückstand ab. Im Vergleich zum Schäumer (dem Netzmittel) alleine mit 57 % stieg das HOK-Ausbringen durch die Aktivierung nur um etwa 5-10 % an, siehe Abbildung 25.

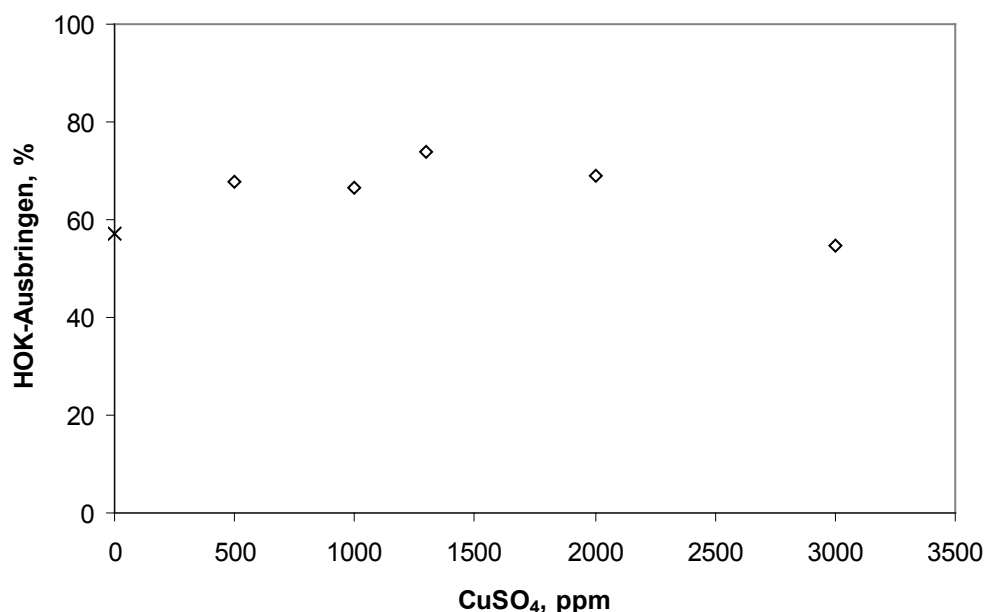


Abbildung 25: Variation der CuSO_4 -Beladung zur Aktivierung von HOK

In einer zweiten Serie wurde die Konditionierungsdauer mit 5.000 ppm Cu-Sulfat von 15 min bis 4 h variiert. Um eventuell nicht adsorbierte Cu-Ionen aus der Suspension zu entfernen, wurde der HOK nach 10-minütigem Sedimentieren dekantiert, mit destilliertem Wasser gewaschen und nach

nochmaligem Sedimentieren und Dekantieren in die Flotationszelle gespült. Damit erhöht sich die Verweildauer des HOK in Wasser bei jedem Einzelversuch um jeweils 20 min. In den dekantierten Lösungen konnte kein Cu-Tetramminkomplex gebildet werden, der schon in geringen Konzentrationen eine deutliche Blaufärbung verursachen würde. Damit ist nachgewiesen, dass die Adsorption der Ionen sehr rasch und vollständig erfolgte.

Diese Serie wurde mit MIBC geschäumt. Der Datenpunkt 16 % Ausbringen bei 0 h ist eine Nullprobe ohne Cu-Sulfat, die sofort nach der Dispergierung flотиert wurde. Abbildung 26 zeigt zusätzlich das Ergebnis ohne Cu-Aktivierung von MIBC alleine und in Kombination mit zwei Xanthatvertretern mit HOK-Ausbringen von 37 bis 40 %, ebenfalls ohne Aktivierungsdauer. Der Datenpunkt X bei 1,5 h wurde mit exzessiven 50.000 ppm erreicht.

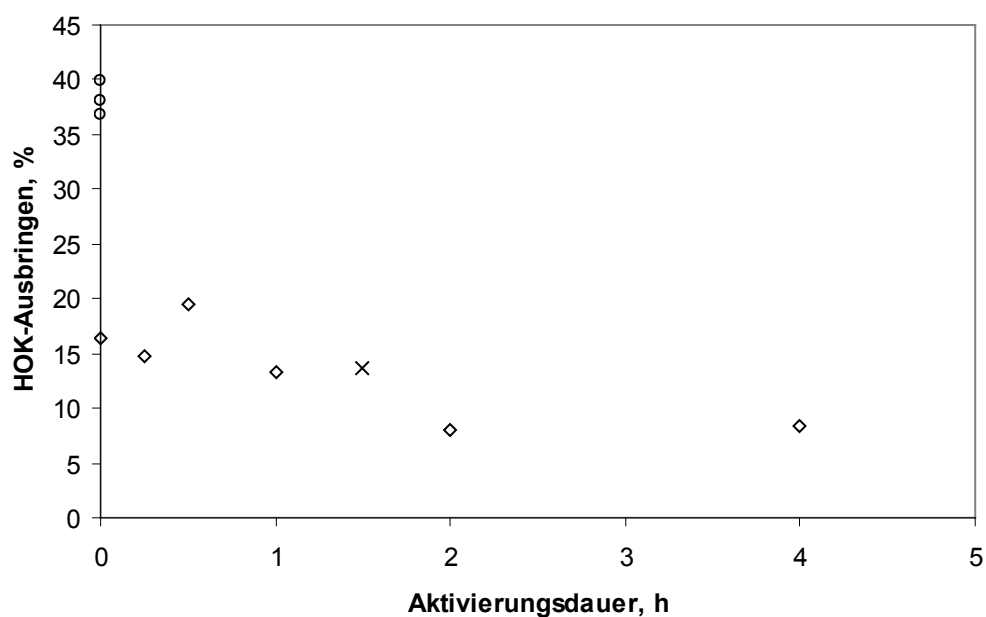


Abbildung 26: Variation der Aktivierungsdauer von HOK

Die vom HOK direkt adsorbierten Cu-Ionen sind offensichtlich nicht in der Lage, Xanthate über Chemisorption zu binden. Es wurde angenommen, dass in der ersten MEROS-Probe Cu durch die Adsorption der Schwefeloxide im HOK in anderer, für den Sammler zugänglicher Form adsorbiert wird. Dementsprechend wurde die frische HOK-Probe in drei Varianten vorkonditioniert: Begasung von trockenem und von angefeuchtetem HOK mit SO_2 , sowie Tränken des HOK in schwefeliger Säure. Anschließend wurde der HOK mit jeweils 5.000 ppm CuSO_4 aktiviert und mit Xanthat und MIBC flottiert. Das HOK-Ausbringen betrug 13 bis 26 %. Diese Werte entsprechen jenen aus der Reihe zur Konditionierzeit in Abbildung 26, die bis auf die Vorkonditionierung mit dem gleichen Regime flottiert wurde. Der erfolgreichen HOK-Aktivierung der Probe A mittels Cu-Ionen liegen also nicht geklärte Zusammenhänge zugrunde.

Mit Probe C wurde anschließend versucht, den HOK-Inhalt wieder mit Heizöl zu sammeln. Im Gegensatz zur Probe A wurde auch Na-Metaphosphat als Ca-Drücker zugegeben. Bei relativ sanften Verhältnissen bildete sich eine zwar nur schwach, dafür aber selektiv mit HOK beladene

Schaumdecke aus, von der nur die oberste Schicht ins Schaumprodukt abgezogen wurde. Das erste war noch deutlich an HOK angereichert, S2 und S3 nur schwach. Insgesamt wurde ein HOK-Ausbringen von 19 % erreicht.

Zum direkten Vergleich wurde Probe B bei ähnlichen Versuchsbedingungen flotiert. Das erste Schaumprodukt entstand noch ohne Zugabe von Schäumen durch unkontrolliertes Überlaufen. In diesem Versuch war der Rückstand etwas dunkler als die Produkte S1 bis S3, was mit den C-Gehalten übereinstimmt.

In Probe C wurden durch Röntgendiffraktometrie die Phasen Portlandit, Sylvin und Gips eindeutig erkannt. Aus der chemischen Analyse wurde eine Zusammensetzung errechnet, die etwa 94 % der Probe abdeckt: 8 % HOK, 28 % Gips, 41 % Portlandit und 17 % Sylvin. Gemäß diesem Schlüssel wurde aus Reinsubstanzen eine Nachbildung von Probe C zusammen gemischt. Zwei gut angereicherte Schaumprodukte mittels Na-Metaphosphat, Ölsäure und MIBC brachten 57 % des HOK aus, sein Gehalt im Rückstand wurde halbiert. Dasselbe Regime auf Probe C angewandt führte dagegen zu einer leichten Abreicherung des HOK in den Schaumprodukten.

Die Mischung wurde zum Abschluss noch sehr erfolgreich mit Metaphosphat, MIBC und Heizöl flotiert: zwei Schaumprodukte mit 16 % Masseausbringen erreichten 76 % HOK-Ausbringen.

6.2.5 Zusammenfassung, Ursachen und Folgerungen

Wie der vorige Abschnitt zeigt, sind die Flotationsergebnisse mit den einzelnen MEROS-Proben nicht nur quantitativ verschieden, sondern auch qualitativ extrem widersprüchlich. So kann z.B. ein Xanthat-Regime den HOK aus der einen Probe sehr sauber abtrennen, bei den anderen dagegen versagt es. Ölsäure erzeugt aus einer Probe ein sehr HOK-armes Schaumprodukt, bei der nächsten ein undifferenziertes und sammelt den HOK aus einer Reinsubstanzenmischung. Heizöl wiederum funktioniert als Sammler je nach Probe einigermaßen, gar nicht oder aber exzellent.

Das bei Probe A erfolgreiche Xanthat-Regime war auf die vorherige Aktivierung des HOK mittels Cu-Ionen angewiesen. Diese versagte aber sowohl bei späteren MEROS-Rückständen als auch bei ungebrauchtem HOK auf ganzer Linie. Sie wurden von Letzterem zwar vollständig adsorbiert und führten so zu einer deutlich höheren HOK-Beladung als bei der Probe, standen aber für die Anlagerung des Xanthat-Sammlers trotzdem nicht zur Verfügung.

Auch wenn die MEROS-Stäube auf den ersten Blick ähnlich sind, unterscheiden sie sich teilweise in verschiedenen Aspekten deutlich. Die Dichte und der optische Eindruck der Proben A bis C waren nahezu identisch, eine nicht untersuchte Probe D wich aber in beiden Aspekten stark ab.

Als Folge der chemischen Unterschiede zeigte die Löslichkeit in Wasser eine sehr große Bandbreite von 23 bis 66 %. Weiters enthält der Säurelaugungsrückstand von B und C neben HOK auch eine helle Phase. Bei Probe C waren es nach einer zweiten Stufe noch immer geschätzte 40 %-vol. Die Proben B und C bildeten im Gegensatz zu A ein gelbliches Filtrat, außerdem zeigten sie eine ausgeprägte schäumende Wirkung. Diese Unterschiede, vor allem das Schäumen, können bereits durch geringe Gehalte der betreffenden Substanzen hervorgerufen werden.

Wie später bekannt wurde, wurden auf der MEROS-Pilotanlage viele Versuche gefahren, bei denen auch zahlreiche Reagenzien getestet wurden – HOK, verschiedene Qualitäten von Aktivkohle, verschiedene Kalkhydrate. Im Nachhinein war es nicht mehr möglich, das zeitliche Zusammenfallen der Probenahme mit Umstellungen bei den Reagenzien zu überprüfen. Zur Abdeckung von SO₂-Spitzen wurde zeitweise NaOH zum Kühlwasser zudosiert. Es ist daher durchaus möglich, dass in manchen Proben neben erhöhten Gehalten an Na-Verbindungen sowohl HOK als auch Aktivkohlen als Adsorbentien in allen möglichen Kombinationen vorhanden sind.

Aus den geschilderten Untersuchungen, Erfolgen und Misserfolgen lassen sich einige generelle Schlüsse ziehen, die durchaus auch auf die Untersuchung von anderen staubförmigen Rückständen umgelegt werden können:

- Sowohl die Einsatzstoffe für den einen Rückstand erzeugenden Prozess als auch seine Fahrweise wirken sich auf die Zusammensetzung des Staubes aus. Sollen ausschließlich mechanische Trennverfahren zum Einsatz gelangen, sind v.a. die Korngrößenverteilung, die Verwachsungsverhältnisse und Agglomerationsneigung von Interesse; sobald beim Trennverfahren chemische Aspekte dazukommen, können bereits sehr geringe Gehalte bestimmter Substanzen jegliche Oberflächenprozesse (z.B. Flotation, auch Elektroscheidung) nachhaltig stören oder gänzlich unmöglich machen.
- Die Mechanismen für eine erfolgreiche Cu-Aktivierung des HOK sind nach wie vor unbekannt. Es kann davon ausgegangen werden, dass bei Stäuben, die bei chemischen Prozessen entstehen, ähnliche Probleme zu Tage treten, die für eine verlässliche technische Umsetzung geklärt werden müssen.
- Die große Bandbreite an Analysewerten der vorliegenden Proben macht deutlich, dass die Erfassung der Rahmenbedingungen mit repräsentativer Probenahme für die Behandlung von Stäuben ebenso unerlässlich ist wie für die Beurteilung der Aufbereitbarkeit von mineralischem Rohgut.
- Bei hoher Löslichkeit der Reststoffe müssten etwaige nasse Aufbereitungsprozesse in gesättigter Lösung stattfinden. Dazu wäre auf jeden Fall ein eigener Wasserkreislauf einzurichten. Weiters könnte es nach Art der Soleenthärtung der Salinen notwendig sein, bestimmte Ionen gezielt auszuschleusen. Diese Zusatzmaßnahmen verursachen beträchtliche Kosten, die bei der Verfahrensentwicklung nicht vernachlässigt werden dürfen und die Wirtschaftlichkeit der Aufbereitung des Reststoffes verhindern können.
- Ein mehr oder weniger intuitiver Untersuchungsgang kann zwar durchaus brauchbare technische Lösungen bringen, aber bei mechanischen Trennverfahren bietet eine ordentliche Merkmalsklassenanalyse die Möglichkeit, erzielte Versuchs- oder Trennergebnisse an einem ultimativen Standard zu messen.

6.3 Kanalradsichter 100 MZR als Analysegerät

Der Kanalradsichter 100 MZR (Abbildung 27) wird von der Firma Hosokawa-Alpine seit den 1960er Jahren gebaut und wurde von Lauer (1969) unter der Bezeichnung „Multi-Plex-Labor-Zickzacksichter 100 MZR“ detailliert vorgestellt. An diesem Artikel sowie der aktuellen Betriebsanleitung (Hosokawa Alpine, 2009) orientiert sich die folgende Beschreibung.



Abbildung 27: Kanalradsichter 100 MZR von Hosokawa-Alpine

Wie alle Sichter trennt auch der 100 MZR die Partikel entsprechend ihrer Endfallgeschwindigkeit, sodass bei ihnen die Bezeichnung „Klassieren“ streng genommen nur für ein Einstoffsystem mit einheitlicher Kornform zutrifft. Je mehr Dichte, Kornform und untergeordnet auch die Rauigkeit der einzelnen Körner streuen, desto stärker überlagern sie den Klassiereffekt. Daher würde ein Sichter mit analysenscharfer Trennung tatsächlich die Aufgabe nicht in Korngrößenklassen sondern in Fallgeschwindigkeitsklassen einteilen.

Die wichtigste Eigenschaft des 100 MZR ist seine laut Firmenangaben sehr hohe Trennschärfe, durch die das Gerät auch als Analysenwerkzeug verwendbar sein soll. Dazu muss angemerkt werden, dass zur Zeit seiner Entwicklung die Laserbeugung zur Korngrößenanalyse noch lange nicht leicht verfügbar war und die Fraktionierung mit dem Kanalradsichter deutlich schneller ist als z.B. eine Sedimentationsanalyse nach Andreasen. Außerdem können die physisch vorliegenden Sichterprodukte für Analysen und weitergehende Untersuchungen verwendet werden.

6.3.1 Apparatebeschreibung

6.3.1.1 Aufbau und Einstellungen

Der 100 MZR ist ein Fliehkraftsichter, dessen Sichtrad um eine horizontale Achse rotiert. Die Trennung in Grob- und Feingut geschieht durch das Kräfteverhältnis auf die Partikel von Schleppkraft in der Sichtluft und der Zentrifugalkraft. Allgemein ist die Schleppkraft durch

$$F_S = A \cdot v^2 \cdot c_w \quad (10)$$

und die Zentrifugalkraft durch

$$F_Z = m \cdot a_z = m \cdot \omega^2 \cdot r \quad (11)$$

F_S	Schleppkraft
A	angeströmte Querschnittsfläche
v	Schleppgeschwindigkeit
c_w	Widerstandsbeiwert
F_Z	Zentripetalkraft
m	Masse des Partikels
a_z	Zentripetalbeschleunigung
ω	Winkelgeschwindigkeit
r	Abstand von der Rotationsachse

gegeben. Darin lassen sich als mögliche Einstellparameter die Sichtluftmenge und die Drehzahl des Sichtrades erkennen.

Partikel, bei denen die beiden Kraftkomponenten gleich groß und entgegengesetzt sind, werden theoretisch zwischen den beiden Produkten gleichmäßig aufgeteilt. Eine analytische Lösung dieses Trennschnitts ist nicht möglich, da einerseits der Widerstandsbeiwert der Partikel streut und unbestimmt ist und andererseits die Strömungsverhältnisse in den Kanälen nicht genau bekannt sind.

Bei Verwendung des 100 MZR zur Korngrößenanalyse werden die Einstellungen für eine gewünschte Trennkorngröße d_T aus einer Kurve entnommen, die vom Hersteller aus einer Reihe von Versuchen mit Kalkstein bekannter Korngrößenverteilungen erstellt wurde. Der Masseanteil des Grobgutes nach der Sichtung soll dem Rückstand bei d_T entsprechen. Das unvermeidliche Fehlkorn im Fein- und Grobgut ist dabei bereits in die Erstellung der Kurve eingegangen. In der Betriebsanleitung, bei Lauer (1969) und auch allgemein in älterer Literatur wird sie unkorrekterweise „Eichkurve“ genannt. Da das „Eichen“ die amtliche Kalibrierung eines Messgerätes darstellt, wird in dieser Dissertation stattdessen auf die „Kalksteinkurve“ Bezug genommen.

Die von Hosokawa „analytische Trenngrenze“ genannte Größe d_T ist von der Trenngrenze nach Eder (mit derselben Definition wie Trennschnitt nach Tromp: die Korngröße mit Teilungszahl 50 %) und der Trenngrenze nach Ivers (Korngröße mit gleichem Fehlkornanteil in Grob- und Feingut) zu unterscheiden.

Die vorliegende Kurve gilt für Materialien mit Dichte 2,7 g/cm³ und einer mit Kalkstein vergleichbaren Kornform. Für abweichende Stoffdichten kann gemäß dem Gleichfälligkeitskoeffizienten nach Rittinger in erster Näherung die Beziehung

$$\frac{d}{d_0} = \sqrt{\frac{\rho_0}{\rho}} \quad (12)$$

d_0	Teilchengröße Kalkstein
d	Teilchengröße der zu analysierenden Substanz
ρ_0	Dichte von Kalkstein
ρ	Dichte der zu analysierenden Substanz

ausgenützt werden. Dabei steht der Index 0 für den Kalkstein. Die Formel ist bei Lauer (1969) fehlerhaft angegeben – auf einer Seite der Gleichung muss dort der Index vertauscht werden. Für Aufgaben stark unterschiedlicher Dichte und Kornform sollte eine eigene Kurve erstellt werden.

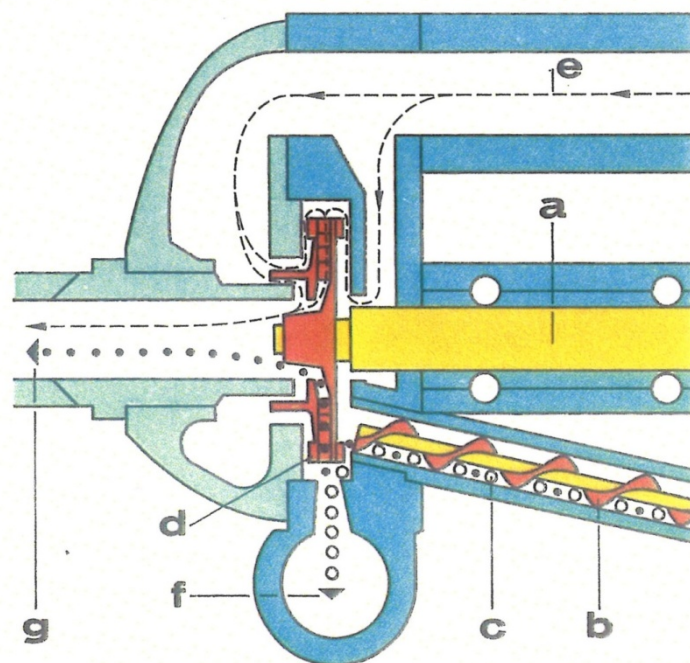
Die Aufgabe wird mit einer Schnecke aus einer auf dem Kopf stehenden Weithalsflasche zur Hinterseite des Sichtraums gefördert. Auf der Rückseite des Sichtrades trifft es auf Prallflächen, die eventuell vorhandene Agglomerate zerlegen. Die Sichtluft umspült das Rad von der Vorder- und der Hinterseite. Dadurch wird verhindert, dass das Feingut aus dem Sichtraum entweicht und sich im Innern des Gerätes ablagert.

Das Sichtrad mit 100 mm Durchmesser (Abbildung 28) stellt das Herzstück des Laborsichters dar. Deutlich sind die 32 Kanäle zu erkennen, die im Rad zickzackförmig von außen nach innen führen. Der Großteil der Klassierung findet am Umfang des Rades und in den äußeren Abschnitten der Kanäle statt. Die vielfach geknickte Form der Kanäle soll so wie in den bekannten stationären Zickzack-Sichtern ein deutlich schärferes Klassierergebnis bewirken, da sich hinter jedem Knick eine Strömungswalze ausbildet, die in Form einer Querstromsichtung als weitere Nachreinigungsinstanz wirkt.

Das Grobgut umkreist den Sichtraum, wird an einer tangentialen Öffnung abgeschält und in einer Glasflasche gesammelt. Mit dem Grobgut tritt keine Luft aus. Das Feingut wird mit der Sichtluft ins Zentrum des Rades gezogen und dort in axialer Richtung zur Feingutabscheidung transportiert. Der Sichtraum ist in Abbildung 29 dargestellt.



Abbildung 28: Geöffnetes Sichtrad des 100 MZR



a Antriebswelle, b Dosierschnecke, c Aufgabegut, d Zickzack-Sichtrad, e Sichtluft, f Grobgut, g Feingut

Abbildung 29: Schnitt durch den Sichtraum des 100 MZR (Hosokawa-Alpine)

Den Großteil des Feingutes scheidet ein Zyklon aus der Sichtluft ab. Dessen Abdeckplatte bildet zugleich seinen spiralförmigen Einlauf. Der Feststoff wird in einer weiteren Glasflasche gesammelt, die Luft an einem Tuchfilter vom restlichen Feststoff gereinigt. Hinter dem Filter folgt das saugende Gebläse, das die Luftbewegung im gesamten Apparat besorgt.

Veränderbare Einstellungen sind die Drehzahl des Sichtrades, die Aufgaberate und die Sichtluftmenge. Die ersteren werden durch Getriebe eingestellt, die Luftmenge dagegen über eine Klappe zwischen Zyklon und Filter. Bei der konstanten Drehzahl des Gebläses lässt die Klappe je nach Stellung eine bestimmte Menge an Falschluff zutreten, sodass der Luftstrom durch das Sichtrad entsprechend verringert wird. Während bei Lauer die Drehzahl noch über ein Drehspulinstrument mit zwei Messbereichen angezeigt wird, haben die aktuellen Geräte eine digitale Anzeige. Die Sichtluftmenge wird nach wie vor an einem Schwebekörper abgelesen.

Jeder Trennschnitt kann im Rahmen der Apparatelimits im Prinzip durch unendlich viele Kombinationen von Sichtraddrehzahl und Sichtluftmenge erreicht werden. Für eine möglichst scharfe Trennung hat es sich aber als zielführend herausgestellt, die Drehzahl aus der Kalksteinkurve abzulesen und die Luftmenge nach

$$\dot{V} \left(\frac{\text{m}^3}{\text{h}} \right) = 55 - \frac{n \text{ (min}^{-1}\text{)}}{1000} \quad (13)$$

\dot{V} Luftvolumenstrom in m^3/h

n Drehzahl in min^{-1}

darauf abzustimmen. Die Aufgaberate soll auf den Trennschnitt keinen nennenswerten Einfluss haben, aber die Trennschärfe verschlechtern, wenn sie zu hoch gewählt wird.

6.3.1.2 Vor- und Nachteile

Die Drehzahl des Sichtrades kann von 2.200 bis 20.000 min^{-1} , die Sichtluftmenge von 15 bis 53 Nm^3/h eingestellt werden. Der Trennschnitt für Kalkstein (mit Dichte 2,7 g/cm^3) kann damit 80 bis etwa 1,5 μm betragen. Dabei ist zu beachten, dass im feinsten Bereich bei der höchsten Drehzahl die Luftmenge reduziert werden muss, wodurch die Trennschärfe abnimmt. Je nach Stoffdichte und Rieselfähigkeit der Aufgabe ist ein Durchsatz von bis zu 5 kg/h möglich. Das Gerät kann leicht zerlegt werden, um alle Teile, die mit dem Sichtgut in Kontakt kommen, zu reinigen. Ein weiterer wichtiger Punkt ist die Verfügbarkeit der Fraktionen in Mengen, die weitere Untersuchungen mit dem Material ermöglichen. Darin unterscheidet er sich von vielen bekannten Analysemethoden zur Ermittlung der Korngrößenverteilung.

Eine Einschränkung bezüglich des Anspruches des 100 MZR auf Analysengenauigkeit betrifft die Sichter allgemein: da die Stoffdichte Einfluss auf die Kräfteverhältnisse hat, kann ein Sichter bei Vorliegen eines Gemisches mit unterschiedlichen Dichten genau genommen nicht klassieren, da dieser Begriff in der deutschsprachigen Aufbereitungsliteratur ausschließlich die Trennung nach der Korngröße bezeichnet. Ein hypothetischer trennscharfer Sichter bildet also

Fallgeschwindigkeitsklassen, die zur Beurteilung von Trennungen nach der Gleichfälligkeit bestens geeignet sind.

Ein weiteres allgemeines Problem sind Anlagerungen des zu sichtenden Materials. Im besten Fall bleiben der Sichtraum und das Sichtrad frei, was nur einen erhöhten Reinigungsaufwand zwischen einzelnen Sichtprozessen bedeutet. Wenn sich allerdings der Feststoff auch in diesen Bereichen absetzt, verändern sich die Strömungsverhältnisse. Dies verschlechtert u.U. nur die Trennschärfe, es kann aber bei unveränderten Einstellparametern auch den Trennschnitt verschieben. Durch die für kleine Partikel im Vergleich zur Schwerkraft relativ starken Haftkräfte sind Stäube für das Anbacken schon von Grund auf anfällig. Besonders stark betroffen sind alkalienreiche und hygroskopische Stäube sowie Materialien mit hydraulischen Eigenschaften, wie Zement oder $Mg(OH)_2$.

Eine überschlägige Berechnung ergibt in den Kanälen eine mittlere radiale Strömungsgeschwindigkeit von bis zu 30 m/s ($A = 3 \cdot 5 \text{ mm}^2$, 32 Kanäle, 50 m³/h). Für die gleichbleibende Sichtwirkung ist die Beständigkeit des Sichtrades von grundlegender Bedeutung. Da das Rad aus VA-Stahl besteht, sollte die Aufgabe auf den Apparat die Mohs-Härte 5 nicht überschreiten. Andernfalls würde durch Abrasion die Geometrie der Kanäle verändert; die Folgen sind im vorigen Absatz beschrieben.

Je nach Aufgabe kann die Balance zwischen notwendiger Dispergierung und ungewollter Zerkleinerung schwer zu finden sein. Die Drehzahlen des Sichtrades von bis zu 20.000 min⁻¹ bei den feinsten Trennschnitten entsprechen Umfangsgeschwindigkeiten von etwa 100 m/s. Werte dieser Größenordnung treten z.B. auch bei Hammerbrechern auf. Es ist nach verschiedenen Zerkleinerungstheorien allgemein akzeptiert, dass größere Teilchen eine höhere Anzahl von Fehlstellen in ihrer Struktur aufweisen als kleinere. Zusätzlich haben sie im Vergleich durch ihre größere Masse deutlich höhere Trägheitskräfte. Die gröberen Partikel werden also durch die Schlagwirkung der Dispergiererelemente eher zerkleinert als die kleinen. Dies kann bei Nichtbeachtung vor allem bei grober Aufgabe und feinem Trennschnitt zu stark verfälschten Ergebnissen führen.

Ein letzter Punkt betrifft die Verfügbarkeit des Feingutes für weitere Analysen, denn die Abscheideleistung des Zyklons für das Feinstkorn beginnt bei etwa 5 µm deutlich abzunehmen. Dieser Anteil wird erst im Filter aufgefangen und kann ohne besondere Maßnahmen nicht verwendet werden. Der wahre Massenanteil des Feingutes kann zwar aus Aufgabe und Grobgut jedes Klassierschrittes berechnet werden, aber bei chemischen Analysen wird die Zusammensetzung des Feingutes unter Umständen drastisch verzerrt.

6.3.1.3 Vergleich mit Produktionssichtern

Laut Hersteller soll der 100 MZR eine im Vergleich mit Produktionssichtern höhere Trennschärfe erreichen können: in Form der Kornstreuung κ ausgedrückt (auch bekannt als „Trennschärfegrad nach Eder“, das Verhältnis der Korngrößen mit den Teilungszahlen 25 und 75 %; früher wurde oft dessen Kehrwert angegeben) sollen für Trennschnitte über 3 μm Werte von 0,71 bis 0,74, für Trennschnitte unter 3 μm noch $\kappa = 0,59$ möglich sein. Für eine perfekte Trennung gilt $\kappa = 1$.

$$\kappa = \frac{k_{25}}{k_{75}} \quad (14)$$

κ	Kornstreuung
k_{25}	Korngröße mit Teilungszahl 25 %
k_{75}	Korngröße mit Teilungszahl 75 %

Folgende Anhaltswerte für κ werden von Stieß (1995) als Literaturwerte weitergegeben:

0,8 - 0,9	bei scharfen Analyseklassierungen
0,6 - 0,8	für scharfe technische Klassierungen
0,3 - 0,6	für übliche technische Klassierungen

Wie alle anderen Kennwerte zur Quantifizierung der Trennschärfe eines Klassier- oder Sortierprozesses (z.B. Écart de Terra, E_T , oder Imperfektion, Imp) beschreibt auch die Kornstreuung nur den Mittelteil der Teilungskurve, also den Bereich um die Trennschnittlage. Das Trennverhalten in den beiden auslaufenden Ästen müsste zur vollständigen Beschreibung extra erfasst werden. In Zahlen kann das unter anderem in Form der Fehlausträge, d.h. Ausbringen an Feinkorn im Grobgut und Ausbringen an Grobkorn im Feingut, angegeben werden.

Eine typische Eigenschaft der Teilungskurve von Sichtern und Zyklonen ist die Ausbildung eines „fish-hook“ im Feingutbereich: das Erreichen eines Minimums und das anschließende Wiederansteigen der Teilungskurve zu kleineren Korngrößen hin. Dieser Effekt ist bei den unten beschriebenen Fraktionierungen regelmäßig und stark aufgetreten, es ist aber noch nicht nachgewiesen, ob es sich dabei um unscharfe Klassierung oder gutabhängige Dispergierprobleme handelt.

Die Beurteilung der Trennschärfe von Sichtern ist ein sehr komplexes Thema, dem ganze Kapitel in Fachbüchern (z.B. Leschonski, 2002) und eine Vielzahl von Veröffentlichungen gewidmet sind. Viele der dabei allgemein bekannten Schwierigkeiten treten auch in dieser Untersuchung auf.

In der Fachliteratur sind konkrete Werte für die Trennschärfe von Produktionssichtern relativ schwer zu finden. Einige solche Quellen aus dem Zeitraum von 1976 bis 2011 sind in Tabelle 8 zusammengefasst, sie betreffen zwei Zick-Zack- sowie mehrere Fliehkraftsichter. Der 100 MZR liegt darin bei den Fliehkraftsichtern weit vorne, er wird nur vom CFS-HD 85 mit dem gesamten κ -Bereich

und vom Acucut teilweise übertroffen. Dieser Trennschärfevergleich darf allerdings nicht zu streng genommen werden, da aus den Veröffentlichungen oft nicht hervorgeht, für welches Aufgabegut und mit welchen Analysemethoden sie ermittelt wurden. Sie stellen oft nur einzelne experimentell erzielte Werte dar und können daher nicht unbedingt als die vom jeweiligen Gerät bestmöglich erreichbare Trennschärfe angesehen werden. Andererseits ist davon auszugehen, dass viele dieser Veröffentlichungen direkt oder indirekt von den Herstellern kommen und deshalb tendenziell gute Ergebnisse veröffentlicht werden.

Weiters macht es einen großen Unterschied, ob mit den tatsächlichen oder den „korrigierten“ Teilungskurven gearbeitet wird (Abbildung 30). Für die korrigierte Form wird eventueller Anteil von nicht klassierten groben Partikeln, die durch Kurzschlussströmungen direkt in das Feingut gelangen, ebenso herausgerechnet, wie der sogenannte „fish hook“ im Feinbereich. Bei letzterem wird der tiefste Punkt der Teilungskurve auf null reduziert und der gesamte zu kleineren Korngrößen hin wieder ansteigende Ast einfach auf null gesetzt. Diese beiden Schritte bringen die Teilungskurve in eine S-Form, die von der Teilungszahl 0 % bis 100 % reicht. Für die Modellierung von Klassierapparaten wird auch oft die „reduzierte“ Teilungskurve verwendet. Hier ist die x-Achse zusätzlich auf den Trennschnitt bezogen und damit dimensionslos. Die Teilungskurve ergibt in der korrigierten Form immer eine schärfere Trennung. Sie kann zwar gut durch mathematische Funktionen beschrieben werden, dem tatsächlichen Klassierergebnis wird sie jedoch nicht wirklich gerecht.

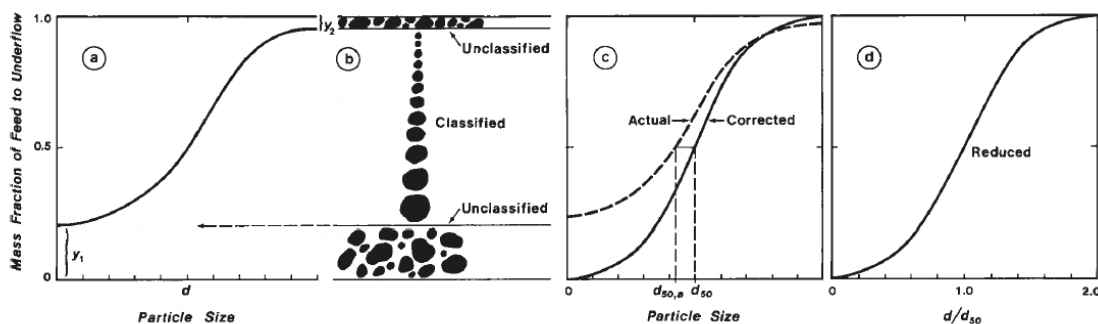


Figure 10.9. (a) Characteristic form of a sedimentation classifier performance curve. (b) Relationship of the performance curve to particle classification. (c) The corrected performance curve. (d) The reduced performance curve.

Abbildung 30: Tatsächliche, korrigierte und reduzierte Teilungskurve (Kelly und Spottiswood, 1985)

Tabelle 8: Literaturangaben zur Trennschärfe κ verschiedener Sichtermodelle

Quelle	Sichterbezeichnung	Bereich für κ			Anmerkung
Schwechten (2003)	Hybridsichter	0,75	-	0,8	ein Zick-Zack-Sichter
Schubert (1989)	Zick-Zack-Sichter	0,6	-	0,8	
Duhamel et al. (1996)	statische Sichter	0,25	-	0,35	
	dynamische Sichter 1. Generation	0,35	-	0,4	
	dyn. Sichter 2. Generation	0,4	-	0,5	
	dyn. Sichter 3. Generation	0,5	-	0,6	
	TSV	0,55	-	0,7	aus der 3. Generation
Wagner und Nowack (2011)	QDK 29-NZ	0,41	-	0,59	
Eswaraiah et al. (2008)	„rotating plate circulating air classifier“	0,43	-	0,46	aus der tatsächlichen Teilungskurve aus der korrigierten Teilungskurve
		0,59			
Pottier und Niel (2008)	TSV	0,4	-	0,6	vgl. oben (Duhamel)
Galk et al. (1999)	MikroCut	0,61			Trennschnitt 7,5 μm
Nied (1996)	CFS-HD 85	0,68	-	0,85 0,44	Trennschnitt $\geq 3 \mu\text{m}$ Trennschnitt 2 μm
Schubert (1989)	Streuwindsichter	0,33	-	0,67	
de Silva und Gühne (1976)	Acucut A 12	0,71	-	0,72	Laborausführung
	Acucut B 18	0,69	-	0,82	Pilotanlage
	Acucut C 24	0,6	-	0,82	Produktionsanlage
Lauer (1969)	100 MZR	0,71	-	0,74	Trennung $> 3 \mu\text{m}$
		0,59			Trennung $< 3 \mu\text{m}$

Als weitere Analysensichter sind in Schubert (1989) der Gonell-Sichter und der Bahco-Spiralwindsichter zu finden. Beim Gonell, dem ersten Analysensichter überhaupt, handelt es sich um einen Aufstromklassierer mit einem etwa 1 m hohen zylindrischen Sichtraum, er wurde bereits in den 1920er Jahren entwickelt. Der Bahco ist dagegen ein Fliehkraftsichter aus den 1960er Jahren.

Gegenüber dem Kanalradsichter hat der Gonell die Vorteile, dass durch leicht austauschbare Papierfilter das vollständige Feingut für Analysen zur Verfügung steht und dass durch die sanfte Bewegung im Aufgabebehälter keine Zerkleinerung zu erwarten ist. Aus diesem Grund ist aber auch die Dispergierung von stark agglomerierenden Proben schwierig. Durch die geringe Endfallgeschwindigkeit und das parabolische Geschwindigkeitsprofil beträgt die Analysendauer für saubere Fraktionierungen bei 10 μm etwa 5 h.

Zum Vergleich mit dem 100 MZR wurde eine Amphibolitprobe auf dem Gonell-Sichter in vier Klassen aufgegliedert. Die Teilungskurven basieren auf Analysen mit der Andreasen-Pipette und folgen in Abschnitt 6.3.5.

Die maximale Aufgabemenge pro Untersuchungsgang beträgt dem Analysenzweck entsprechend bei Gonell und Bahco nur 10 bzw 5 g. Damit sind sie zwar prinzipiell für Korngrößenanalysen geeignet, im Gegensatz zum 100 MZR aber nicht für eine weitergehende und mehrdimensionale Merkmalsklassenanalyse. Zu diesem Thema wird auch auf Lauer (1976) verwiesen, der nach einer allgemeinen Diskussion über Anforderungen an Laborwindsichter und die Schwierigkeiten bei deren Beurteilung die damals verfügbaren Geräte vergleicht.

6.3.2 Versuchsweise Fraktionierung von Calcit und AF40

Vorversuche wurden im Technikum von Hosokawa Alpine mit zwei Materialien durchgeführt – einem Calcit hoher Reinheit aus dem Werk Gummern, Österreich, und dem Elektrofilterstaub AF40 aus der Sinteranlage in Linz. Der Auftrag lautete, frisches Aufgabematerial bei jeweils vier Trennschnitten im feineren Bereich mit bestmöglicher Trennschärfe zu klassieren. Die vom Hersteller gewählten Drehzahlen waren 5.000, 8.000, 11.000 und 14.000 min^{-1} , was Trennschnitten von 23 bis 5 μm entsprechen sollte.

Die Korngrößenanalysen wurden mittels Lasergranulometrie durchgeführt, wobei der Calcit nur am Lehrstuhl für Aufbereitung und Veredlung auf dem Mastersizer 2000 (von Malvern) mit nasser Dispergierung, AF40 dagegen sowohl auf dem Mastersizer als auch bei Hosokawa auf dem Helos (von Sympatec) mit trockener Dispergierung gemessen wurde.

6.3.2.1 Calcit

Von dieser Versuchsserie, die vom Hosokawa-Personal alleine durchgeführt wurde, liegen die Originaldaten nicht vor. Die Massen wurden nach Erhalt der Produkte gewogen, aber der Filterverlust (Basis ist die Aufgabemasse) kann nur zu 14 % für die gesamte Serie angegeben werden und wird entsprechend der Produktmassen auf die Teilversuche aufgeteilt. In Übereinstimmung mit dem Masseausbringen aus den anderen Fraktionierungen am 100 MZR wird dieser Anteil dem Feingut zugerechnet. Die Versuchsserie ist in Tabelle 9 zusammengefasst.

Tabelle 9: Übersicht der Calcit-Trennungen

Versuch	Drehzahl min^{-1}	Sichtluft m^3/h	Grobgut %	Feingut, davon Filterverlust *)	
				%	%
1	14.000	41	84,4	15,6	14,1
2	11.000	44	78,5	21,5	14,1
3	8.000	47	73,0	27,0	14,1
4	5.000	50	66,8	33,2	14,1

*) geschätzt, da die Originaldaten nicht vorliegen

Die Korngrößenverteilungen aller Grobgut- und Feingutprodukte und der Aufgabe laut Mastersizer (Auswertung nach Mie) sind in Abbildung 31 dargestellt. Die Reihenfolge der Feingutprodukte ist klar ersichtlich, aber unter 2 μm laufen die Verteilungen für drei der Versuche zusammen. Nur der erste

hebt sich davon ab. Dafür ist keine schlüssige Erklärung vorhanden. Der Unterschied bei den Grobgut-Produkten ist ausgeprägt. Ihre Maximalkorngröße nimmt von Versuch 1 nach 4 kontinuierlich leicht zu, was auf eine von der Drehzahl abhängige unerwünschte Zerkleinerung der großen Partikel hindeutet. Problematisch ist die Korngrößenverteilung der Aufgabe, denn obwohl sie durchgehend feiner als jedes aus ihr gewonnene Grobgut sein müsste, schneidet sie drei dieser Kurven. Ihr Durchgang ist von 5, 23 und 80 μm aufwärts um bis zu etwa 15 %-Punkte niedriger als die Grobgute 1 bis 3. Nur Grobgut 4 wird im gesamten Messbereich gröber als die Aufgabe angegeben. Mögliche Ursachen sind die geringe Analysenprobemenge (wie in Abschnitt 4.1.1.2 beschrieben) und die Zerkleinerung grober Partikel im Siebter.

Bei den groben Verteilungen (Groggute 3 und 4, angedeutet bei 2) fällt ein Buckel zwischen etwa 1 und 10 μm auf. Nicht ersichtlich ist in dieser Abbildung, dass der Durchgang unterhalb etwa 0,35 μm aus Prinzip null ist. Beides kann als systematischer Fehler der Messmethode oder des Gerätes angesehen werden. Brauchbare Aussagen zum Bereich unter 10 μm sind damit kaum möglich.

Der erwähnte Buckel ist charakteristisch für falsch gewählte Parameter in der Auswertung von Messungen mittels Lasergranulometrie. Das Phänomen ist sowohl bei einigen Analysen mit dem Mastersizer (von Malvern) als auch bei Cilas (von Sympatec) und Helos (von Helos) zu beobachten. Eingehend untersucht wurde dieses Problem von Teipel (2003) an einem Mastersizer. Siehe dazu auch Abschnitt 4.1.1.2.

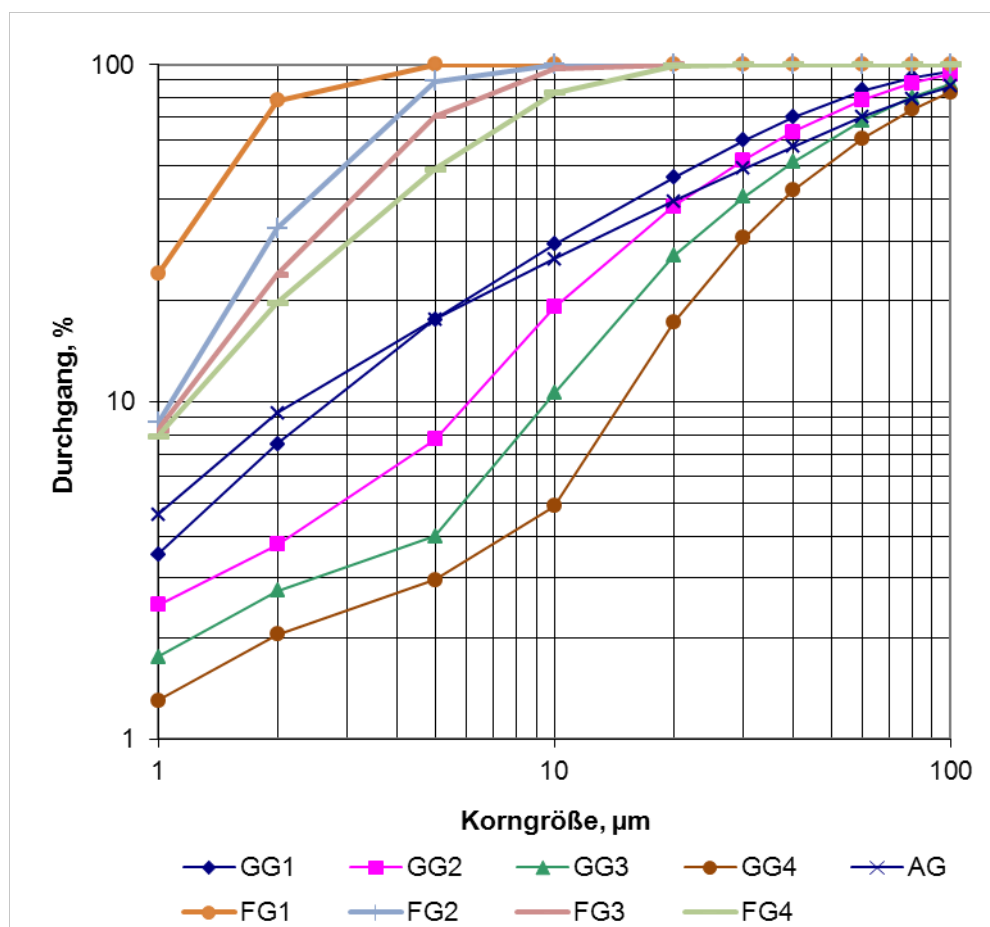


Abbildung 31: Korngrößenverteilungen zu den Calcit-Trennungen laut Mastersizer

Die Korngrößenverteilung der Aufgabe wurde auch mittels Siebanalyse bis zu 40 μm bestimmt. Abbildung 32 vergleicht den Durchgang der Aufgabe laut vier verschiedener Methoden:

- relativ steil extrapolierte Siebanalyse der Aufgabe, die bei 40 μm endet;
- Korngrößenverteilung der Aufgabe laut Mastersizer (Auswertung nach Mie);
- Ablesung der Trennkorngröße d_T aus der Kalksteinkurve des 100 MZR und Wägung der Produkte
- Trennschnitt nach Tromp (T_{50}) auf Basis der Mastersizer-Messungen (siehe unten) und Wägung der Produkte.

Mastersizer und Kalksteinkurve stimmen bis auf die gröbste Trennung sehr gut überein. Sie ergeben in diesem Bereich einen höheren Feinkornanteil als die extrapolierte Siebanalyse, was durch deren Steilheit plausibel ist. Der relativ große Abstand der T_{50} -Kurve ergibt sich daraus, dass die Kalksteinkurve nicht auf dem Trennschnitt nach Tromp, sondern auf der „analytischen Trenngrenze“ aufbaut. Siehe dazu Abschnitt 6.3.1.

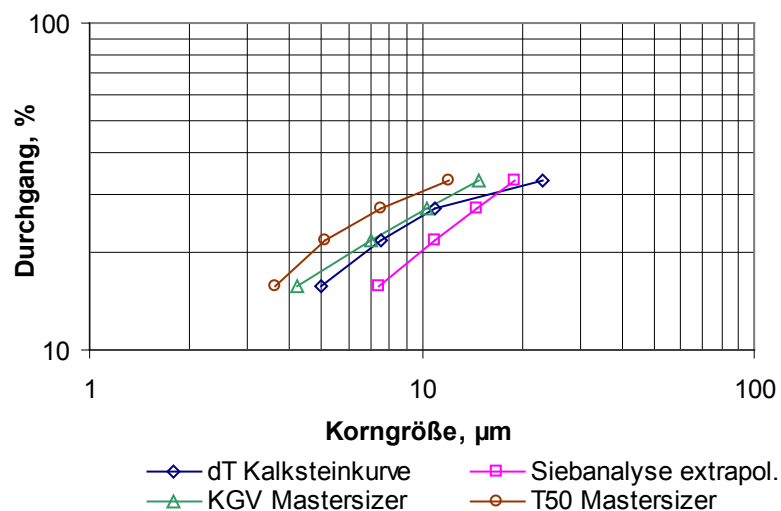


Abbildung 32: Korngrößenverteilung der Aufgabe zu den Calcit-Trennungen nach vier Messmethoden

Die Ermittlung der Teilungskurven ist in mehreren Punkten problematisch. Zum einen schneidet die Korngrößenverteilung der Aufgabe drei der Grobgutkurven. Das könnte bei einer Klassierung nur auftreten, wenn auch die Korngrößenverteilung des Feingutes im selben Punkt schneidet, da sonst die klassenweise Inhaltserhaltung verletzt wird. Um eine solche Überschneidung zu ergeben, müsste die Klassierung äußerst mangelhaft verlaufen, was aber bei diesen Versuchen ausgeschlossen werden kann. Zum anderen zeigt das Grobgut bei Trennung 4 und 3 ganz deutlich einen Buckel, der vom System fälschlicherweise gemessen wird. Auch beim Grobgut 2 ist er noch angedeutet.

Ein weiteres grundlegendes Problem ist die Tatsache, dass die Abscheideleistung des Zyklons beim 100 MZR unter etwa 5 μm drastisch abnimmt. Das Feinstgut wird erst im Staubsack abgeschieden und steht somit für Analysen nicht zur Verfügung. Bei den im Rahmen der Dissertation durchgeführten Sichtversuchen betrug der Verlust durch das Feinstkorn bei einzelnen Trennungen mehrere Male über 20 % der Aufgabe, beim Calcit war er für vier Trennungen insgesamt bei 14 %.

Die Durchgangswerte für das vollständige Sichterfeingut müssten somit aus der Aufgabe und dem Grobgut rückgerechnet werden, diese sind aber wegen der geringen für den Mastersizer notwendigen Masse nur schwer repräsentativ zu beproben. Zusammen mit der unbeabsichtigten Zerkleinerungswirkung bei hohen Drehzahlen führt das dazu, dass die Ergebnisse für das Feinstgut oft unplausibel oder auch unmögliche Werte annehmen würden. Ein Beispiel zeigt Abbildung 33 mit den rückgerechneten Korngrößenverteilungen der vier Calcit-Feinstgute, wonach alle ein k_{\max} von etwa 300 μm hätten, und bei Trennung 1 im Bereich von 20 bis 60 μm der Durchgang negative Werte annehmen müsste.

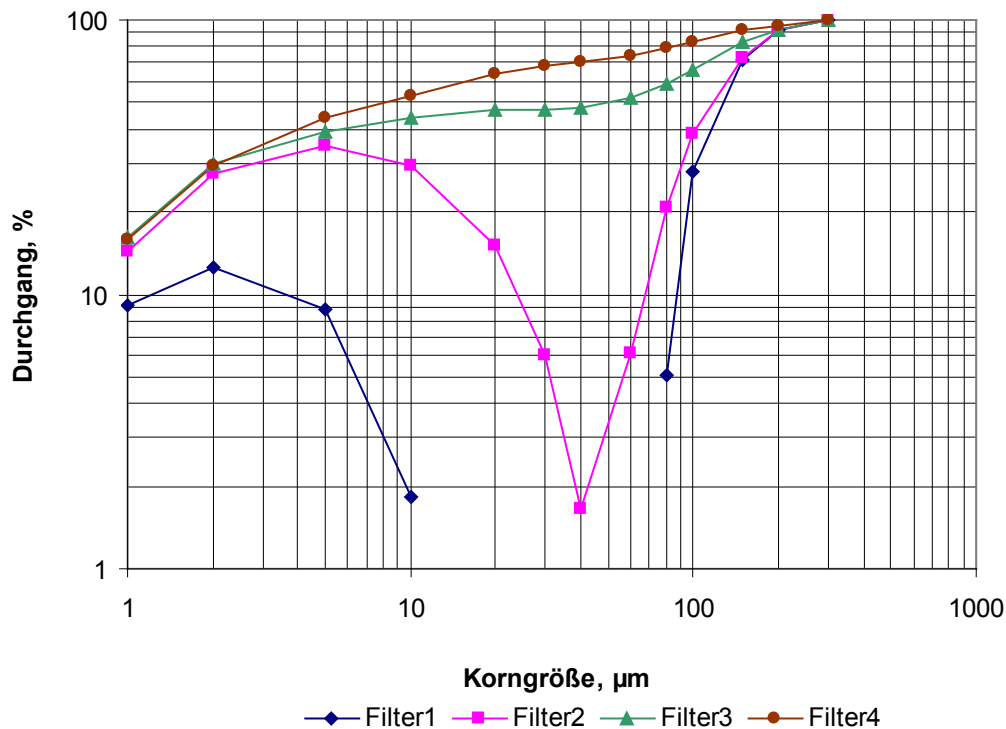


Abbildung 33: Rückgerechnete Korngrößenverteilung der Filterverluste bei den Calcit-Trennungen am 100 MZR. Die Lücke bei Filter 1 entsteht durch die negativen Werte der Durchgangskurve

Die Teilungskurven ergeben also je nach Berechnungsgrundlage stark unterschiedliche Ergebnisse. In Abbildung 34 sind einander zum Vergleich drei Varianten gegenübergestellt, wobei die Teilungszahlen über der Klassenmitte aufgetragen sind:

- Links wurde das Feinstgut im Filter vernachlässigt und die Teilungszahlen aus den Analysen von Grob- und Feingut berechnet.
- Die Berechnung in der Mitte basiert auf der Analyse von Aufgabe und Grobgut. Das Feinstgut geht also indirekt mit den Korngrößenverteilungen aus Abbildung 33 in die Rechnung ein.
- Für die Teilungskurven rechts wurde für das Feinstgut eine plausible gleichbleibende Korngrößenverteilung unter 5 μm angenommen und entsprechend dem Anteil des Filterverlustes mit eingerechnet.

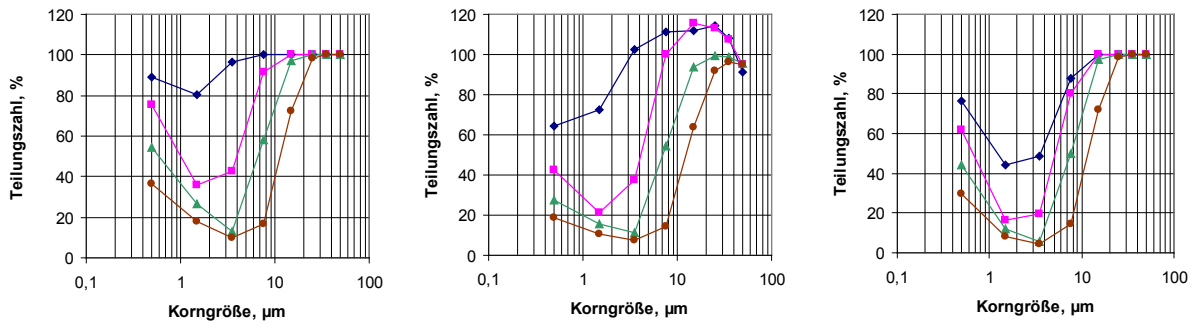


Abbildung 34: Drei Varianten der Teilungskurven für die Calcit-Trennungen

Die dritte Variante wird als die der Realität am nächsten kommende angesehen und ist in Abbildung 35 noch einmal groß dargestellt. Der bei logarithmischer x-Achse annähernd parallele Verlauf der Kurven zeigt, dass die Trennschärfe in Form der Kornstreuung κ einigermaßen konstant bei etwa 0,53 liegt. Ginge man bei Trennung 3 strikt nach dem Geradenzug, so hätte sie durch die unglückliche Lage der Klassengrenze $\kappa = 0,43$. Realistisch ist in diesem Fall aber ein zu Trennungen 2 und 4 paralleler Verlauf.

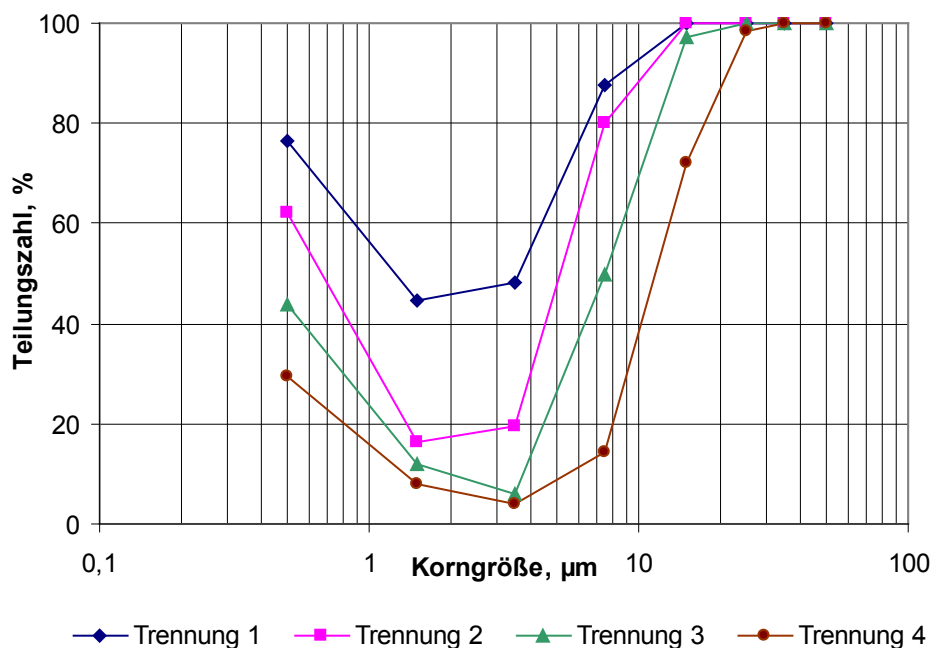


Abbildung 35: Teilungskurven des 100 MZR für die Calcit-Trennungen in der plausibelsten Variante

Diese für Analysenzwecke unannehmbar schlechte Trennschärfe muss allerdings sehr differenziert betrachtet werden, denn die Korngröße mit Teilungszahl 25 % liegt bei allen vier Trennungen unter 10 μm und damit bei den konkreten Messungen im nicht vertrauenswürdigen Bereich der Korngrößenverteilungen. Ähnlich steht es mit den extrem hohen Teilungszahlen unter 1 μm , denn der Durchgang im Grobgut ist im Vergleich mit dem Feingut deutlich überbewertet. Außerdem ist nicht auszuschließen, dass festere Agglomerate und feine, an größeren Partikeln haftende Teilchen erst bei der Korngrößenanalyse durch den Einsatz von Isopropanol dispergiert wurden und der Sichter tatsächlich schärfer getrennt hat, als die Teilungskurven angeben.

Diese Schwächen der Lasergranulometrie können durch den Wechsel zu Sedimentationsmethoden ausgeschaltet werden, aber die Agglomerat- und die Zerkleinerungsproblematik bleiben bestehen.

6.3.2.2 AF40

Die Vorversuche mit *AF40* (Tabelle 10) wurden bei denselben Einstellungen gefahren wie mit *Calcit*. Als Aufgabe diente die Fraktion $< 100 \mu\text{m}$, die auf einer Allgaier Taumelsiebmaschine abgetrennt wurde. Durch das breite Dichtespektrum in dieser Staubsorte muss mit einem abweichenden Trennschnitt gerechnet werden und mit schlechterer Trennschärfe, wenn die Produkte ausschließlich auf die Korngröße hin analysiert werden. Der beträchtliche Verlust im Filter steigt generell mit der Sichterzahl und ist ein Hinweis auf das Ausmaß von Dispergierung oder auch Zerkleinerung.

Tabelle 10: Übersicht der AF40-Trennungen

Versuch	Drehzahl min^{-1}	Sichtluft m^3/h	Grobgut %	Feingut, davon Filterverlust	
				%	%
1	14.000	41	79,0	21,0	16,5
2	11.000	44	61,5	38,5	22,5
3	8.000	47	50,3	49,7	16,8
4	5.000	50	44,8	55,2	9,9

Die Aufgabe und Produkte dieser Serie wurden auf zwei verschiedenen Systemen der Lasergranulometrie gemessen: am Lehrstuhl auf dem Mastersizer 2000 mit Dispergierung in Isopropanol, bei Hosokawa auf dem Helos mit trockener Dispergierung. Da der Staub sowohl Phasen unterschiedlicher Brechungsindizes als auch opake Partikel enthält, kann für eine Auswertung nach Mie kein „richtiger“ Brechungsindex verwendet werden. Deshalb wurde auf dem Mastersizer nach Fraunhofer ausgewertet. Für Helos ist die Methode nicht bekannt, vermutet wird Fraunhofer. In allen vier Trennungen ist das Ergebnis von Helos deutlich feiner als das aus dem Mastersizer, wie Abbildung 36 an zwei Beispielen zeigt. Dies widerspricht den Erwartungen, wonach die Dispergierung in Isopropylalkohol deutlich besser sein sollte, als beim trockenen System. Bei $1 \mu\text{m}$ weichen die Durchgangswerte bis zum Faktor 5 voneinander ab.

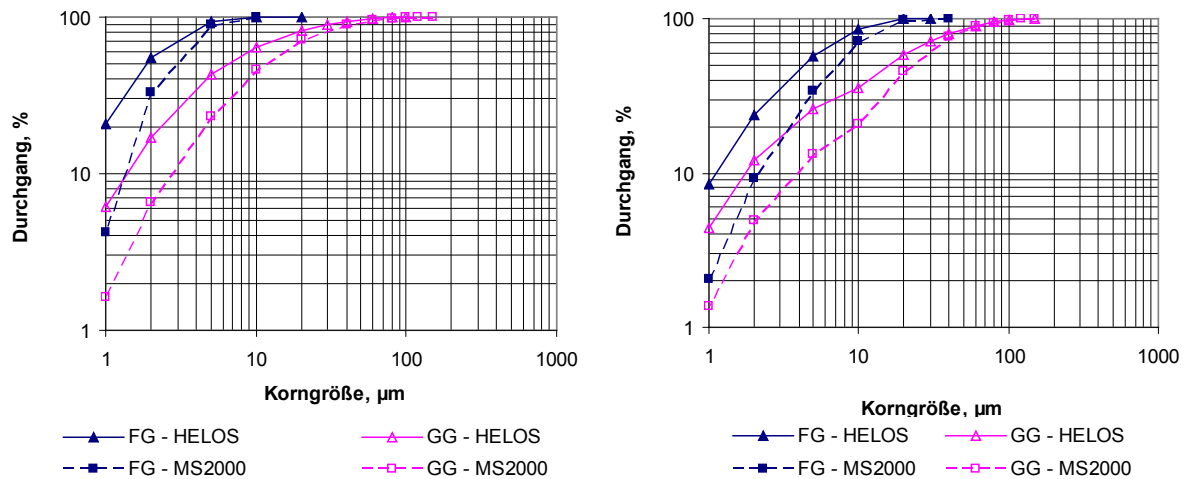


Abbildung 36: Vergleich von Korngrößenverteilungen aus zwei verschiedenen Lasergranulometern. Material ist AF40; links Trennung 1, rechts Trennung 3

Zusätzlich zu u.U. unwichtig erscheinenden Details in der Probenvorbereitung und der Messprozedur fließen in die Auswertung der Laserbeugung viele Modellannahmen ein, die von den Geräteherstellern nicht offengelegt werden. Daher können die Widersprüche zwischen den beiden Systemen nicht schlüssig erklärt werden. Sie demonstrieren aber eindrücklich, dass Korngrößenverteilungen aus verschiedenen Messsystemen nicht vergleichbar sind, auch wenn dies von Anwenderseite regelmäßig gefordert wird.

Die allgemeinen Anmerkungen zum Mastersizer aus den Calcit-Trennungen treffen auch hier zu, wobei auch Helos (von Sympatec) im Grobgut aus Trennung 3 und 4 den bekannten Buckel ausgibt. Die gesamten Korngrößenverteilungen laut Mastersizer zeigt Abbildung 37. Die Feingutkurven laufen im gesamten Bereich gut getrennt, sind aber stets steiler als die Aufgabe. Das kann sowohl vom Feinstgutverlust im Zyklon als auch vom Messprinzip verursacht sein. Dass sich die drei gröberen Grobgutkurven bei $2\ \mu\text{m}$ treffen und die aus Trennung 1 bei $1\ \mu\text{m}$ dazu stößt, ist mit hoher Wahrscheinlichkeit wieder nur eine Auswirkung des Buckels.

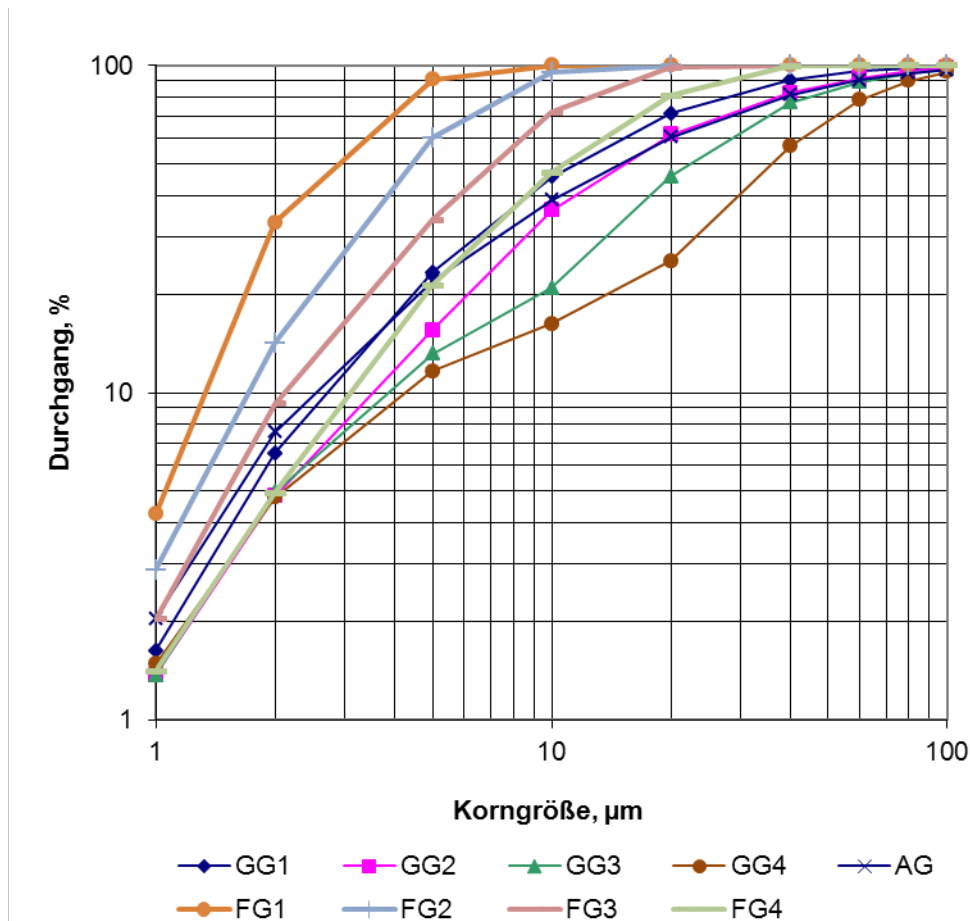


Abbildung 37: Die Korngrößenverteilungen der AF40-Trennungen laut Mastersizer

Bei dieser Aufgabe schwankt der Anteil des Filterverlustes zwischen 9,9 und 22,5 %, wobei die höheren Werte generell bei höheren Drehzahlen auftreten. Der Grund ist wahrscheinlich die verschieden starke Zerlegung der Agglomerate, die für diesen Staubtyp charakteristisch sind. Die aus Aufgabe, Grob- und Feingut berechnete Korngrößenverteilung des Filterverlustes ergibt wieder teilweise unmögliche Werte. Die Ergebnisse aus den Mastersizer-Kurven sind in Abbildung 38 ausgewiesen.

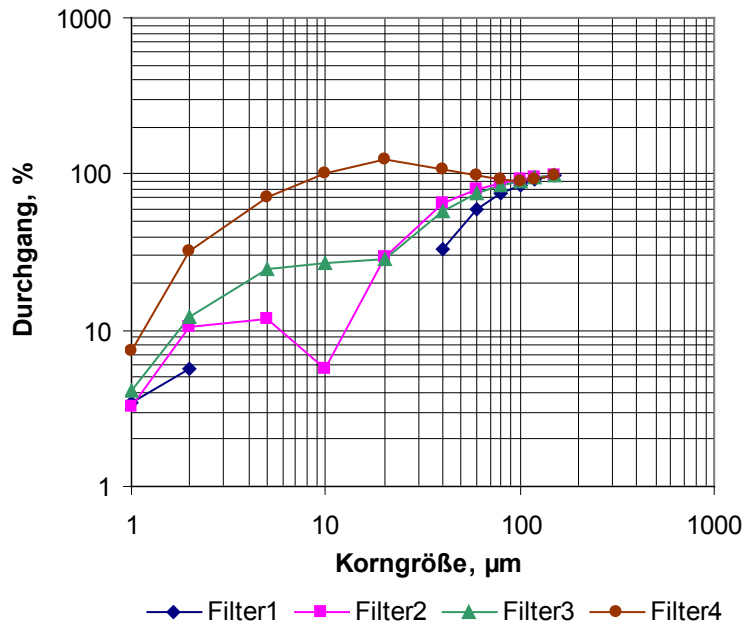


Abbildung 38: Berechnete Korngrößenverteilung der Filterverluste in den AF40-Trennungen. Die Lücke bei Filter 1 entsteht durch die laut Rechnung negativen Durchgangswerte.

Die Teilungskurven sind unter Annahme einer gleichbleibenden Korngrößenverteilung des Filterverlustes für die beiden Messsysteme in Abbildung 39 dargestellt. Obwohl die Teilungszahlen der einzelnen Klassen beim Mastersizer bis auf zwei Werte deutlich niedriger sind, sind die Trennschnitte nach Tromp sehr ähnlich. Die Kornstreuung κ ist laut Mastersizer wieder ziemlich konstant bei 0,45. Nach Helos kann sie entweder gar nicht oder nicht sinnvoll angegeben werden. Die im Vergleich zur Calcit-Serie deutlich schlechtere Trennschärfe gründet vermutlich auch im breiten Dichtespektrum der Aufgabe.

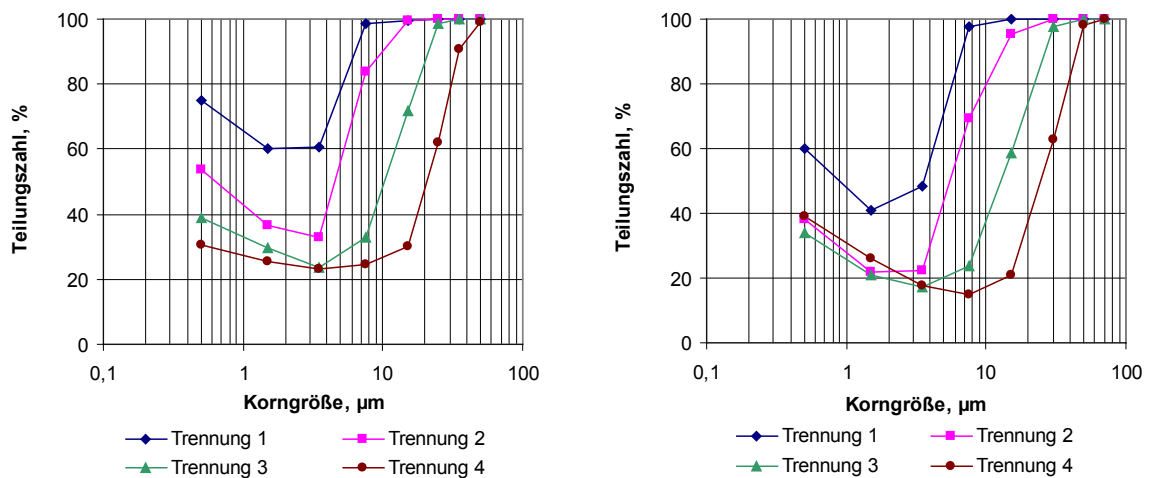


Abbildung 39: Teilungskurven des 100 MZR für die AF40-Trennungen. Links nach Helos, rechts nach Mastersizer

Die Interpretation der Fraktionierungen als Korngrößenanalyse zeigt Abbildung 40. Es fällt auf, dass die Korngrößenverteilungen der beiden Lasergranulometer im GGS-Netz einigermaßen linearisieren und parallel sind, dabei aber auf der Korngrößenachse etwa um den Faktor 2,5 versetzt sind. Die drei Kurven, die auf den Produktmassen aufbauen, sind dagegen deutlich gekrümmt und liegen zwischen dem Mastersizer und Helos. Die Ergebnisse auf Basis des Trennschnitts nach Tromp fallen für beide Lasersysteme bei 10 μm und darüber mit der Kalksteinkurve zusammen, darunter sind sie deutlich feiner.

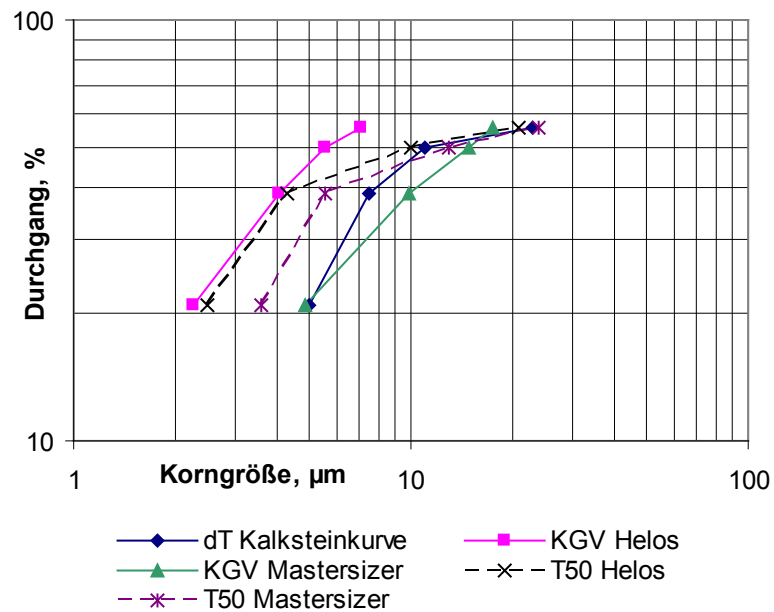


Abbildung 40: Korngrößenverteilung der Aufgabe zu den AF40-Trennungen nach fünf Messmethoden

6.3.3 Versuchsweise Fraktionierung von Kalkstein und Zement

Im Rahmen der Bachelorarbeit Weiss (2012) am Lehrstuhl für Aufbereitung und Veredlung wurden am 100 MZR u.a. ebenfalls sehr reiner Calcit (er wird aber zur Unterscheidung und wegen des Titels der Arbeit im Weiteren „Kalkstein“ genannt) und ein Portlandzement fraktioniert. Der für beide Proben identische Untersuchungsgang war wie folgt:

Die Sichtraddrehzahlen waren 3.000 bis 6.000 min⁻¹, die Sichtluftmenge wurde gemäß Bedienungsanleitung eingestellt. Laut Kalksteinkurve entspricht dies einer „analytischen Trenngrenze“ zwischen 63 und 17 µm, womit sich diese Untersuchung mit den Vorversuchen bei Hosokawa leicht überschneidet. Es wurde jeweils frische Aufgabe in ein Grob- und ein Feingut getrennt. Die Korngrößenverteilungen der Aufgabe und aller Produkte wurden mit dem Mastersizer bei nasser Dispergierung gemessen. Die Auswertung der Beugungsmuster erfolgte in beiden Fällen nach Mie.

Die Korngrößenverteilung des Feingutes wurde um den Filterverlust berichtigt. Da dieser ein Größtkorn von etwa 5 µm aufweist, wurde die Durchgangskurve des Feingutes bei einer etwas höheren Korngröße abgebrochen – als Grenze wurde hier 8,6 µm gewählt – und der Filterverlust zur Gänze der Klasse unter dieser Grenze zugeschlagen. Da die Aussagekraft des Lasergranulometers in diesem Bereich ohnehin sehr beschränkt ist, gehen dadurch keine nennenswerten Informationen verloren.

Die Korngrößenverteilung der Aufgabe wurde jeweils aus dem Grob- und dem berichtigten Feingut rückgerechnet. Den Vergleich der gemessenen und berechneten Kurven zeigen die entsprechenden folgenden Abschnitte. Die Teilungszahlen, Trennschnitte und Trennschärfen in Form der Kornstreuung wurden jeweils aus Grobgut und rückgerechneter Aufgabe berechnet.

6.3.3.1 Kalkstein

Wie bei *AF40* ist der Filterverlust drehzahlabhängig, dabei aber deutlich geringer. Dies geht aus Tabelle 11 hervor, wo der Filterverlust auf die Aufgabe bezogen und in das Feingut eingerechnet worden ist.

Tabelle 11: Übersicht der Kalkstein-Trennungen

Drehzahl min ⁻¹	Sichtluft m ³ /h	Grobgut %	Feingut, davon Filterverlust % %
3.000	52	56,1	43,9 0,6
4.000	51	67,6	32,4 2,5
5.000	50	75,7	24,3 2,5
6.000	49	81,0	19,0 3,8

Die berechneten Korngrößenverteilungen der Aufgabe stimmen im Mittelteil mit einer Ausnahme recht gut überein. Eine Kurve weicht im Feinen, eine im Groben ab. Jene bei 5.000 min⁻¹ dagegen liegt im gesamten Verlauf deutlich darunter. Die am Mastersizer gemessene Aufgabe (nach Mie) liegt im Vergleich dazu im Feinen etwas höher, im Groben dagegen niedriger. Zur Berechnung der Teilungszahlen wäre sie nicht geeignet, sie zeigt aber, dass die Messungen der Produkte prinzipiell brauchbar sind. Die Durchgangskurven sind in Abbildung 41 dargestellt.

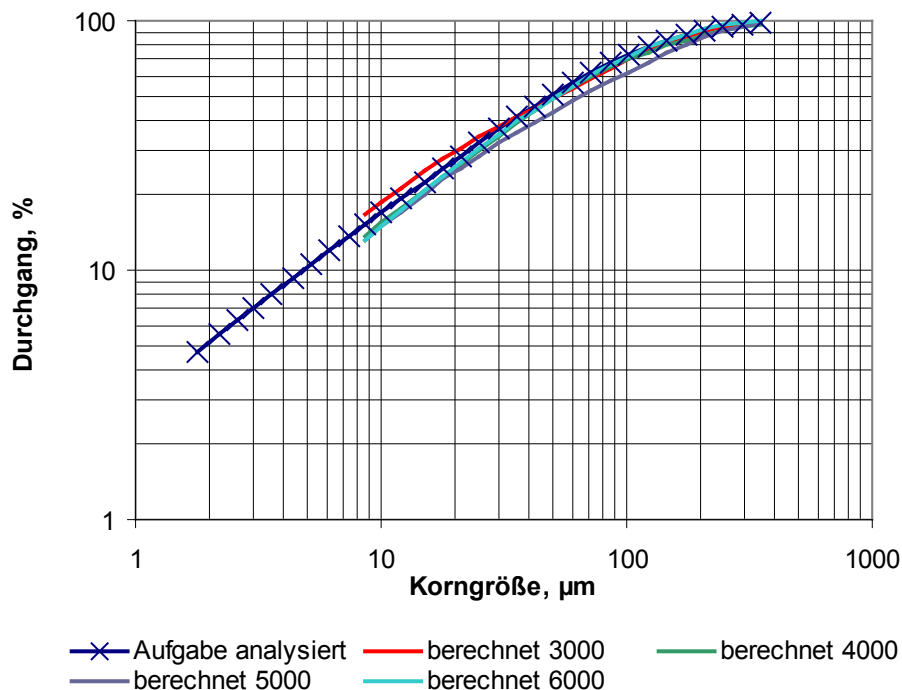


Abbildung 41: Analyzierte und berechnete Korngrößenverteilungen der Kalkstein-Aufgabe (nach Weiss, 2012)

Die Teilungskurven (Abbildung 42) sind bei logarithmischer Korngrößenachse durchgehend parallel und erreichen in ihrem Minimum die Teilungszahl 0 %. Die zugehörigen Trennschnitte und Kornstreuungen gibt Tabelle 12 wieder. Die Trennschärfe entspricht ziemlich genau den Werten aus dem Vorversuch mit Calcit.

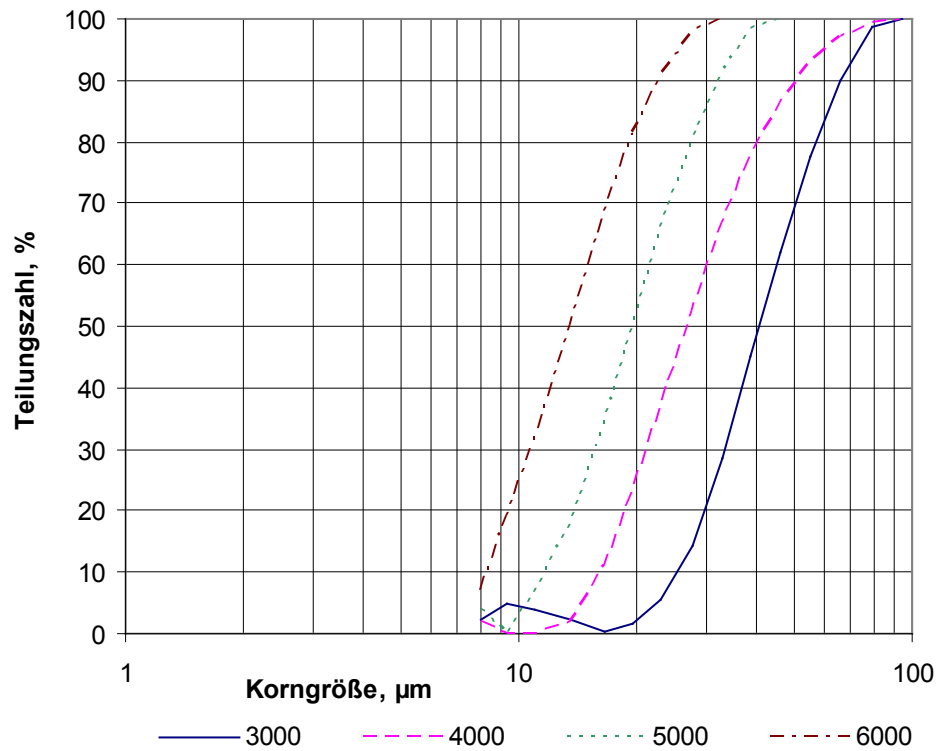


Abbildung 42: Teilungskurven der Kalkstein-Trennungen (nach Weiss, 2012)

Tabelle 12: Kennwerte der Kalkstein-Trennungen

Drehzahl min ⁻¹	d _T Kalksteinkurve µm	T ₅₀ µm	Kornstreuung κ
3.000	63	41	0,59
4.000	33	27	0,54
5.000	22	19	0,57
6.000	17	13	0,56

Abbildung 43 zeigt die Korngrößenverteilung der Kalksteinaufgabe aus der Fraktionierung mit dem 100 MZR. Im Vergleich mit der am Mastersizer gemessenen Aufgabe ergibt die Kombination von Kalksteinkurve und Grobgutmenge eine dazu parallele, aber gröbere Aufgabe: die Versetzung auf der Korngrößenachse ist etwa der Faktor 1,5. Wird fälschlicherweise statt d_T der Trennschnitt nach Tromp verwendet, so fällt das Ergebnis beinahe mit der Mastersizer-Kurve zusammen.

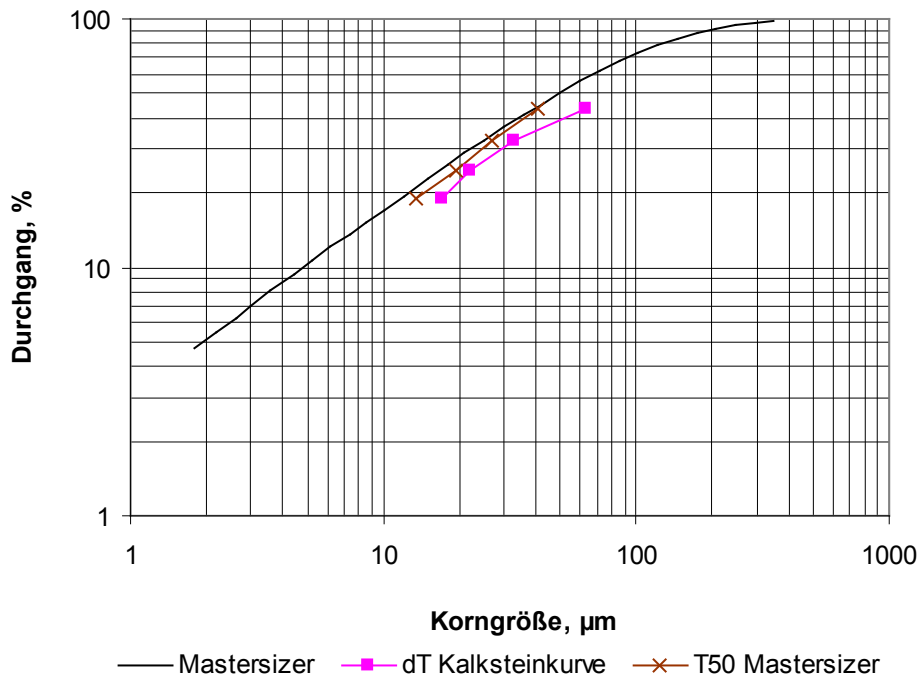


Abbildung 43: Korngrößenverteilung der Aufgabe zu den Kalkstein-Trennungen nach drei Messmethoden

6.3.3.2 Zement

Obwohl der Zement deutlich feiner ist als die Kalksteinprobe, war der Filterverlust mit maximal 5,3 % nur unwesentlich höher. Er scheint prinzipiell drehzahlabhängig zu sein, das ist aber von starken Schwankungen überprägt (Tabelle 13). Wie oben ist der Filterverlust im Feingut enthalten.

Tabelle 13: Übersicht der Zement-Trennungen

Drehzahl min^{-1}	Sichtluft m^3/h	Grobgut %	Feingut, davon Filterverlust %	Filterverlust %
3.000	52	40,6	59,4	4,0
4.000	51	55,6	44,4	3,5
5.000	50	65,2	34,8	5,3
6.000	49	71,8	28,2	4,8

Drei rückgerechnete Aufgaben stimmen exzellent überein, jene bei 3.000 min^{-1} weicht unter $40 \mu\text{m}$ davon ab. Laut Mastersizer ist der Durchgang der Aufgabe durchwegs um etwa 5 %-Punkte höher. Es gelten die entsprechenden Aussagen zum Kalkstein auch hier.

Die Teilungskurven in Abbildung 44 sind wieder durchgehend parallel, wobei die Kornstreuung noch gleichmäßiger ist. Die d_T der Zementkurve wurden nach Gleichung (12) näherungsweise aus der Kalksteinkurve berechnet. Durch die höhere Dichte des Zements von $3,17 \text{ g/cm}^3$ sind die Trennschnitte, die aus den Analysen der Sichterprodukte am Mastersizer berechnet wurden, niedriger als beim Kalkstein mit $2,73 \text{ g/cm}^3$. Siehe Tabelle 14.

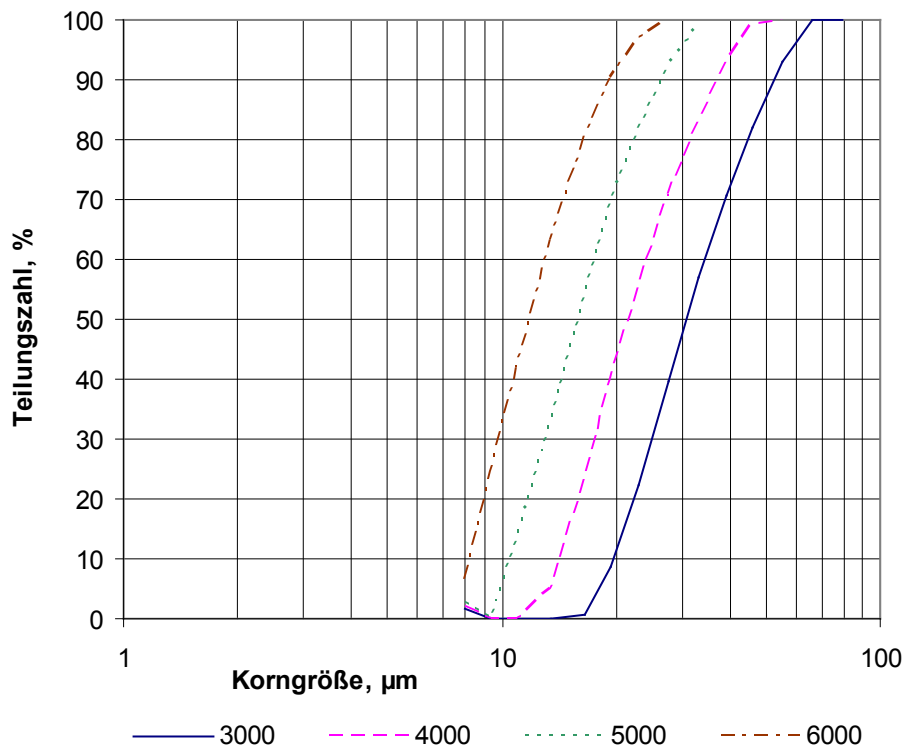


Abbildung 44: Teilungskurven der Zement-Trennungen (nach Weiss, 2012)

Tabelle 14: Kennwerte der Zement-Trennungen

Drehzahl min^{-1}	d_T Kalksteinkurve μm	d_T Zementkurve μm	T_{50} μm	Kornstreuung κ -
3.000	63	59	31	0,57
4.000	33	31	22	0,57
5.000	22	20	16	0,59
6.000	17	16	12	0,60

Bei den Korngrößenverteilungen der Aufgabe in Abbildung 45 ist zusätzlich das Ergebnis bei Verwendung der Zementkurve dargestellt. Die Trenngrenze d_T verringert sich gegenüber der Kalksteinkurve um den Faktor 0,928. Dieser Unterschied ist im Vergleich zur Abweichung des Laborsichter-Ergebnisses vom Mastersizer absolut irrelevant. Diese Kurven sind auch beim Zement parallel zum Mastersizer, aber um den Faktor 2 in Richtung größerer Korngröße verschoben. Die falsche Verwendung der Trennschnittlage statt d_T würde abermals zu einer verbesserten Übereinstimmung mit dem Mastersizer führen.

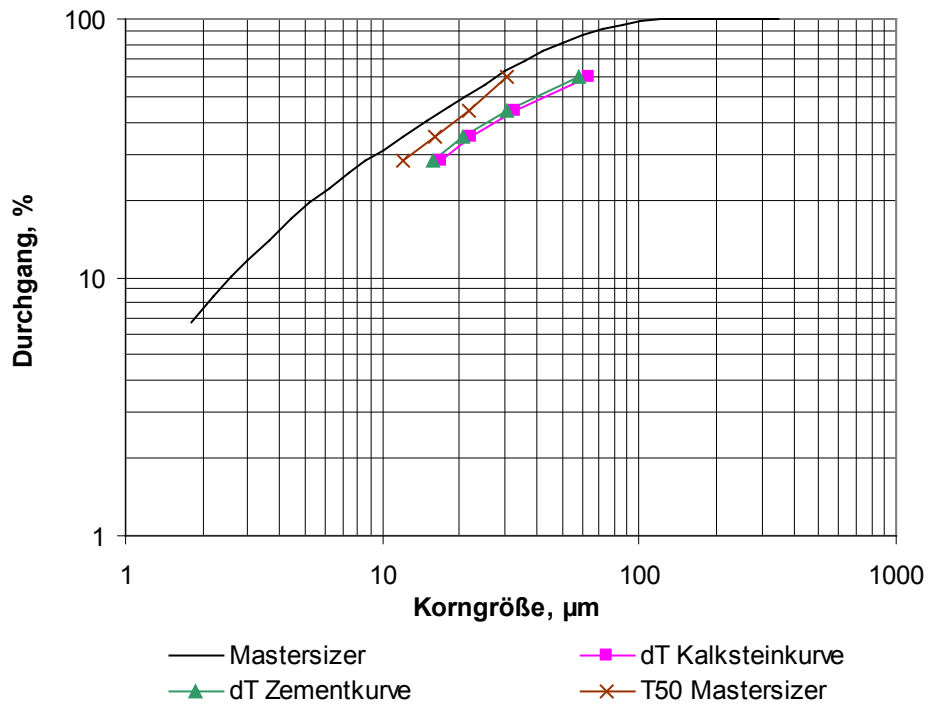


Abbildung 45: Korngrößenverteilung der Aufgabe zu den Zement-Trennungen nach vier Messmethoden

6.3.4 Fraktionierung der Staubproben

Dieser Abschnitt behandelt nur die Korngrößenverteilungen und Teilungskurven, die sich aus den Fraktionierungen zur Probencharakterisierung ergeben. Die chemischen Analysen und Henry-Reinhardt-Schaubilder folgen in Abschnitt 6.4.

Die Eingangsproben wurden bei 100 oder 500 μm abgesiebt, um zu starke Zerkleinerung beim Sichten zu vermeiden. Der Rückstand der Vorabsiebung wurde nicht gesichtet und in den Auswertungen nicht berücksichtigt. Bei den Einstellungen für 7 und 25 μm laut Kalksteinkurve (11.500 min^{-1} und $44 \text{ m}^3/\text{h}$ bzw. 4.570 min^{-1} und $50 \text{ m}^3/\text{h}$) wurde erst das Feingut ausgesichtet und im zweiten Schritt das Mittel- vom Grobgut getrennt. In Tabelle 15 sind die Masseausbringen zusammengefasst.

Tabelle 15: Masseausbringen am Laborsichter von sieben Staubsorten

Probe	Vorabsiebung, μm	Masseausbringen, %			
		GG	MG	FG, davon Filterverlust	
AF30	< 500	39,6	15,7	44,7	15,0
AF40	< 100	38,0	20,3	41,7	21,5
EF	< 500	63,9	16,3	19,8	6,4
HO A	-	57,7	21,8	20,5	5,8
HO 8m	< 100	52,3	27,9	19,7	5,0
GH	< 500	21,2	42,5	36,3	5,1
GSt	< 500	83,7	13,9	2,4	1,8

Alle Produkte und die meisten Aufgaben wurden bei voestalpine mittels Lasergranulometrie (CILAS von Sympatec, Dispergierung in Isopropanol) analysiert. Abbildung 46 demonstriert anhand der abstrusen Ergebnisse, dass die Berechnung der Korngrößenverteilung des Feinstgutes nicht möglich ist. Da von den relativ groben Aufgaben nur Einzelmessungen vorliegen, weisen sie mit hoher Wahrscheinlichkeit starke Abweichungen von der wahren Verteilung auf. Aber selbst bei Vielfachmessungen bliebe der kaum quantifizierbare Zerkleinerungseffekt bei hohen Sichter Drehzahlen bestehen. Im Vergleich mit den rückgerechneten Aufgabeverteilungen sind die Analysen der Aufgaben teilweise gröber, teilweise feiner und teilweise auch beides.

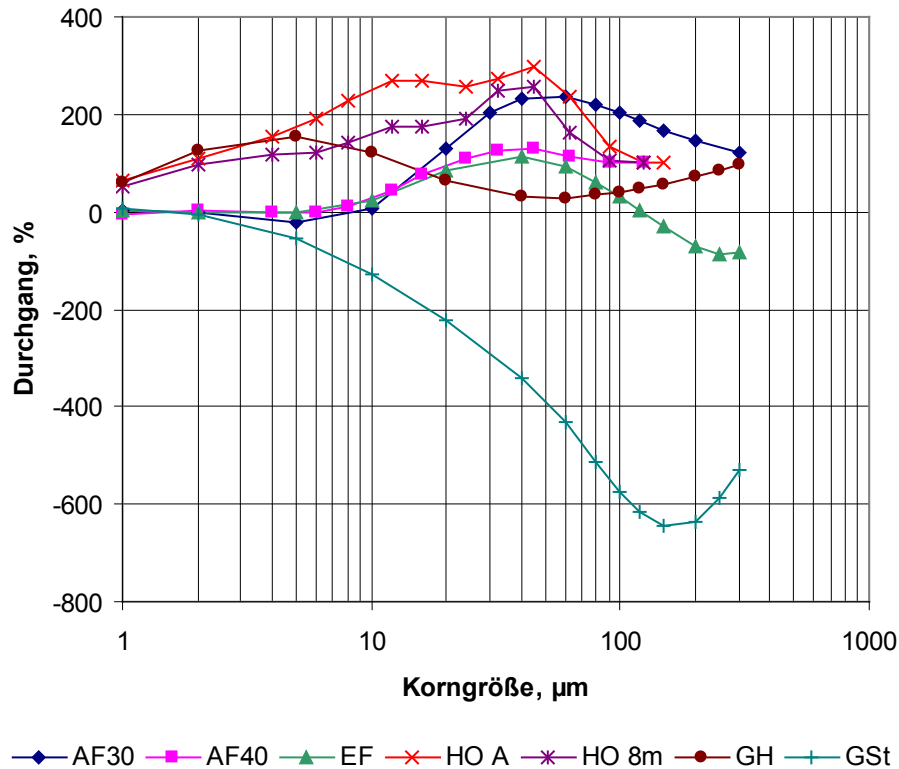


Abbildung 46: Abstruse Ergebnisse der berechneten Korngrößenverteilungen der Filterverluste

Wegen der nicht zugänglichen Feinstgutverluste im Filter wurden die Teilungskurven wieder in zwei Variationen berechnet: erstens unter Vernachlässigung der Verluste, zweitens mit massemäßigem Zuschlag zum Feingut, ohne für die Filterverluste eine besondere Verteilung anzunehmen. Je nach der Korngrößenverteilung des Feingutes und der Höhe des Filterverlustes unterscheiden sich die beiden Varianten mehr oder weniger stark.

Das Ergebnis wird beispielhaft in Abbildung 47 für *EF* und Abbildung 48 für *GSt* dargestellt. Die grobe Teilungskurve „GG“ beschreibt die Trennung des Grobgutes von Mittel- und Feingut, die feine Kurve „FG“ die des Feingutes von Mittel- und Grobgut. „Ohne“ ignoriert die Filterverluste, „mit“ rechnet sie ein. Während die ermittelten Teilungskurven für *EF* plausibel aussehen, müssen sie für *GSt* verworfen werden. In diesem Fall verstärken die niedrigen Inhalte in den feinen Klassen der Aufgabe (denn *GSt* fällt als Grobgut einer Fallgeschwindigkeitsklassierung an) die systematischen Fehler der Lasergranulometrie. Die weiteren Staubsorten liefern vergleichbare Ergebnisse, sie sind dem Anhang zu entnehmen. Die Aussagen zu den bereits besprochenen Fraktionierungen werden bestätigt.

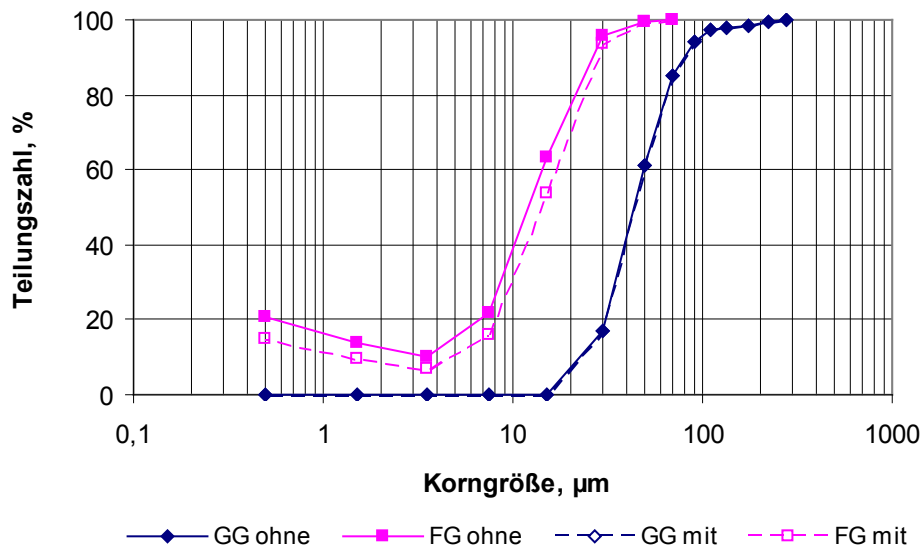


Abbildung 47: Teilungskurven der Fraktionierung von EF am 100 MZR

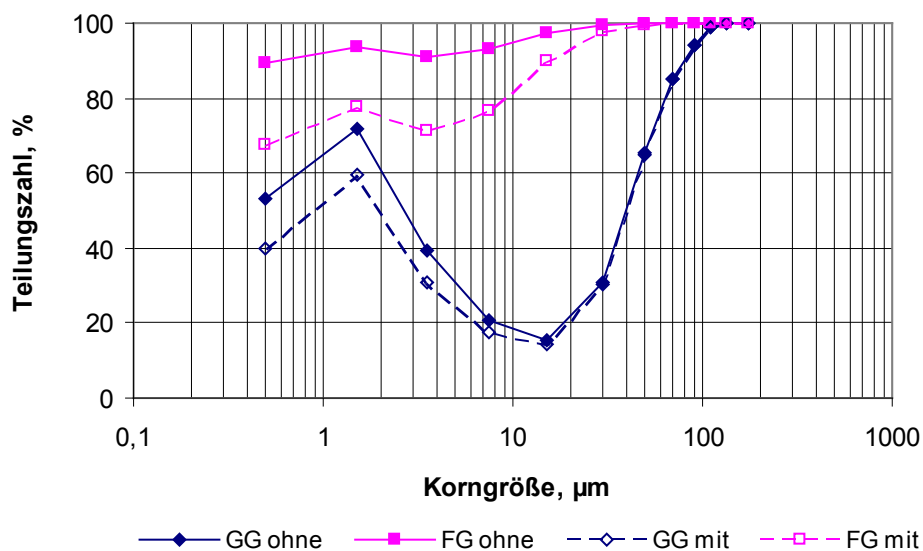


Abbildung 48: Teilungskurven der Fraktionierung von GSt am 100 MZR

Weiters wurden die Korngrößenverteilungen verwendet, um nach Lagrange unter der Nebenbedingung $\sum r_m = 1$ die Massenanteile der Produkte zu errechnen. Zur Theorie des Fehlerausgleichs siehe Abschnitt 4.3.

Von sieben Proben stimmt das Ergebnis des Ausgleichs mit den ausgewogenen Werten nur bei *EF* und *HO 8m* gut überein. Beim Großteil sind die Abweichungen hoch und einmal liefert der Ausgleich auch ein negatives Masseausbringen (Tabelle 16). Damit ist die Lasergranulometrie auch bei diesen Fraktionierungen für die Trennschärfebeurteilung ungeeignet.

Für die großen Widersprüche kommen hauptsächlich sechs Ursachen in Frage:

- durch unerwünschte Zerkleinerung passt die analysierte Aufgabe nicht mehr zu den Sichterprodukten
- nasse Analyse dispergiert besser als der Sichter
- fehlerhafte Analysenprobenahme
- Laserergebnis liefert keine Absolutwerte
- Lasergranulometrie kann die Messung nur für Ein-Stoff-Systeme korrekt auswerten – falsche optische Daten führen zu Artefakten im Ergebnis (siehe Teipel (2003) und Abschnitt 4.1.1.2)
- Fehlen der Filterverluste in der Korngrößenverteilung des Feingutes

Tabelle 16: Masseausbringen beim 100 MZR – Wägung vs. Lagrange-Ausgleich der Lasergranulometrie

	Grobgut		Mittelgut		Feingut		Summe Fehler ²
	Wägung	Lagrange	Wägung	Lagrange	Wägung	Lagrange	
AF30	46,6	7,4	18,5	89,5	34,9	3,1	7590,0
AF40	48,3	37,5	25,9	57,5	25,8	5,0	1547,2
EF	68,3	71,5	17,5	16,0	14,3	12,5	15,5
HO A	61,3	48,6	23,1	31,3	15,6	20,2	248,6
HO 8m	55,1	52,7	29,4	27,8	15,5	19,5	24,4
GH	22,4	28,6	44,8	30,7	32,9	40,7	296,5
GSt	85,3	101,3	14,1	0,1	0,6	-1,4	457,2

6.3.5 Beurteilung des Apparates

Während die Ergebnisse für Calcit, AF40, Kalkstein und Zement bei Betrachtung jeder Serie für sich in Bezug auf Trennschnitte und Trennschärfe schlüssig sind, kommt es beim Vergleich untereinander zu einigen Widersprüchen.

Abbildung 49 zeigt die Teilungskurven für Calcit und Kalkstein bei 5.000 min^{-1} . Obwohl es sich um Material aus derselben Lagerstätte handelt, unterscheidet sich die Trennschnittlage um den Faktor 1,5. Die grobgutbezogenen Teilungskurven erreichen bei den Kalksteintrennungen durchwegs 0 % – ausgenommen die 6.000er Einstellung, deren Minimum erst im nicht aufgelösten Bereich unter $8 \mu\text{m}$ liegt. Beim Calcit erreichen die Teilungszahlen bei Hinzurechnen eines Filterverlustes $< 10 \mu\text{m}$ bestenfalls 4 % bei der Trennung mit 5.000 min^{-1} . Dieses Minimum liegt bei $3,5 \mu\text{m}$, während es für Kalkstein mit 5.000 min^{-1} bei $9 \mu\text{m}$ auftritt.

Die formale Ursache für das Erreichen der Teilungszahl 0 % ist, dass die Kalksteingrobgute laut Mastersizer einen Bereich konstanten niedrigen Durchgangswertes haben. Da die Gehalte dieses Fehlkorns im Grobgut Null sind, muss seine grobgutbezogene Teilungszahl zwangsweise ebenfalls null sein. Feinere Partikel sind nach Mastersizer wieder enthalten, die Teilungskurve nimmt dort wieder Werte größer als Null an.

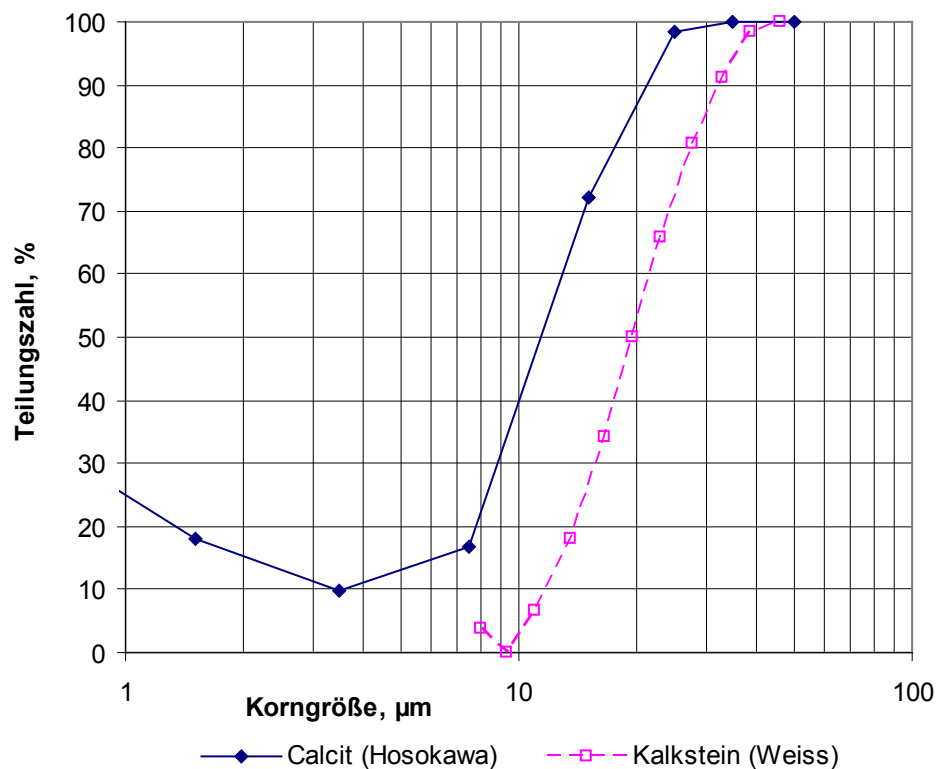


Abbildung 49: Teilungskurve des 100 MZR für "Calcit" und "Kalkstein" bei 5.000 min⁻¹

Tabelle 17 vergleicht die Trennschnitte der Serien Kalkstein und Zement. Nach dem Konzept der Gleichfälligkeit sollten sie bei sonst gleichen Einstellungen und unterschiedlicher Dichte in einem festen Verhältnis stehen, nämlich der Wurzel aus dem Verhältnis der Dichten – in diesem Fall 0,928 bzw. 1,078. Dies trifft hier aber in zweierlei Hinsicht nicht zu: der tatsächliche Wert streut, und zwar von 1,128 bis 1,332, was einer Kombination des Kalksteins (2,73 g/cm³) mit Materialien der Dichte 3,47 bis 4,84 g/cm³ entspräche.

Tabelle 17: Trennschnittverhältnis und Dichtefaktor für Kalkstein- und Zement-Trennung

Drehzahl min ⁻¹	T ₅₀ , µm		Verhältnis
	Kalkstein	Zement	
3.000	41	31	1,332
4.000	27	22	1,232
5.000	19	16	1,222
6.000	13	12	1,128
			Umrechnungsfaktor
Dichte	2,73	3,165	1,078

Die Trennschärfe ist innerhalb der einzelnen Serien sehr konstant und bis auf *AF40* durchaus vergleichbar: κ ist 0,53 bis 0,59 für Calcit, Kalkstein und Zement, für *AF40* etwa 0,45. Bei diesem Staub kommt bereits das Dichtespektrum in der Aufgabe zum Tragen, denn die Fraktionierung folgt eigentlich der Gleichfälligkeit, die Analyse mittels Laserbeugung liefert aber eine Volumenverteilung. Die ermittelten Werte sind alle deutlich schlechter als die Herstellerangaben und so für die Durchführung von Korngrößenanalysen inakzeptabel. Allerdings muss beachtet werden, dass die Kalksteinkurve von Hosokawa auf Sedimentations-Analysen und Mikro-Präzisionssieben beruht und deren Ergebnisse durch die unterschiedlichen Korngrößendefinitionen mit denen der Laserbeugung eigentlich nicht vergleichbar sind.

Die hohen Teilungszahlen für Calcit und *AF40* im Bereich unter 10 μm sind irrelevant, da die zugrunde liegenden Korngrößenverteilungen in diesem Bereich nicht aussagekräftig sind. Bei *AF40* sind sie zum Teil wahrscheinlich auch eine Folge der problematischen Guteigenschaften. Der Staub neigt durch seine hohen Alkaliengehalte stark zur Agglomeration, die vom Sichtrad nicht vollständig aufgelöst werden kann. Bei der Messung in Isopropylalkohol dagegen wird er sehr gut dispergiert, Grob- und Mittelgut können nachträglich relativ große Mengen an Feinstkorn freisetzen und damit verschlechtert sich zu Unrecht die grobgutbezogene Teilungskurve im Feinen.

Auffällig ist weiters, dass die Korngrößenverteilung der Aufgabe für Calcit (Abbildung 32, Seite 72) unter Verwendung der Kalksteinkurve in der vorgesehenen Art bis 10 μm sehr gut mit der Analyse mittels Laserbeugung übereinstimmt. Darüber flacht sie stark ab und liegt deutlich unter der Korngrößenverteilung des Mastersizers. Für *AF40* (Abbildung 40, Seite 79) ist die Durchgangskurve der Aufgabe laut Kalksteinkurve noch stärker gekrümmt und schneidet die Korngrößenverteilung laut Mastersizer zweimal. Der Unterschied dieser beiden Kurven beträgt im ausgewerteten Bereich bis zu 10 %-Punkte. Das Ergebnis bei unrichtiger Verwendung der Trennschnittlage (basierend auf der Korngrößenverteilung laut Lasergranulometrie) liegt in beiden Fällen bei etwas kleineren Korngrößen.

Für Kalkstein (Abbildung 43, Seite 83) und Zement (Abbildung 45, Seite 85) dagegen ist das Ergebnis aus der Kalksteinkurve ausgesprochen parallel zur Korngrößenverteilung laut Mastersizer, allerdings um den Faktor 1,5 bzw. 2 in Richtung größerer Korngröße verschoben. Im Gegensatz zu Calcit und *AF40* wäre in diesen Fällen das Ergebnis bei der unrichtigen Verwendung der Trennschnittlage deutlich näher an der Mastersizer-Kurve.

Da bei der Erstellung der Kalksteinkurve die Fehlausträge stillschweigend mit Eingang fanden, kann ihre Verwendung zur Korngrößenanalyse bei steilem Verlauf der Durchgangskurve stark verfälschte Ergebnisse liefern. Daher muss die Kalksteinkurve in solchen Fällen für einigermaßen vertrauenswürdige Aussagen durch eine selbst erstellte Kalibrierkurve ersetzt werden, wobei die Korngrößenverteilung des Materials, das zur Ermittlung der Ersatzkurve verwendet wird, den zu messenden Proben möglichst ähnlich sein sollte.

Aus dem Vergleich dieser vier Serien lässt sich die angepriesene hohe Trennschärfe des 100 MZR und damit die Bezeichnung als „Analysensichter“ nicht bestätigen. Allerdings beruhen alle Teilungskurven auf Analysen mittels Laserbeugung, die bei Auswertung nach Fraunhofer etwa unter 10 µm keine glaubwürdigen Ergebnisse mehr liefert und deren Messprinzip und Korngrößendefinition von Siebanalyse oder Andreasen-Pipette grundlegend verschieden ist. Die allgemein bekannte Tatsache, dass Analysen aus verschiedenen Systemen der Lasergranulometrie stark abweichende Ergebnisse liefern – Bowen (2002) spricht von Unterschieden bis zu 20 % – wurde bestätigt.

Die Serie *AF40* demonstriert die Schwierigkeiten, die beim Versuch einer Merkmalsklassenanalyse von Stäuben nach dem Merkmal „Korngröße“ auftreten können.

Zum Vergleich mit dem 100 MZR wurde auf dem Gonell-Sichter eine Amphibolitprobe < 100 µm in vier Klassen fraktioniert. Die einzige Einstellmöglichkeit bei diesem Apparat ist die Sichtluftmenge, die entsprechend der Betriebsanleitung für die Trennung bei 10, 20 und 30 µm zu 120, 470 und 1.100 l/h gewählt wurde. Bei diesem Apparat ist die Trennkorngröße über den Durchmesser einer gleichfälligen Kugel definiert und die Sichtung soll in Anlehnung an eine Siebanalyse so lange fortgesetzt werden, bis die Masseänderung des Rückstandes nur mehr 0,5 bis 1 % der Einwaage beträgt (Gonell, 1929). Die Korngrößenverteilungen der Produkte wurden nach Andreasen analysiert und daraus die Aufgabe berechnet. Diese Aufgabe stimmt bei 30 und 20 µm mit der Gonell-Analyse exzellent zusammen. Eine wichtige Grundlage dafür ist, dass beide Verfahren mit der Endfallgeschwindigkeit arbeiten. Bei 10 µm ist der Rückstand laut Gonell ein paar Prozentpunkte zu hoch, da die Sichtdauer für diesen Schnitt zu kurz war.

Die Teilungskurven des Gonell-Sichters beschreiben jeweils die Zwei-Produkten-Trennung der Aufgabe bei der entsprechenden Sichtluftmenge. Die Teilungszahlen wurden über der Klassenmitte aufgetragen. Die Kurven wurden nicht geglättet, da die Datenpunkte für eine brauchbare Verstetigung zu wenig dicht liegen. Bei Verbindung der einzelnen Punkte durch Geradenstücke liegen die Trennschnitte bei 7,5, 17 und 30 µm, κ beträgt dabei 0,43 bis 0,77. Wie Abbildung 50 zeigt, kann für die feinste Trennung realistischerweise ein k_{25} von 6 µm angenommen werden, was deren κ auf 0,56 verbessern würde. Die tatsächliche Sichtdauer von 1,5 h war für diesen Trennschnitt viel zu knapp bemessen, denn sie sollte für eine scharfe Klassierung bei dieser Feinheit etwa 5 h betragen. Lauer (1976) gibt für dieses Gerät als feinstmögliche Trenngrenze 6-7 µm an. Mit einer kolportierten Trennschärfe von $\kappa = 0,91$ soll es schon beinahe an Siebanalysen herankommen.

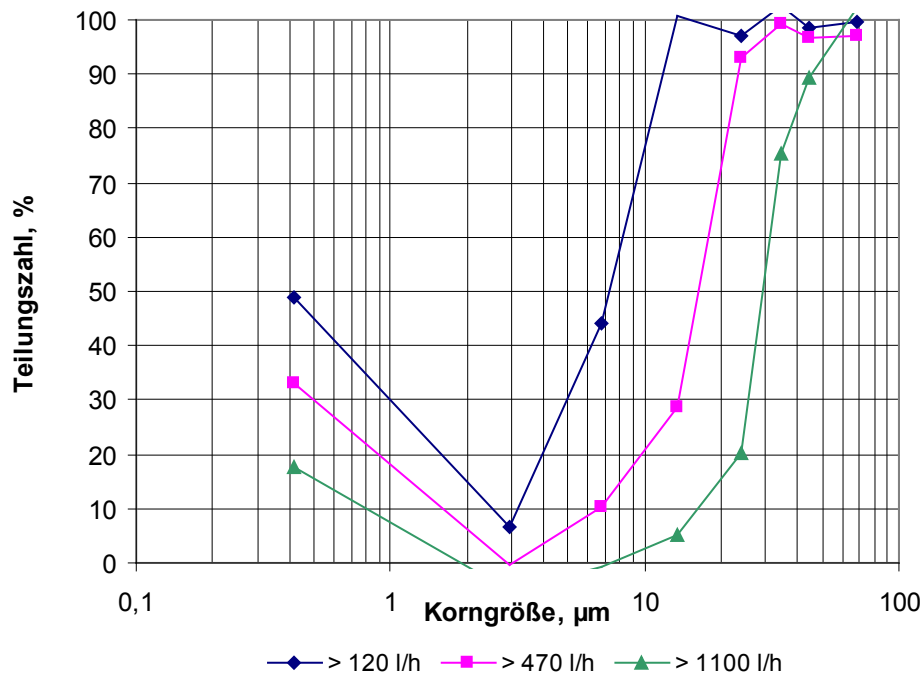


Abbildung 50: Teilungskurven des Gonell-Sichters

Die schwankenden Werte der Teilungskurven über 10 bzw. 20 µm sind durch Unregelmäßigkeiten in den Korngrößenverteilungen verursacht: die Durchgangskurve der zweitgrößten Gonell-Klasse bildet zwischen 30 und 100 µm einen leichten Buckel und reicht bei 50 µm bis 116 %.

Der steile Anstieg der Teilungskurven unter 3 µm ist nicht mit dem vom Hydrozyklon her bekannten „fish hook“ zu verwechseln, denn hier sind sowohl die angeblich negativen Teilungszahlen bei 3 und 5 µm als auch der Anstieg die Folge von einem Fehler in der Durchgangskurve der größten Gonell-Klasse: D steigt von 0,8 % bei 9,4 µm wieder auf 1,3 % bei 1,7 µm an.

Das Ausmaß der Abweichung von κ zwischen Literaturangaben und den experimentell ermittelten Werten ist bei Gonell und 100 MZR durchaus vergleichbar. Das kann als schwacher Hinweis gesehen werden, dass der Kanalradsichter tatsächlich trennschärfer arbeitet als einige der Produktionssichter, vor allem im Vergleich mit Apparaten aus den früheren Generationen. Allerdings muss angenommen werden, dass Sichter aktueller Bauarten mit dieser Trennschärfe durchaus mithalten können.

Eine praktische Anwendung für einen analysenscharfen Laborsichter wäre die Überprüfung von Betriebsaggregaten durch Fraktionieren des Grobgutes. Dieses Szenario wurde unter folgenden vereinfachenden Annahmen gerechnet:

- Die hypothetische Aufgabe ist GGS-verteilt: $k_{\max} = 200 \mu\text{m}$, $n = 0,7$
- Für die Teilungskurven wird die Verteilungsfunktion der Normalverteilung verwendet. Da ihre S-Form einer realen Teilungskurve sehr ähnlich sieht, ist dieser Ansatz weit verbreitet. Für den „unscharfen“ Sichter ist $\sigma = 10$, beim „scharfen“ ist $\sigma = 3$. Diese Werte sind vom jeweiligen Trennschnitt unabhängig. Damit sind die Teilungskurven bei linear geteilter Korngrößen-Achse parallel verschoben, bei logarithmischer Teilung dagegen im Feinen flacher, im Groben steiler. Wie die Versuchsergebnisse oben zeigen, haben die experimentell ermittelten Teilungskurven des 100 MZR aber eher eine konstante Kornstreuung κ und sind damit bei der logarithmischen Teilung parallel.
- Die Sichter im Modell weisen alle keinen „fish-hook“ auf.
- Agglomerate und unerwünschte Zerkleinerung im Sichter treten nicht auf.

Im Szenario wird die Aufgabe auf dem ersten Sichter beim Trennschnitt $40 \mu\text{m}$ klassiert. Die mit der entsprechenden Teilungskurve berechnete Korngrößenverteilung des Grobgutes (des „Produktes“) ist die Aufgabe für den zweiten Apparat. Bei diesem wird mittels seiner Schar von Teilungskurven das Masseausbringen an Feingut für 15 Trennschnitte im Bereich von 10 bis $100 \mu\text{m}$ ermittelt. Die Ergebnisse dieser Fraktionierungen stellen das „Analysergebnis“ des zweiten Sichters für die Korngrößenverteilung des „Produktes“ dar. Im Fall einer analysenscharfen Klassierung des zweiten Sichters wären die Teilungskurven Sprungfunktionen und die Masseausbringen des Feingutes (die „Analysenwerte“) identisch mit dem Durchgangswert ihrer Aufgabe. Je schlechter die Trennschärfe des zur Analyse eingesetzten Apparates, desto größer ist die Abweichung des „Analysenwertes“.

Abbildung 51 zeigt die Gegenüberstellung des berechneten Durchgangswertes des „Produktes“ bei einer bestimmten Korngröße auf der Abszisse und dem „Analysergebnis“ bei derselben Korngröße als Trennschnitt auf der Ordinate. Bei jeglicher analysenscharfer Fraktionierung eines Körnerkollektivs beliebiger Korngrößenverteilung liegen alle Punkte genau auf der Diagonalen. Je weniger die Analysenschärfe gegeben ist, umso weiter ist der Punkt davon entfernt. Die Rechnung wurde für alle Trennschnitteinstellungen durchgeführt. Dieser Berechnungsgang erfolgte zuerst für die Reihenfolge unscharf-scharf, anschließend für scharf-unscharf.

Die Abbildung zeigt einen Ausschnitt aus dieser Gegenüberstellung. Bei der Folge „unscharf-scharf“ ist der „Fehler“ der Analyse durchgehend zu vernachlässigen. Bei der umgekehrten Reihenfolge der Sichter (scharf-unscharf) dagegen sinkt der Fehler erst von etwa 8 % Durchgang aufwärts unter 1 %-Punkt ab. Betragsmäßig erreicht die Abweichung in dieser Variante ihr Maximum von 2,5 %-Punkten bei etwa 1 % Durchgang. Relativ zum tatsächlichen Durchgang steigt sie mit sinkendem Durchgangswert stetig an, aber Fraktionierungen in einem so niedrigen Bereich des Durchganges können nicht als praxisrelevant angesehen werden.

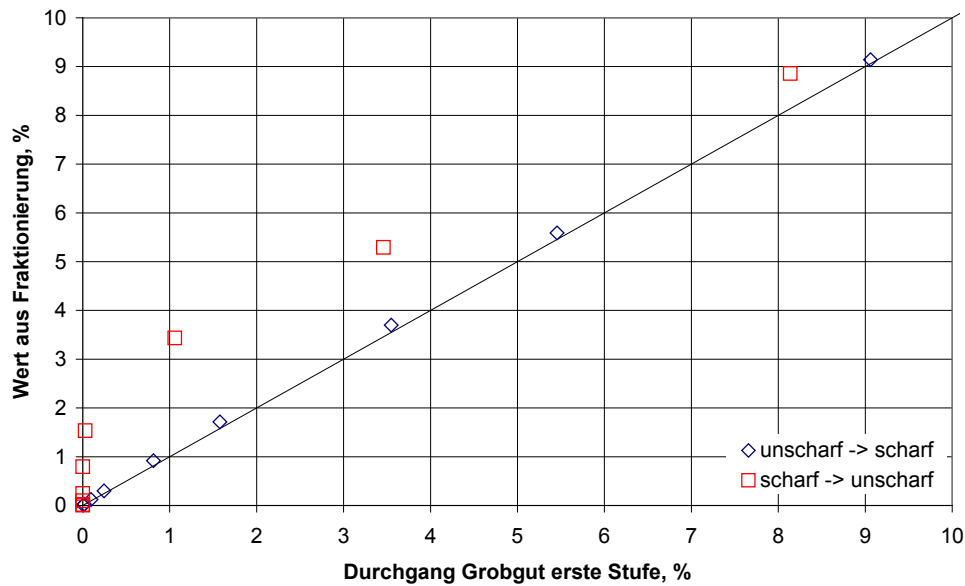


Abbildung 51: Ergebnis der Modellrechnung zur Trennschärfenbewertung eines Sichters durch einen weiteren Sichter

Bei der Fraktionierung eines Grobgutes wird durch den mehr oder weniger flachen Verlauf der Teilungskurve immer eine gewisse Menge von Partikeln größer als die Trennschnittlage in das Feingut ausgebracht, was das „Analysergebnis“ zu höheren Durchgangswerten verschiebt. Es werden im Gegenzug zwar auch zu feine Partikel in das Grobgut des analysierenden Sichters kommen, dieser Fehlastrag fällt aber durch den geringen Anteil der feinen Korngrößenklassen im Grobgut des ersten Sichters weniger hoch aus. Damit weist die Fraktionierung einer steilen Korngrößenverteilung in Summe immer einen zu hohen Durchgang aus. Dies ist auch in der Variante „unscharf/scharf“ in sehr geringem Ausmaß der Fall und in der Gegenüberstellung eindeutig zu erkennen.

Im Gegensatz dazu ist das Feingutausbringen aus der GGS-Verteilung bei einem Trennschnitt von 40 µm sowohl für den scharfen wie für den unscharfen Sichter fast identisch mit dem Durchgangswert der Aufgabe bei 40 µm (D_{40}), da die Dichtefunktion einer GGS-Verteilung mit steigender Korngröße nur langsam absinkt – bei den gewählten Parametern ($n = 0,7$ und $k_{\max} = 200 \mu\text{m}$) von 0,034 auf 0,0043 $1/\mu\text{m}$ im Bereich von 0,1 bis 100 µm:

$$D' = n \left(\frac{k}{k_{\max}} \right)^{n-1} \frac{1}{k_{\max}} \quad (15)$$

- D' Dichteverteilung der GGS-Verteilung
- n GGS-Exponent; Parameter der GGS-Verteilung
- k Korngröße
- k_{\max} maximale Korngröße; Parameter der GGS-Verteilung

Daher ist in diesem Fall der Fehlastrag über dem Trennschnitt etwas kleiner als darunter und das Grobgutausbringen entsprechend leicht erhöht. Der Feingutanteil als Maß für den Durchgang fällt also etwas zu niedrig aus, wobei die Abweichung mit schlechterer Trennschärfe des Sichters größer wird.

In der Modellrechnung ergeben sich folgende Werte: D_{40} der Aufgabe 32,413 %, Feingutanteil scharfer Siebter 32,391 %, Feingutanteil unscharfer Siebter 32,205 %. Damit ist in der Modellrechnung der Trennschnitt nach Tromp de facto identisch mit dem entsprechenden hypothetischen Wert aus der Kalksteinkurve.

Beim Trennschnitt 40 μm beträgt κ für die beiden Siebter im Modell 1,52 bzw. 1,11, bei 10 μm sind die angenommenen Trenngüten mit $\kappa = 5$ und 1,5 deutlich schlechter. Die Trennschärfe des scharfen Siebters ist bei 10 μm in etwa mit den beworbenen Werten des 100 MZR vergleichbar, während sie für größere Korngrößen viel besser ausfallen. Die entsprechenden Werte des unscharfen Siebters sind bei 40 μm realistisch und dafür bei 10 μm viel zu schlecht. Trotzdem würde in diesem Szenario selbst die Folge „scharf/unscharf“ mit einem stark unterbewerteten Siebter in der fraktionierenden Stufe für einen großen Teil des Korngrößenbereichs brauchbare Analyseergebnisse liefern – besonders angesichts der Unregelmäßigkeiten und Fehlereinflüsse, die in den Fraktionierungen mit dem 100 MZR aufgetreten sind. Das Alleinstellungsmerkmal der Eignung für solche Siebterbewertungen ist also für den 100 MZR nach dieser vereinfachten Modellrechnung nicht gegeben.

Für die endgültige Beurteilung des 100 MZR sind die vorliegenden Daten nicht ausreichend. Vor allem muss erst die Frage der Korngrößenanalyse geklärt sein, bevor der Verlauf der Teilungskurven – Trennschärfe, minimale Teilungszahl und „fish-hook“ – sinnhaft diskutiert werden kann. Zu diesem Komplex enthält Abschnitt 8.1.1 einige Vorschläge.

Trotz dieser kritischen Aussagen kann dem 100 MZR der Anspruch auf Analysenschärfe – besonders in seinem größeren Korngrößenbereich – auf Basis der Fraktionierungen von Calcit, AF40, Kalkstein und Zement nicht endgültig abgesprochen werden. In jedem Fall ist das Gerät aber gut geeignet, um in kurzer Zeit für weitergehende Untersuchungen genügend große Mengen hinreichend trennscharfer Fraktionen zur Verfügung zu stellen. Damit ist es ein wichtiger Teil in einem standardisierten Untersuchungsgang von staubförmigen Reststoffen.

6.4 Probencharakterisierung Bereich Eisen und Stahl

Nachdem Abschnitt 4 die theoretischen Aspekte der Merkmalsklassenanalyse behandelt hat, wird hier der Versuch ihrer Anwendung auf die staubförmigen Rückstände gezeigt. Nach einer allgemeinen Betrachtung der Unterschiede zwischen mineralischem Rohgut und den untersuchten staubförmigen Reststoffen mit Hinblick auf die Merkmalsklassenanalyse werden die durchgeführten Fraktionierungen allgemein beschrieben. Die Ergebnisse für die verschiedenen Staubtypen und deren einzelne Staubproben folgen in entsprechenden Unterpunkten.

6.4.1 Allgemeines zur Merkmalsklassenanalyse der Staubproben

Mineralisches Rohgut fällt im Bergbaubetrieb je nach Gewinnungsart mit Korngrößen bis über 1 m an. Auch bei schneidender Lösearbeit kann noch mit Partikeln in cm-Größe gerechnet werden. Genügend hohe Aufschlussgrade sind bei üblichen Verwachsungsverhältnissen oft bereits bei 100 µm erreicht. Damit ist solches Aufgabegut für die verschiedenen fraktionierenden Methoden der Merkmalsklassenanalyse (siehe Abschnitt 4.1.1) von der Partikelgröße her zu einem großen Teil gut geeignet.

Die vorliegenden Staubproben sind dagegen deutlich feiner. Einen Überblick über deren Korngrößenverteilungen zeigt Abbildung 52. Der Durchgang bei 100 µm beträgt für die Gießhallenstäube mindestens 85 %, bei den E-Filter-Stäuben wird die scheinbar grobe Korngrößenverteilung von Agglomeraten verursacht. Diese feinen Anteile können nur mehr mit Schwierigkeiten trennscharf fraktioniert werden. Der einzige wirklich grobe Staubtyp in dieser Abbildung ist GSt, der als Grobgut einer Gleichfälligkeitsklassierung anfällt.

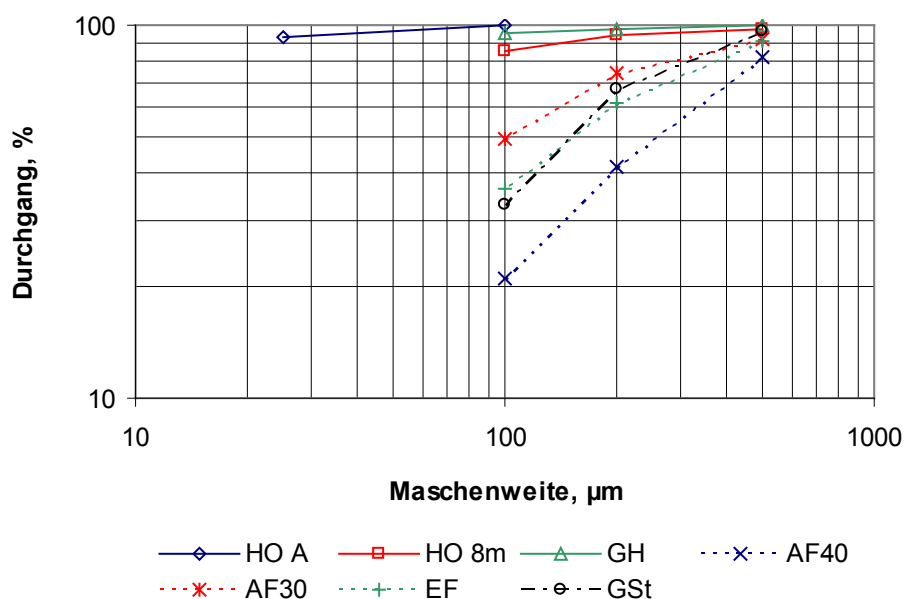


Abbildung 52: Siebanalysen der Proben aus dem Bereich "Eisen und Stahl"

Eine Eigenheit ist der teilweise hohe Gehalt an Alkalien, die zu einem großen Anteil in löslicher Form auftreten. Das führt bei den betroffenen Proben zu einer zu hohen Löslichkeit in Wasser, sodass nasse Verfahren ohne Kreislaufführung der gesättigten Lösung oft von vornherein ausgeschlossen sind. Zum anderen machen sie die Stäube „klebrig“ – sie sind im Betrieb durch Anbackungen und bei der Fraktionierung durch ihre starke Neigung zur Agglomeratbildung problematisch.

Durch die Herkunft aus metallurgischen Prozessen kann der Anteil an Primärpartikeln gering ausfallen. Die Abkühlrate bei den aus Schmelze oder durch Kondensation neu gebildeten Sekundärpartikeln ist für die Ausbildung großer Kristalle oft zu hoch, dementsprechend fein können die Verwachsungen in den Stäuben ausfallen.

Tabelle 18 gibt einen Überblick über die bei den verschiedenen Proben angewandten Fraktionierungen: Siebanalyse, Laborsichter 100 MZR und Magnetscheidung mit Davis-Rohrscheider und Handmagnet.

Bei zu geringem Anteil der größten Korngrößenklasse wurde sie chemisch nicht analysiert, wodurch ihre Darstellung im HR-Schaubild nicht möglich ist. Außerdem wurde für weitergehende Fraktionierungen teilweise nicht die vollständige Korngrößenspanne verwendet. In diesen Fällen wird angegeben, welchen Anteil an der gesamten Probe das entsprechende HR-Schaubild darstellt.

Tabelle 18: Übersicht über die durchgeführten Merkmalsklassenanalysen

	Siebanalyse		Laborsichter	Magnetisierbarkeit	
	trocken	nass		Davis-Tube	Handmagnet
AF30	✓		✓		
AF40	✓		✓		
EF	✓		✓		
HO A	✓	✓	✓	✓	
HO 8m	✓	✓	✓	✓	
GH	✓		✓	✓	
GSt	✓		✓	✓	
EAF			✓	✓	✓
BOF			✓	✓	✓
Cup			✓	✓	✓

Die Siebanalysen erfolgten trocken und händisch, im Allgemeinen mit den Maschenweiten 500, 200 und 100 μm . Teilweise wurden sie auf 40 μm erweitert. Bei Agglomeraten in der Aufgabe sind sie kaum reproduzierbar. *HO A* und *HO 8m* wurden zusätzlich nass analysiert, wobei das Ergebnis für *HO A* von der trockenen Siebanalyse eklatant abweicht. Als Vorbereitung für weitere Versuche wurde *AF40* auf einer Allgaier Taumelsiebmaschine bei 200 und 100 μm abgesiebt, dieses Ergebnis stimmt mit der trockenen Siebanalyse sehr gut überein.

Die Fraktionierung auf dem Laborsichter 100 MZR erfolgte für alle Proben bei denselben Einstellungen (11.500 bzw. 4.570 min^{-1}), die in der Kalksteinkurve den Trenngrenzen 7 und 25 μm

entsprechen. Im weiteren Text werden der Einfachheit halber durchgehend diese beiden Werte verwendet. Die näherungsweise Abschätzung der tatsächlichen Trenngrenzen ist durch die unbekanntenen Dichteverteilungen in den verschiedenen Stäuben nicht möglich. Die Korngrößenverteilungen der Fraktionen wurden bereits bei der Beurteilung der Trennschärfe des Sichters in Abschnitt 0 behandelt.

Die einzelnen Aufgaben, ausgenommen *HO A*, wurden entweder bei 100 oder 500 µm vorabgesiebt, um übermäßiger Zerkleinerung im Sieber vorzubeugen. Im ersten Schritt wurde die Feinfraktion ausgesichtet, im zweiten das Mittel- vom Grobgut getrennt. Die Aufgabe betrug je nach Verfügbarkeit etwa 250 bzw. 500 g. Die Verluste an Feinstgut im Filter streuten von 1,8 % für *GSt* bis 21,5 % für *AF40* (siehe Tabelle 19). In den Bilanzen ist es massenmäßig dem Feingut zugerechnet, dessen chemische Analysen wurden jedoch nicht verändert. Da die Gehalte meist mit der Korngröße deutlich steigende oder fallende Tendenzen aufweisen, kann zumindest angegeben werden, in welcher Richtung Gehalte und Ausbringen in den Bilanzen von den tatsächlichen Werten abweichen.

Tabelle 19: Vorabsiebung und Filterverluste beim 100 MZR

Probe	Vorabsiebung µm	Anteil an Eingangsprobe %	Verlust im Filter %
AF 30	< 500	92	15,0
AF 40	< 100	18	21,5
EF	< 500	90	6,4
HO A	-	100	5,8
HO 8m	< 100	86	5,0
GH	< 500	100	5,1
GSt	< 500	96	1,8
EAF	-	100	27,2
BOF	-	100	23,9
Cup	-	100	30,9

Für die Trennungen auf dem Davis-Rohrscheider wurden immer die Standardeinstellungen des Lehrstuhls für Aufbereitung und Veredlung, nämlich 1,6 l/min Spülwasser, 1,33 Hübe/s (oder: 20 Hübe in 15 s) und Spüldauern von mindestens 5 min angestrebt. Für die Hubzahl konnten aber teilweise nur Werte von 1,03 Hübe/s erreicht werden. Die Erregerstromstärke für die Einteilung in zwei Suszeptibilitätsklassen war 1,8 A, bei der Trennung in drei Fraktionen wurde zusätzlich im ersten Schritt bei 0,6 A ein starkmagnetisches Produkt abgeschieden. Die Aufgabemenge pro Charge war abhängig vom zurückgehaltenen Anteil.

Die mit den verschiedenen Fraktionierungsmethoden hergestellten Klassen wurden auf chemische Elemente analysiert, ihre Dichte mittels He-Pyknometer und ihr „äquivalenter Magnetitgehalt“ mit der Magnetwaage „Satmagan“ von Outokumpu bestimmt.

In der Magnetwaage wird zu Beginn der Messung durch Einstellen des Stromes in einer Kompensationsspule die Auslenkung des Wägebalkens durch die Masse der Probe ausgeglichen. Anschließend wird ein starker Permanentmagnet eingeschwenkt, sodass in seinem Magnetfeld der ferromagnetische Anteil der Probe in die Sättigung getrieben wird. Durch das inhomogene Feld wirkt auf die Probe eine magnetische Kraft, die durch den Strom in zwei weiteren Kompensationsspulen ebenfalls ausgeglichen wird. Durch Vorgabe einer Kalibrierkurve kann vom einzustellenden Kompensationsstrom auf den Gehalt an dieser Vergleichssubstanz geschlossen werden. Am Lehrstuhl ist dies Magnetit aus Kiruna, Schweden. Bei der Analyse einer Probe mit unbekannter Zusammensetzung gibt das Messergebnis also an, welcher Anteil einer ansonsten unmagnetischen Probe Magnetit sein müsste, um dasselbe Verhältnis zwischen magnetischer Kraft und Schwerkraft zu erfahren. Siehe dazu die originale Bedienungsanleitung von Outokumpu Oy Research Laboratory (ohne Jahr) sowie Rapiscan Systems (2005 und 2012). In den Bilanzen und Henry-Reinhardt-Schaubildern ist der äquivalente Magnetitgehalt als „Mag“ aufgeführt.

Die folgenden HR-Schaubilder unterscheiden sich in der Darstellung von der in Abschnitt 4.1.2 gezeigten Form in zweierlei Hinsicht. Zum einen fehlt die Grundverwachsungskurve aus mehreren Gründen:

- zu wenige Klassen für eine gute Verstetigung
- Gehalte haben in der logischen Reihenfolge der Klassen manchmal keine klare Tendenz
- mit der Anzahl interessierender Elemente wird die Darstellung unübersichtlich.

Zum anderen wurden auch die Produktkurven ausgelassen, um die Übersichtlichkeit zu wahren. Da im Rahmen der Dissertation keine Aussagen über theoretisch mögliche Trennergebnisse getroffen werden, hätten diese Kurven in der vorliegenden Arbeit keine Funktion.

Jedes Schaubild ist zur leichteren Orientierung in der linken oberen Ecke mit der Probenbezeichnung und Fraktionierungsmethode, falls zutreffend auch mit der Korngrößenklasse beschriftet. Dabei bedeutet

- SA: Siebanalyse
- MZR: Laborsichter
- D-T: Davis-Rohrscheider
- HM: Handmagnet.

Die Reihenfolge der Klassen mit steigender kumulierter Masse, d.h. von oben nach unten, ist in den Schaubildern durchgehend von grob nach fein bzw. stark magnetisch zu unmagnetisch. Die Diagramme enthalten teilweise zwei unterschiedlich skalierte Achsen für die Gehalte. Die Auswahl der analysierten Elemente ist teilweise innerhalb der einzelnen Sorten nicht einheitlich, was den Vergleich zwischen verschiedenen Fraktionierungsmethoden erschwert.

Die Tabellen im Text enthalten nur die Massenanteile und Gehalte der Fraktionen. Die vollständigen Bilanzen inklusive Analyse der Aufgabe sind im Anhang zu finden.

6.4.2 Stäube aus der Sinteranlage

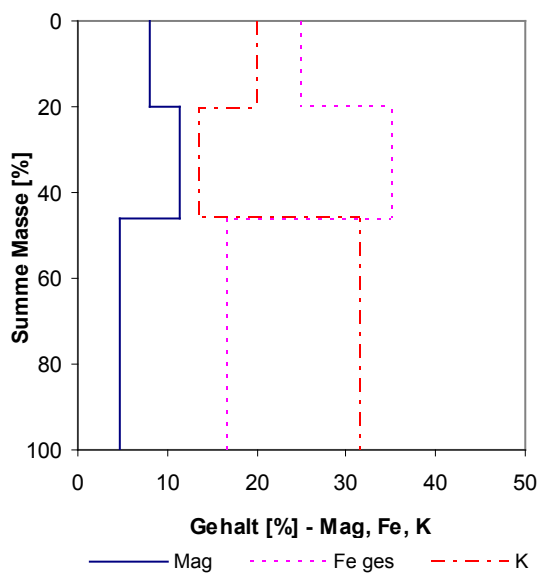
6.4.2.1 AF30

Die Siebanalyse von AF30 wurde bei 500, 200 und 100 µm durchgeführt. Die Klasse > 500 µm mit 8 % Anteil wurde chemisch nicht analysiert. Von acht Elementen hat nur S eine durchgehende Tendenz, die restlichen haben in der mittleren Klasse ihren Minimal- oder Maximalgehalt (Tabelle 20, Abbildung 53).

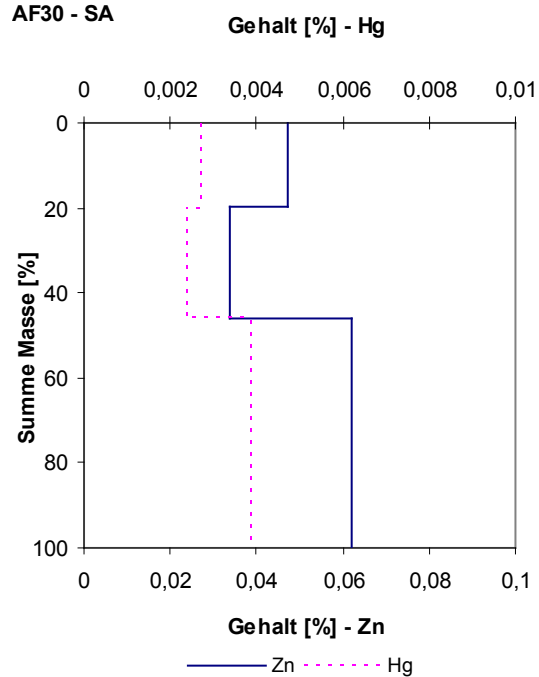
Tabelle 20: Siebanalyse AF30 – Gehalte für HR

Maschenweite µm	Masse %	Gehalte, %							
		Mag	Fe	Pb	Zn	Hg	S	Na	K
500/200	19,8	7,99	24,79	0,399	0,047	0,0027	0,471	0,625	19,8
200/100	26,3	11,4	34,96	0,252	0,034	0,0024	0,375	0,425	13,4
< 100	53,9	4,61	16,61	0,707	0,062	0,0038	0,267	1,03	31,5

AF30 - SA



AF30 - SA



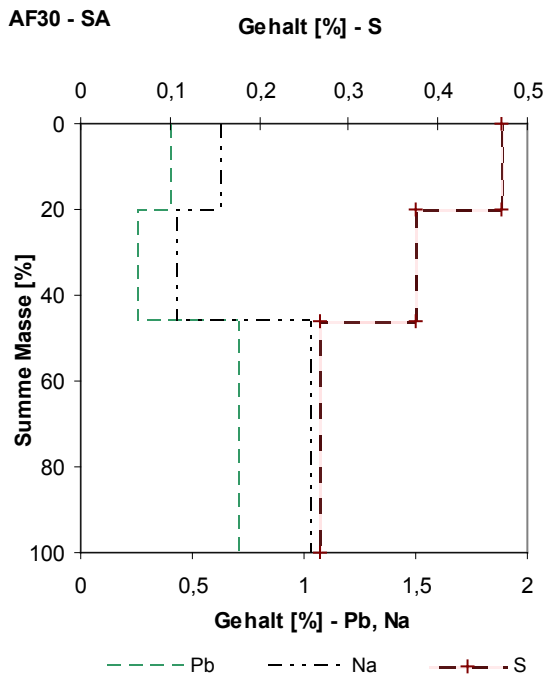


Abbildung 53: HR-Schaubild von AF30 – Siebanalyse

Für den 100 MZR wurde die Aufgabe bei 500 μm abgesiebt und bei nominell 7 und 25 μm gesichtet. Sechs von sieben Analysen haben einen eindeutigen Trend mit der Korngröße, bei Hg ist die Unregelmäßigkeit nicht stark (Tabelle 21, Abbildung 54). Dieses HR-Schaubild beschreibt den gleichen Probenanteil wie die Siebanalyse.

Tabelle 21: Laborsichter AF30 – Gehalte für HR

Fraktion	Masse %	Gehalte, %						
		Mag	Fe	Hg	C	Na	K	Cl
Grobgut	39,6	14,5	44,25	0,0016	2,82	0,123	3,7	2,55
Mittelgut	15,7	5,34	24,22	0,0049	2,73	0,75	25,6	17,7
Feingut	44,7	1,09	4,96	0,0043	1,22	1,23	45,6	39,3

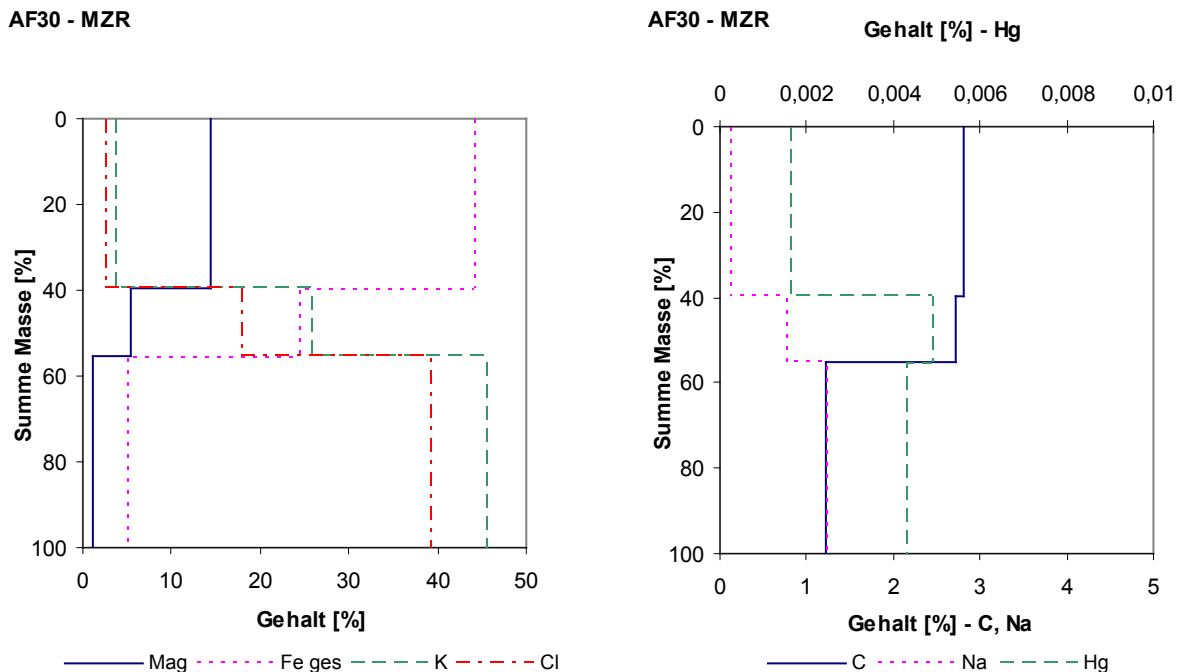


Abbildung 54: HR-Schaubild von AF30 – Laborsichter

Die beiden Fraktionierungen unterscheiden sich sehr stark in den Korngrößenverteilungen: während laut Siebanalyse 46 % gröber als 100 μm sind, beträgt der Anteil < 25 μm laut 100 MZR 60 %. Der Widerspruch ist hauptsächlich auf die Agglomerate in der Aufgabe zurück zu führen, die vom Siebter zu einem großen Teil aufgelöst wurden. Unerwünschte Zerkleinerung der ursprünglichen Partikel kann nicht ausgeschlossen werden, wird hier aber nur einen geringen Einfluss auf das Ergebnis haben.

Soweit die gleichen Elemente analysiert wurden, verstärkt sich der Trend von < 100 zu < 7 μm überall deutlich. Bei beiden Fraktionierungen stimmt die rückgerechnete Aufgabe meist sehr gut mit der Analyse der Eingangspröbe überein. Nur C, Na und K zeigen beim 100 MZR gröbere Widersprüche. Diese verstärken sich noch weiter, wenn für das vernachlässigte Feinstgut noch höhere Gehalte angenommen werden.

Generell zeigt sich, dass bei diesem Staub Fe, S und C im Groben, die Alkalien, Pb und Zn dagegen im Feinen angereichert werden könnten.

6.4.2.2 AF40

Da laut Siebanalyse nur etwa 20 % der Eingangspröbe feiner als 100 μm sind, wurde die Aufgabe für den 100 MZR auf einer Allgaier Taumelsiebmaschine bei 200 und 100 μm vorbereitet. Die Massenverteilungen der Siebanalyse und der Allgaier-Siebung passen angesichts der Agglomeratproblematik überraschend gut zusammen: der Anteil von 200/100 μm ist nach Allgaier höher, jener < 100 μm aber mit 18 %-Punkten fast identisch mit der Siebanalyse (21 %-Punkte). Auch die chemischen Analysen stimmen sehr gut überein. Siehe Tabelle 22, Tabelle 23 und Abbildung 55,

in der der Na-Gehalt 100-fach überhöht eingezeichnet ist. Alle analysierten Elemente haben eine deutliche Korngrößenabhängigkeit. Diese Diagramme zeigen die vollständige Probe von AF40.

Tabelle 22: Siebanalyse AF40 – Gehalte für HR

Maschenweite µm	Masse %	Gehalte, %				
		Fe	Hg	Na	K	Cl
> 500	17,4	26,53	0,0044	0,36	12,3	10,3
500/200	40,7	30,62	0,0043	0,42	13,5	11,3
200/100	20,9	26,23	0,0049	0,48	14,85	13,0
< 100	21,0	16,12	0,0086	0,93	29,3	25,1

Tabelle 23: Allgaier Siebung AF40 – Gehalte für HR

Maschenweite µm	Masse %	Gehalte, %				
		Fe	Hg	Na	K	Cl
> 200	52,9	29,43	0,0039	0,35	11,45	9,9
200/100	29,0	21,64	0,0062	0,63	20,3	17,1
< 100	18,1	13,87	0,0090	1,03	32,0	27,6

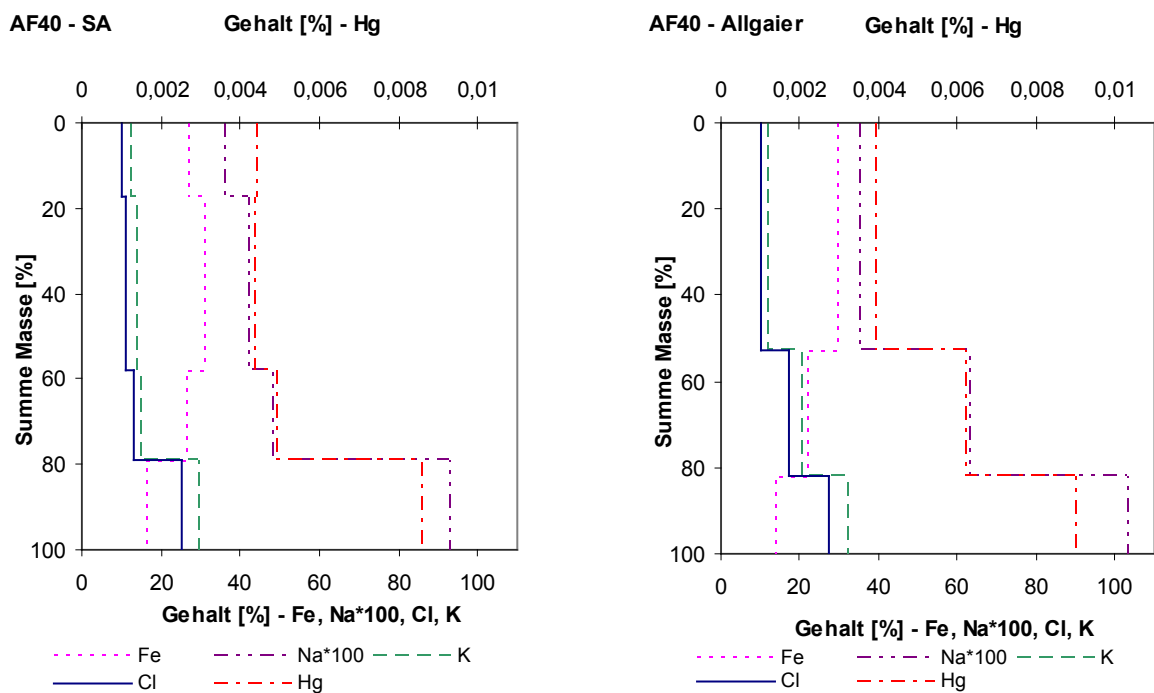


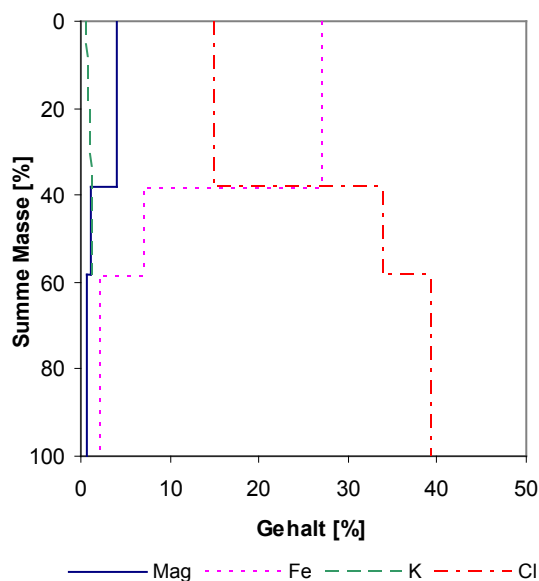
Abbildung 55: HR-Schaubild von AF40 – Siebanalyse und Allgaier-Siebung

Als Aufgabe für den 100 MZR wurde der Durchgang der Allgaier-Siebung bei 100 µm verwendet, der nur 18 % der Eingangsprobe ausmacht. Für die zehn Elemente ist der Korngrößeneinfluss deutlich stärker als im Grobkornbereich (Tabelle 24, Abbildung 56).

Tabelle 24: Laborsichter AF40 – Gehalte für HR

Fraktion	Masse %	Gehalte, %									
		Mag	Fe	Pb	Zn	Hg	C	S	Na	K	Cl
Grobgut	38,0	4,10	26,9	0,391	0,055	0,0064	3,78	0,527	0,50	20,6	14,8
Mittelgut	20,3	1,23	7,03	0,868	0,073	0,0109	1,35	0,419	1,04	39,2	33,9
Feingut	41,7	0,64	2,03	1,09	0,072	0,0118	0,828	0,462	1,22	46,3	39,2

AF40 - MZR



AF40 - MZR

Gehalt [%] - S, Pb, Na

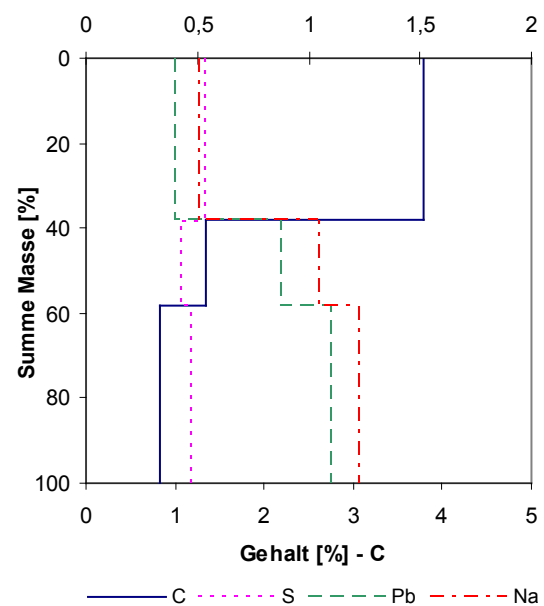


Abbildung 56: HR-Schaubild von AF40 – Laborsichter

Wie bereits beim vorherigen Typ sind auch beim *AF40* Fe und C deutlich stärker in den größeren Partikeln zu finden, Alkalien und Schwermetalle dagegen im Feingut. Die Zn-Gehalte sind im Sichterfeingut nur etwa ein Drittel höher als im Mittel- und Grobgut, durch seinen geringen mittleren Gehalt ist es aber in diesem Staubtyp nicht kritisch.

S wurde in den Siebprodukten nicht analysiert und hat in den Sichtprodukten beinahe konstante Gehalte von etwa 0,5 %. Im Vergleich dazu hat der oben beschriebene *AF30* in der Siebklasse < 100 µm mit 0,3 % einen ähnlichen mittleren Gehalt.

6.4.2.3 EF

Aus dem Werk Donawitz wurde aus der Sinteranlage nur die Staubsorte *EF* untersucht. Wegen seiner Ähnlichkeit mit den bereits behandelten *AF30* und *AF40* beschränken sich die Merkmalsklassenanalysen auch hier auf den Versuch einer Siebanalyse und auf die Fraktionierung auf dem 100 MZR. Die Aufgabe auf letzteren umfasste mit den Klassen < 500 µm aus der Siebanalyse 90 % der Gesamtprobe.

Wie bei *AF30* ist die durch Siebanalyse und 100 MZR ermittelte Korngrößenverteilung nicht zu vergleichen: während laut Siebanalyse der Anteil < 100 µm bei 34 % liegt, sind nach dem Laborsichter 30 % der Gesamtprobe < 25 µm. Als Hauptursache ist wie oben die Zerlegung von Agglomeraten zu sehen.

In den Siebklassen zeigen sieben Elemente eine durchgehende Entwicklung, sechs dagegen relativ grobe Sprünge. Jener von Fe wird durch seine hohen Gehalte von etwa 40 % auch von der Stoffdichte der einzelnen Klassen sehr deutlich wiedergegeben. Generell sind Fe und C in den Partikeln > 100 µm anzutreffen, die Schwermetalle und Alkalien dagegen < 100 µm. Siehe Tabelle 25 und Abbildung 57.

Tabelle 25: Siebanalyse EF – Gehalte für HR

Maschenweite µm	Masse %	Gehalte, % bzw. ppm									
		Mag	Fe	CaO	Pb	Zn	K ₂ O	Na ₂ O	C	S	Hg, ppm
> 500	9,7	16,6	39,93	7,60	0,037	0,0099	2,57	0,176	19,70	0,135	70
500/200	28,8	16,6	44,68	7,99	0,045	0,0110	3,05	0,194	7,76	0,190	61
200/100	25,3	13,3	41,89	8,74	0,074	0,0093	4,55	0,211	6,57	0,272	153
< 100	36,3	8,66	35,74	7,84	0,204	0,0178	13,38	0,882	4,58	0,391	316

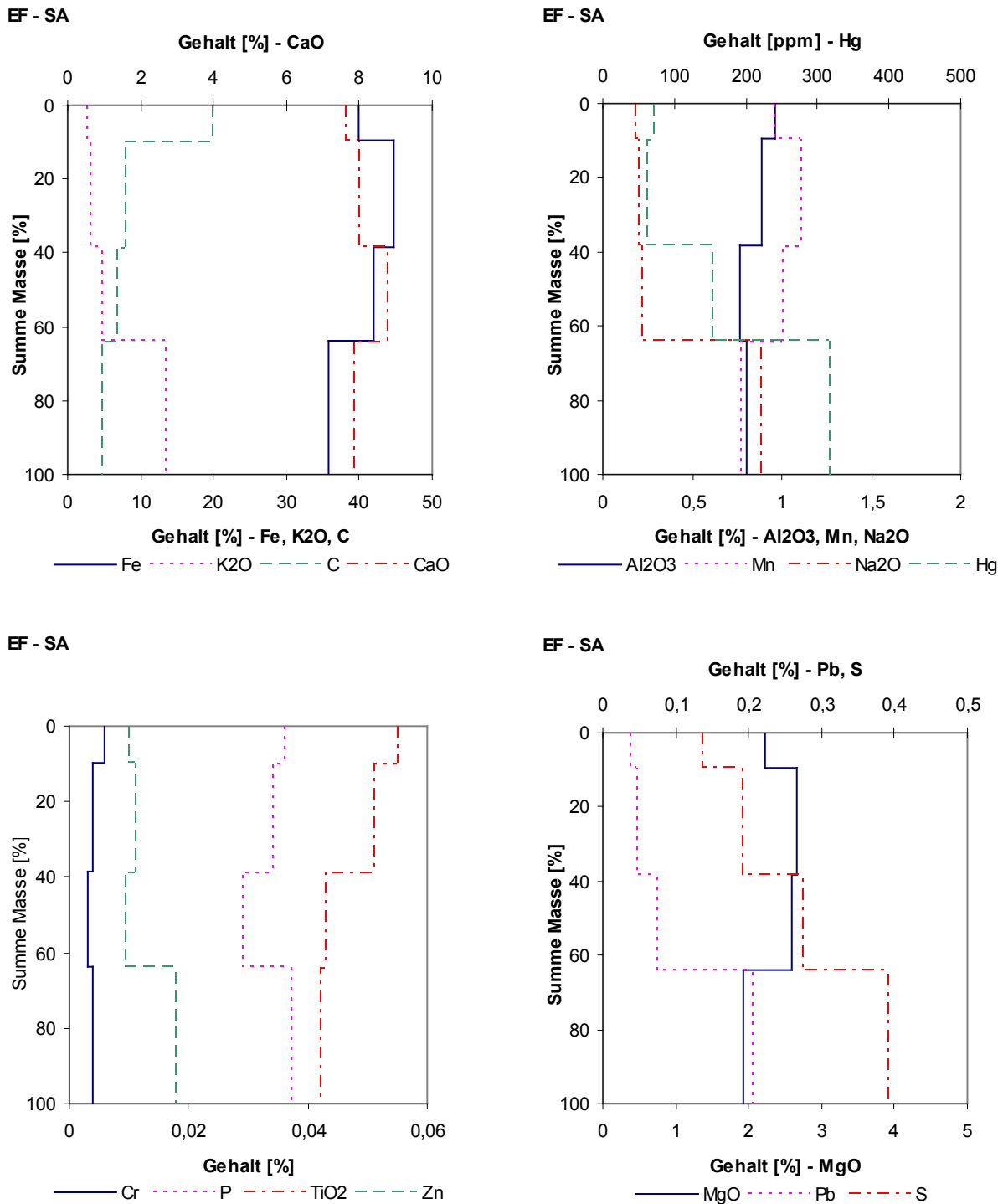


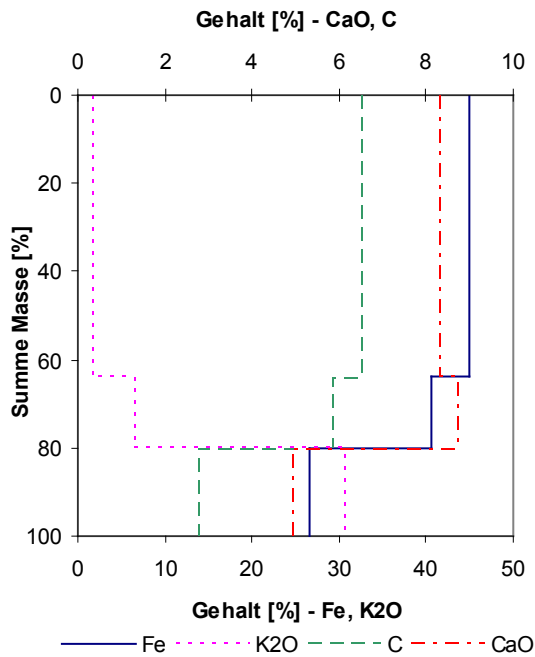
Abbildung 57: HR-Schaubild von EF – Siebanalyse

Nach der Fraktionierung am 100 MZR ist nur beim P-Gehalt ein un stetiger Verlauf zu beobachten. Bei den übrigen Elementen sind die Unterschiede zwischen Grob- und Feingut auch deutlich stärker ausgeprägt als nach der Siebanalyse. Die Verteilung der Elemente auf die verschiedenen Fraktionen ist qualitativ identisch mit der Siebanalyse: Fe und C über 7 µm, Schwermetalle und Alkalien unter 25 oder 7 µm (Tabelle 26, Abbildung 58). Der mittlere Gehalt aus den Sichterprodukten stimmt sehr gut mit den Analysen der Aufgabeklassen überein.

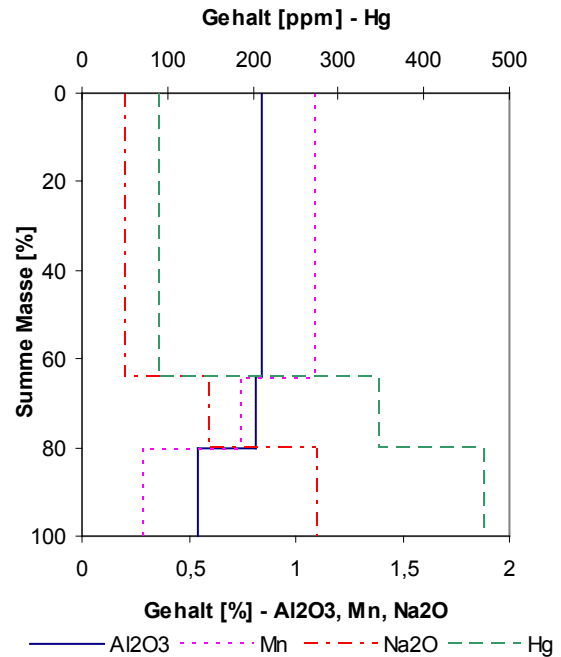
Tabelle 26: Laborsichter EF – Gehalte für HR

Fraktion	Masse		Gehalte, % bzw. ppm								
	%		Fe	CaO	Pb	Zn	K ₂ O	Na ₂ O	C	S	Hg, ppm
Grobgut	63,9		44,96	8,29	0,014	0,0090	1,71	0,200	6,50	0,221	89
Mittelgut	16,3		40,49	8,72	0,076	0,0213	6,50	0,592	5,81	0,444	346
Feingut	19,8		26,53	4,90	0,443	0,0327	30,54	1,090	2,74	0,470	469

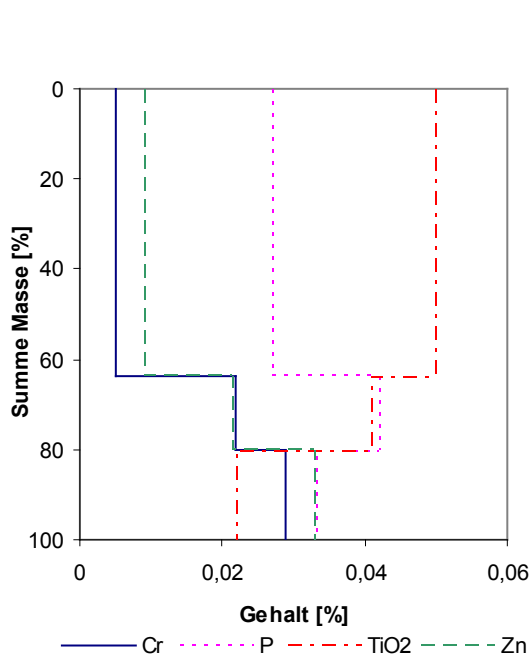
EF - MZR



EF - MZR



EF - MZR



EF - MZR

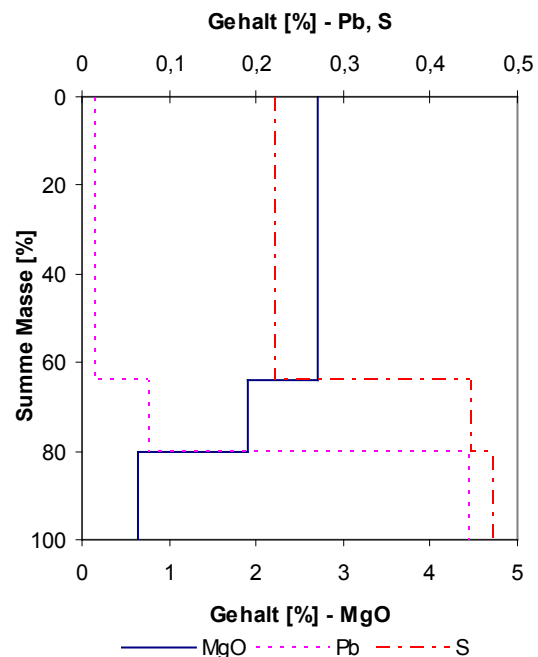


Abbildung 58: HR-Schaubild von EF – Laborsichter

6.4.3 Gießhallenstäube

Aufgrund der geringen Löslichkeiten dieser Proben wurden auch nasse Verfahren eingesetzt: die nasse Siebanalyse und die Fraktionierung am Davis-Rohrscheider der Stäube *HO A* und *HO 8m* war Inhalt der Bachelorarbeit Lanthaler (2009).

6.4.3.1 HO A

Von diesem Staub wurden zwei verschiedene Proben verwendet: einmal für Siebanalyse und Davis-Rohrscheider (mit Analyse der Eingangsprobe), und einmal für den 100 MZR (ohne Analyse der Aufgabe). Aus den Analysen der Sichterprodukte lässt sich erkennen, dass diese Aufgabe einen deutlich geringeren Fe- und Zn-Gehalt aufweist. Auch Pb liegt hier etwas tiefer. Von der Größenordnung her sind die beiden Proben jedoch vergleichbar.

HO A neigt ebenfalls zu Agglomeraten und kann nicht trocken siebanalysiert werden. Bei zwei unabhängigen Analyseversuchen der Eingangsprobe betrug der Rückstand bei 100 μm 3 bzw. 19 %. Nach der Herstellung einer Suspension wurde *HO A* nass gesiebt, wonach schließlich die gesamte Probe < 100 μm ist und der Rückstand bei 25 μm nur 8 % beträgt.

Mit dem Davis-Rohrscheider wurden drei Fraktionen erzeugt: Magnetprodukt 1 (MP1) bei 0,6 A Erregerstromstärke, Magnetprodukt 2 (MP2) bei 1,8 A und der unmagnetische Rückstand (UM). Als Aufgabe wurde die Klasse < 25 μm aus der Nasssiebung verwendet, die 92 % der vollständigen Probe darstellt. Wie das Ergebnis der Magnetwaage zeigt, war die Magnetscheidung per se sehr erfolgreich: nur 12 % des magnetischen Inhaltes verblieben im UM. Der Eisengehalt der drei Fraktionen war dagegen konstant, was auf mindestens zwei verschiedene eisenreiche Phasen stark unterschiedlicher Magnetisierbarkeit hindeutet.

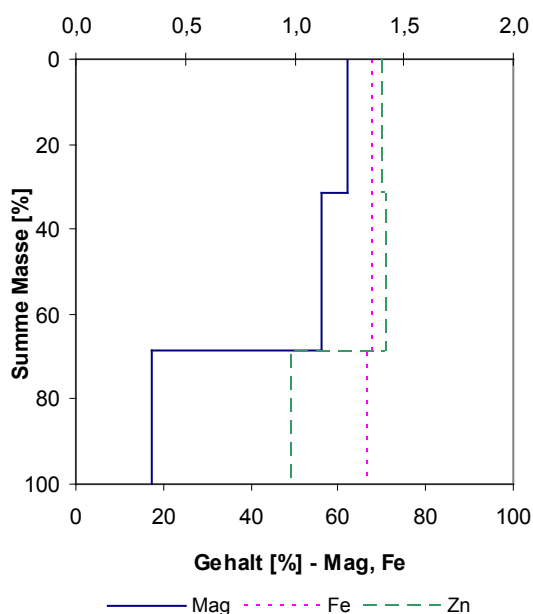
Dies wird von einer weiteren Beobachtung gestützt: eine Suspension von *HO A* wurde mit einem Magnetstab relativ hoher Flussdichte gerührt (angegeben werden vom Hersteller 0,72 T). In dem anhaftenden Material konnten die beiden Phasen „metallische Kugelschalen“ und „feine rostigbraune Körner“ unterschieden werden. Während die Kugelschalen stark gehalten wurden, konnten die Körner vom Magnetstab leicht abgespült werden.

Eine gewisse stoffliche Trennung erfolgte bei K, Zn und S, von denen S eher im UM angereichert wurde, die anderen dagegen in den Magnetprodukten. Pb hat ebenfalls eine leichte Tendenz zu den MP hin. Siehe Tabelle 27 und Abbildung 59.

Tabelle 27: Davis-Rohrscheider HO A – Gehalte für HR

Stromstärke A	Masse %	Gehalt, %					
		Mag	Fe	Pb	Zn	S	K
< 0,6	31,3	62,0	67,55	0,0033	1,40	0,015	0,055
0,6/1,8	37,3	56,3	67,46	0,0035	1,42	0,016	0,050
> 1,8	31,3	17,5	66,33	0,0027	0,98	0,026	0,035

HO A - Davis-Tube Gehalt [%] - Zn



HO A - Davis-Tube Gehalt [%] - Pb

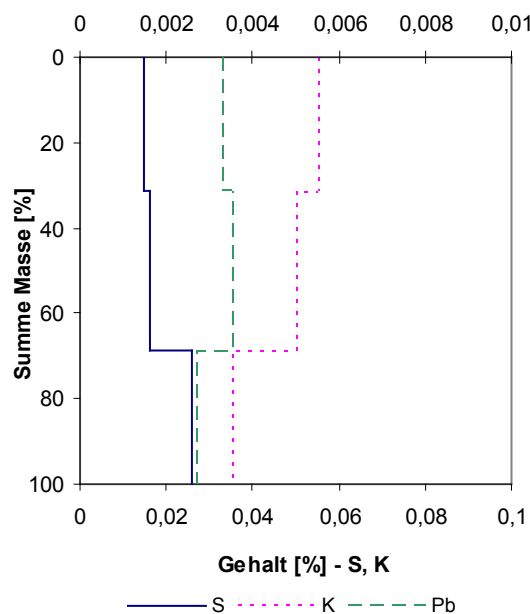


Abbildung 59: HR-Schaubild von HO A – Davis-Rohrscheider

Die zweite Probe dieses Staubtyps wurde dem 100 MZR ohne Vorabsiebung aufgegeben. Bei dieser Trennung ist das Magnetitäquivalent über die drei Siehterprodukte konstant. Im Mittelgut ist Fe etwas erhöht, C dagegen erniedrigt. Zn, S und K haben die niedrigsten Gehalte im Grobgut und sind im Feingut stark konzentriert (Tabelle 28, Abbildung 60).

Tabelle 28: Laborsichter HO A – Gehalte für HR

Fraktion	Masse %	Gehalt, %							
		Mag	Fe	Pb	Zn	C	S	K	Cl
Grobgut	57,7	31,5	56,07	0,0014	0,063	2,35	0,097	0,25	0,030
Mittelgut	21,8	33,2	60,50	0,0018	0,214	1,37	0,176	0,41	0,046
Feingut	20,5	32,7	53,27	0,0038	0,353	2,16	0,657	1,16	0,102

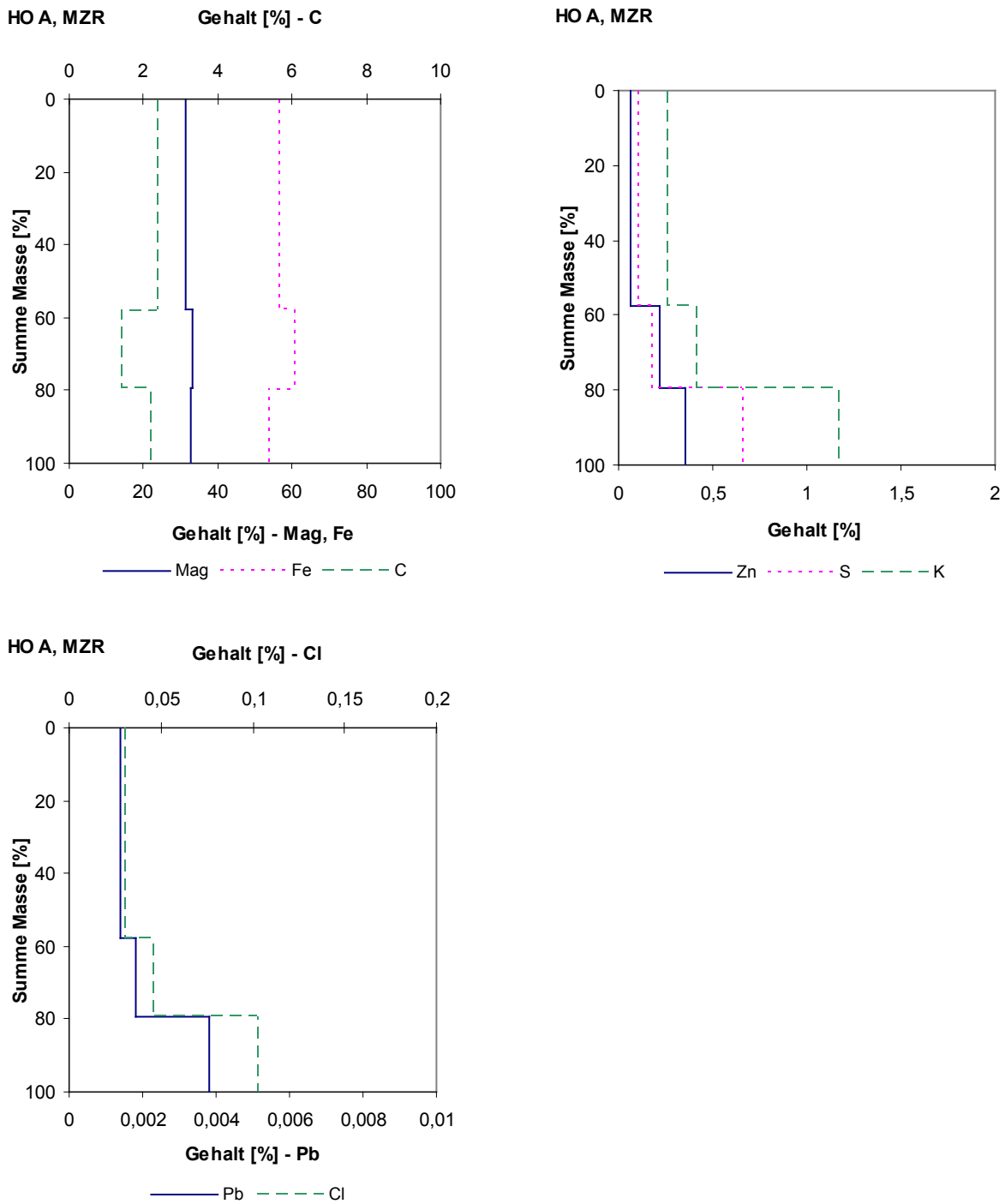


Abbildung 60: HR-Schaubild von HO A – Laborsichter

6.4.3.2 HO 8m

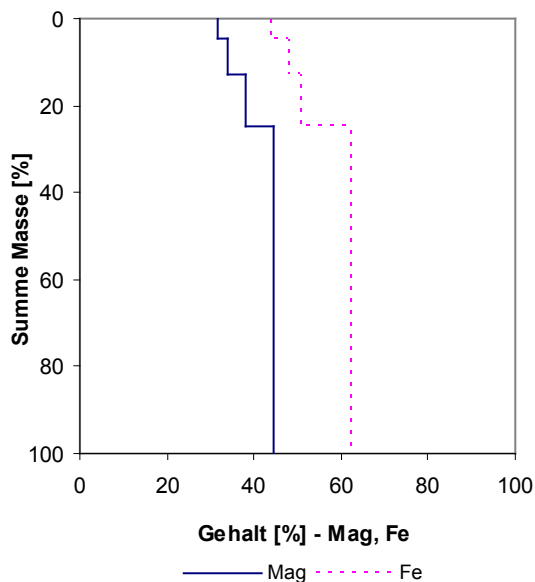
Bei dieser Probe stellten Agglomerate bei der Siebanalyse keine Probleme dar. In ihrem HR-Schaubild sind 98 % der Eingangspröbe dargestellt. Die Gehalte an Mag und Fe passen in allen Korngrößenklassen sehr gut zusammen und steigen – wie auch die Dichte – mit sinkender Korngröße durchgehend an. Der S-Gehalt ist über 40 μm konstant, Pb steigt in diesem Bereich leicht an. Beide

fallen unter 40 µm stark ab. Zn steigt erst ebenfalls leicht an, geht aber nur auf den Wert der Klasse 500/200 µm zurück. C wurde in dieser Serie nicht analysiert. Siehe Tabelle 29 und Abbildung 61.

Tabelle 29: Siebanalyse HO 8m – Gehalte für HR

Maschenweite µm	Masse %	Gehalt, %				
		Mag	Fe	Pb	Zn	S
500/200	4,6	31,6	43,78	0,061	0,32	0,484
200/100	8,2	33,9	47,8	0,065	0,37	0,485
100/40	11,8	38,1	50,38	0,067	0,394	0,482
< 40	75,4	44,7	61,94	0,039	0,302	0,115

HO 8m - SA



HO 8m - SA

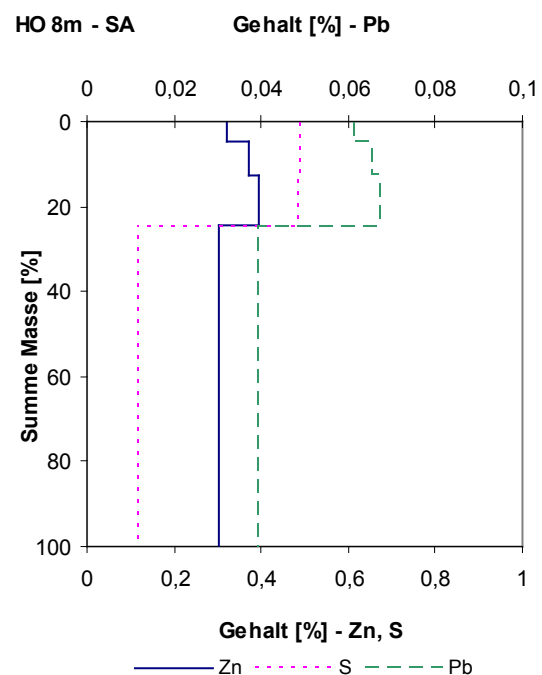


Abbildung 61: HR-Schaubild von HO 8m – Siebanalyse

Die Fraktionierung auf dem Davis-Rohrscheider erfolgte getrennt in den drei Korngrößenspannen 500/100, 100/40 und < 40 µm. Gemeinsam beschreiben sie mit Anteilen von 13, 12 bzw. 75 % der Eingangsprobe dasselbe Material wie das HR-Schaubild zur Siebanalyse. Es wurden wieder mit 0,6 und 1,8 A Erregerstromstärke jeweils zwei Magnetprodukte (MP) und ein unmagnetischer Rückstand (UM) erzeugt. Siehe Tabelle 30 und Abbildung 62.

Der Mag-Gehalt im UM steigt mit sinkender Korngröße von 9 auf 21 % an. Seine Verluste sind bei der Klasse 100/40 µm mit 4 % am geringsten. Das Magnetscheideergebnis als solches ist auch bei den anderen beiden Klassen mit etwa 10 % Mag-Verlusten sehr gut. In den gröbereren Klassen stimmen die Ausbringen von Mag und von Fe ziemlich gut überein. In der Klasse < 40 µm dagegen ist der Fe-Verlust doppelt so hoch wie von Mag. Der Grund dafür ist die schlechte Anreicherung des Fe: sein Gehalt im UM ist mit 56 % nur wenig niedriger als in den MP mit etwa 65 %.

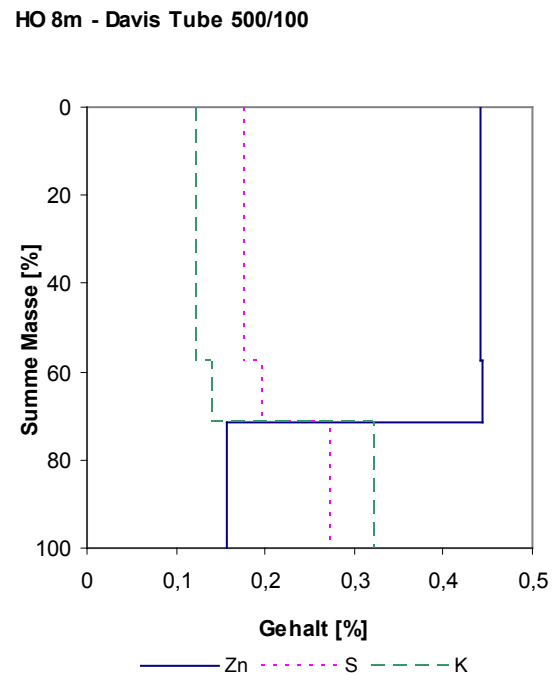
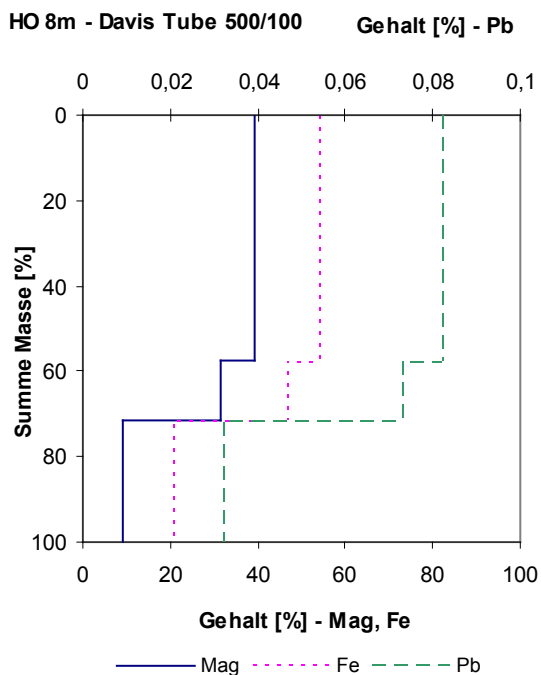
S und K werden bei dieser Probe durchgehend in den UM angereichert, wobei ihre Ausbringen aber maximal 51 % erreichen.

Zn wird durchgehend in den Magnetprodukten angereichert. Dabei stimmen Fe- und Zn-Ausbringen in allen Produkten aus allen Korngrößenklassen sehr gut überein. Dies gilt prinzipiell auch für Pb, außer dass dessen Gehalte in den Produkten von < 40 µm zum UM hin minimal ansteigen.

Im Vergleich zwischen den rückgerechneten Aufgaben mit den Analysen aus der trockenen Siebanalyse stimmen die Gehalte von Mag, Fe, Pb und Zn gut überein. Der S-Gehalt ist dagegen in den Analysen der jeweiligen Aufgabe um den Faktor 2 bis 5 höher als laut Rechnung.

Tabelle 30: Davis-Rohrscheider HO 8m – Gehalte für HR

Korngrößenklasse µm	Stromstärke A	Masse %	Gehalte, %					
			Mag	Fe	Pb	Zn	S	K
500/100	< 0,6	57,6	39,1	53,94	0,082	0,442	0,174	0,12
	0,6/1,8	13,8	31,7	46,49	0,073	0,444	0,194	0,14
	> 1,8	28,6	9,27	20,63	0,032	0,156	0,271	0,32
100/40	< 0,6	48,6	49,6	60,27	0,074	0,375	0,070	0,10
	0,6/1,8	37,0	37,5	53,46	0,083	0,438	0,111	0,15
	> 1,8	14,4	10,8	27,35	0,036	0,196	0,182	0,32
< 40	< 0,6	28,3	54,6	64,44	0,042	0,312	0,028	0,06
	0,6/1,8	48,3	52,1	65,21	0,043	0,317	0,030	0,06
	> 1,8	23,4	21,0	55,67	0,045	0,225	0,079	0,13



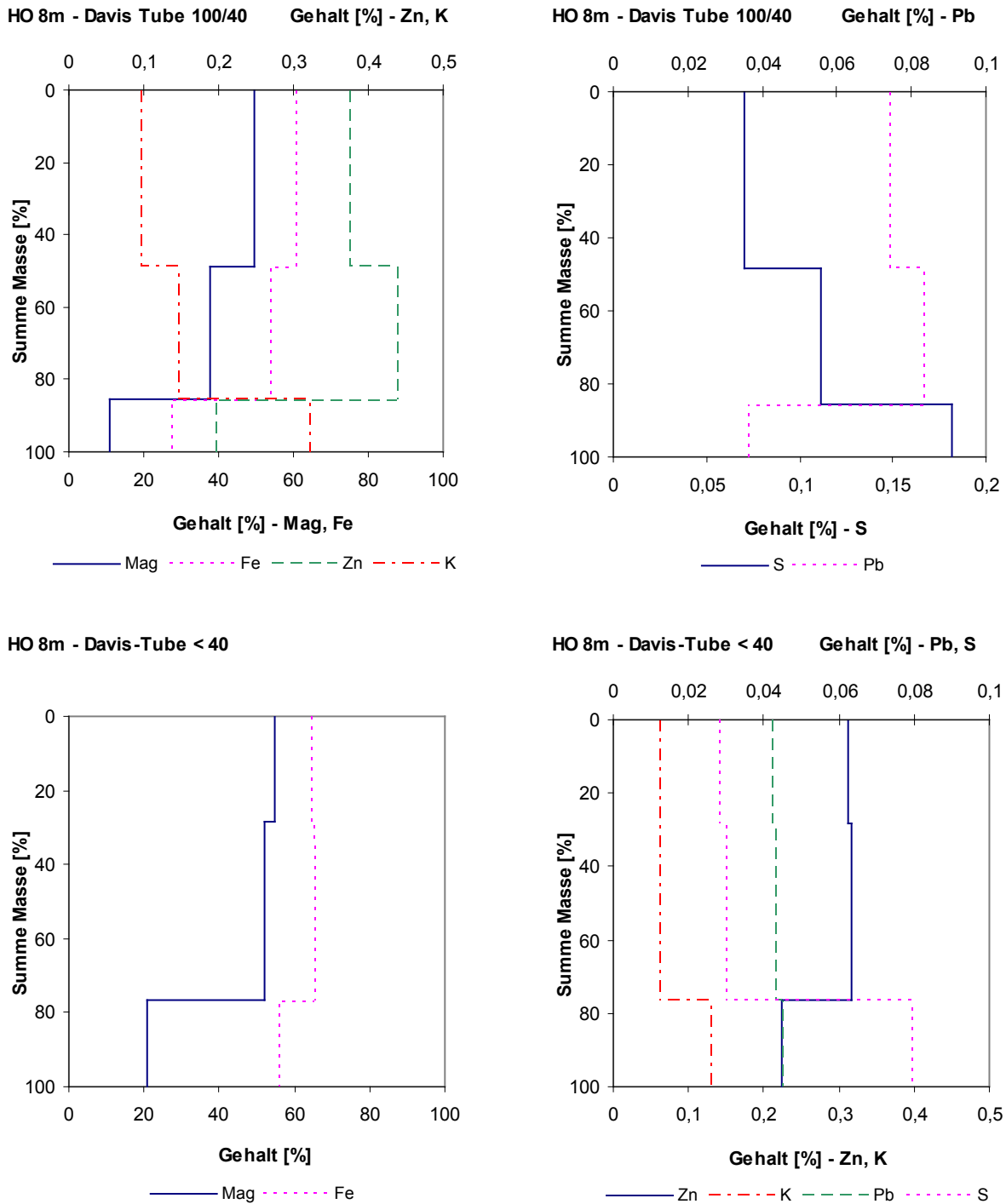


Abbildung 62: HR-Schaubild von HO 8m – Davis-Rohrscheider

Als Aufgabe auf den Laborsichter 100 MZR diente die Fraktion < 100 µm aus trockener Siebung. Sie steht für 86 % der gesamten Probe. Vier der acht Analysen haben keinen durchgehenden Trend. Während Mag von der groben zur feinen Fraktion durchgehend leicht ansteigt, ist Fe – bei leicht erhöhtem Gehalt im Mittelgut – einigermaßen konstant. C wird im Grobgut angereichert.

Da K und Zn schwach und Pb stark im Feingut angereichert werden, können sie bei vertretbaren Fe-Verlusten aus dem Prozess teilweise ausgeschleust werden. Siehe Tabelle 31 und Abbildung 63.

Tabelle 31: Laborsichter HO 8m – Gehalte für HR

Fraktion	Masse %	Gehalte, %							
		Mag	Fe	Pb	Zn	C	S	K	Cl
Grobgut	52,3	40,5	59,32	0,033	0,241	4,62	0,197	0,70	0,481
Mittelgut	27,9	43,0	63,56	0,027	0,302	1,71	0,305	0,70	0,352
Feingut	19,7	47,0	59,04	0,078	0,443	2,71	0,746	1,31	0,561

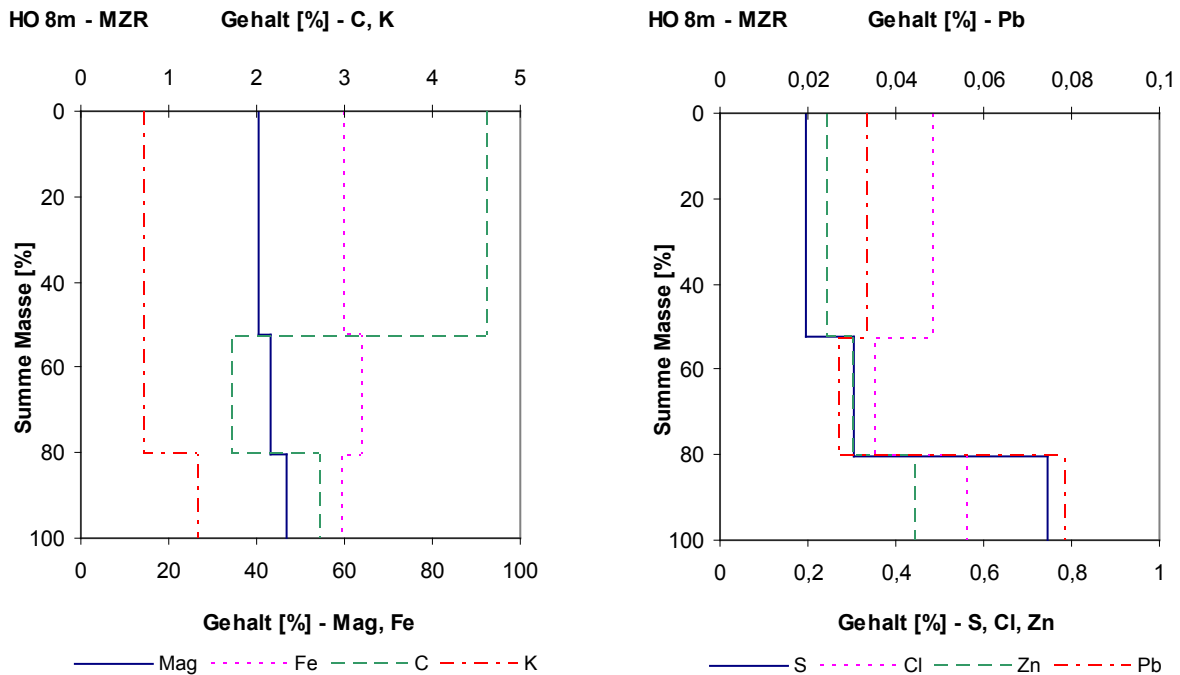


Abbildung 63: HR-Schaubild von HO 8m – Laborsichter

Der Gehalt an Mag und Fe in den Sichter-Fractionen setzt die Entwicklung in der Siebanalyse nahtlos fort. Bei S, Zn und Pb dagegen steigt er in der Siebanalyse erst leicht an und fällt mit $< 40 \mu\text{m}$ stark ab, um in den Sichterfraktionen wieder regelmäßig anzusteigen, lediglich Pb weicht dabei etwas ab. Der Widerspruch zwischen 100/40 μm und dem Sichtergröbgut mit nur mehr halb so hohen mittleren Gehalten ist auffällig. Wenn Analysenfehler ausgeschlossen werden, sind zunächst die bessere Dispergierung und unbeabsichtigte Zerkleinerung im Sichter als Ursachen anzusehen.

6.4.3.3 GH

Laut Siebanalyse sind 96 % von $GH < 100 \mu\text{m}$, sodass die Darstellung im HR keinen Nutzen bringt. Abgesehen von S mit konstanten Gehalten zeigen alle analysierten Elemente eine klare Entwicklung über die Korngrößenklassen. Als Beispiele seien das Verhältnis der Gehalte in der größten und der feinsten Klasse für drei Elemente genannt: Fe mit einem Verhältnis von 3, C mit 10 und MgO mit 12. Siehe Tabelle 32.

Tabelle 32: Siebanalyse GH – Gehalte für HR

Maschenweite μm	Masse %	Gehalte, % bzw. ppm									
		Fe	CaO	MgO	Pb	Zn	K ₂ O	Na ₂ O	C	S	Hg, ppm
500/200	1,6	22,62	4,45	1,70	0,049	0,076	0,87	0,41	44,56	0,43	2,7
200/100	2,3	31,00	1,96	0,80	0,075	0,118	0,84	0,30	38,23	0,41	3,6
< 100	95,7	62,27	0,52	0,14	0,176	0,216	1,19	0,20	4,48	0,43	4,8

Auf dem Davis-Rohrscheider wurden die Korngrößenklassen 200/100 und < 100 μm getrennt analysiert, sie stellen 2,3 bzw. 96 % der Gesamtprobe dar. In dieser Fraktionierung wurde bei 1,8 A Erregerstromstärke ein Magnetprodukt (MP) und der unmagnetische Rückstand (UM) gewonnen. Die weiteren Einstellungen entsprechen denen der vorhergehenden Gießhallenstäube. Das Ergebnis von 200/100 und < 100 μm unterscheidet sich in einigen Punkten erheblich (Tabelle 33 und Abbildung 64).

Die Magnetscheidung an sich ist in beiden Korngrößenklassen sehr erfolgreich und ergibt beide Male etwa 70 % MP-Ausbringen. Während der Mag-Gehalt der Aufgabe < 100 μm etwa doppelt so hoch ist wie in 200/100, ist das Ausbringen des Magnetmaterials mit 93 bzw. 97 % sehr ähnlich. Der Fe-Gehalt der Aufgaben steht im gleichen Verhältnis. In 200/100 kann es mit 92 % Ausbringen ähnlich gut abgetrennt werden wie Mag. Bei < 100 μm dagegen wurde Fe kaum angereichert und sein Ausbringen ist nur wenig besser als der Massenanteil des Magnetprodukts.

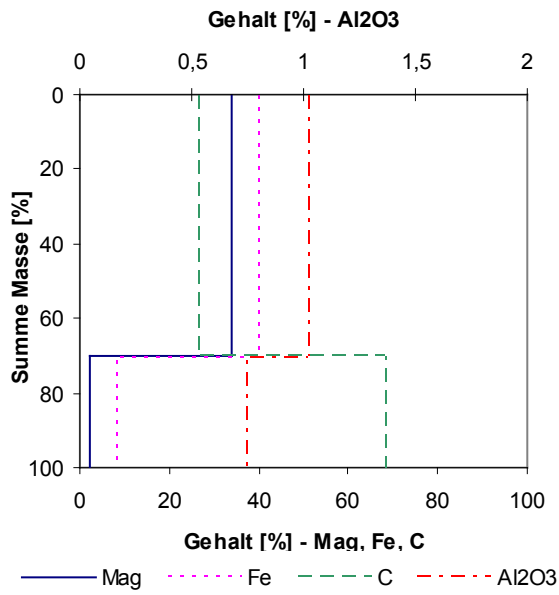
Na und K – beide sind in dieser Probe nur Nebenbestandteile – weisen bei 200/100 in den beiden Fraktionen identische Gehalte auf und werden bei < 100 eindeutig im UM angereichert. C wird ebenso im UM konzentriert, wobei die Trennung aber bei 200/100 nicht zufrieden stellt und bei < 100 sehr gut funktioniert. Hg verhält sich ebenso, allerdings ist das Trennergebnis < 100 μm etwas schlechter.

Pb und Zn zeigen ein wechselhaftes Verhalten. Sie werden in 200/100 μm deutlich im MP angereichert, das Ausbringen unterscheidet sich aber nur wenig vom Masseausbringen. Bei < 100 μm dagegen sind beide Gehalte im UM leicht erhöht.

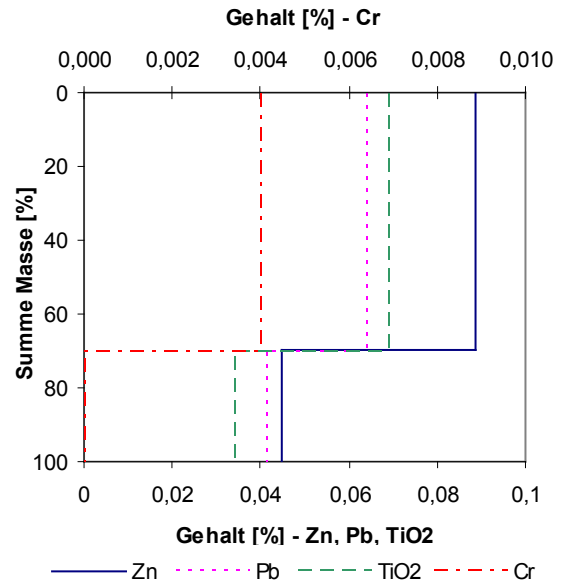
Tabelle 33: Davis-Rohrscheider GH – Gehalte für HR

Klasse μm	Strom A	Masse %	Gehalt, % bzw. ppm									
			Fe	CaO	MgO	Pb	Zn	K ₂ O	Na ₂ O	C	S	Hg, ppm
200/100	< 1,8	70,0	39,65	2,246	0,951	0,064	0,089	0,330	0,133	26,53	0,168	2,01
	> 1,8	30,0	7,82	1,403	0,508	0,041	0,045	0,332	0,123	68,28	0,396	2,88
< 100	< 1,8	72,1	68,41	0,311	0,136	0,136	0,140	0,063	0,024	1,05	0,023	1,23
	> 1,8	27,9	53,06	0,625	0,232	0,191	0,180	0,210	0,122	13,16	0,093	9,83

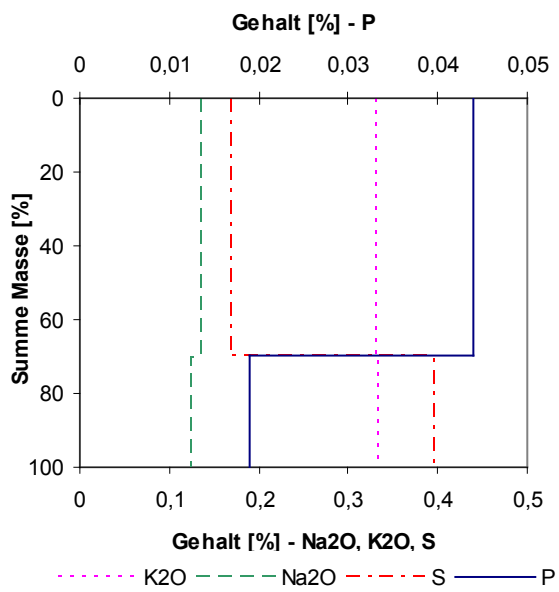
GH - Davis-Tube 200/100



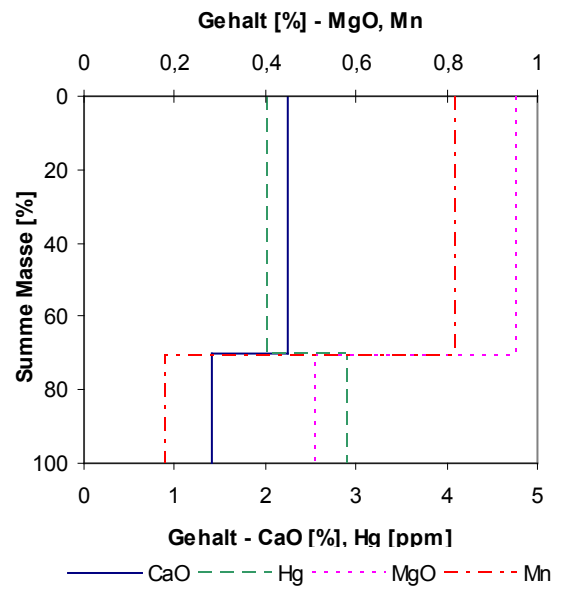
GH - Davis-Tube 200/100



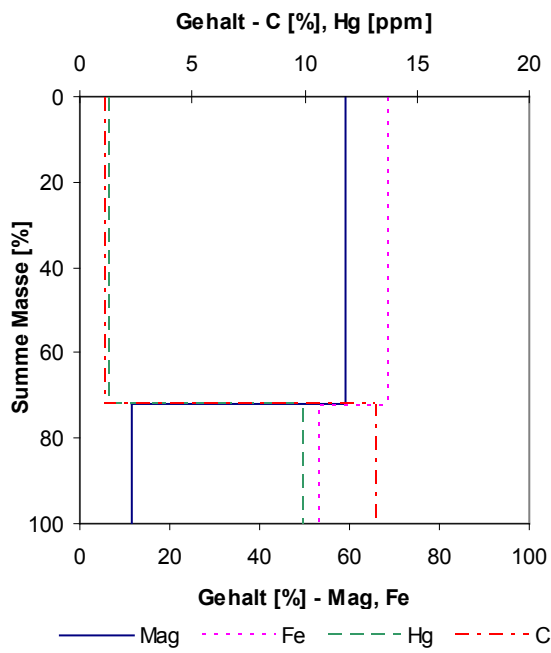
GH - Davis-Tube 200/100



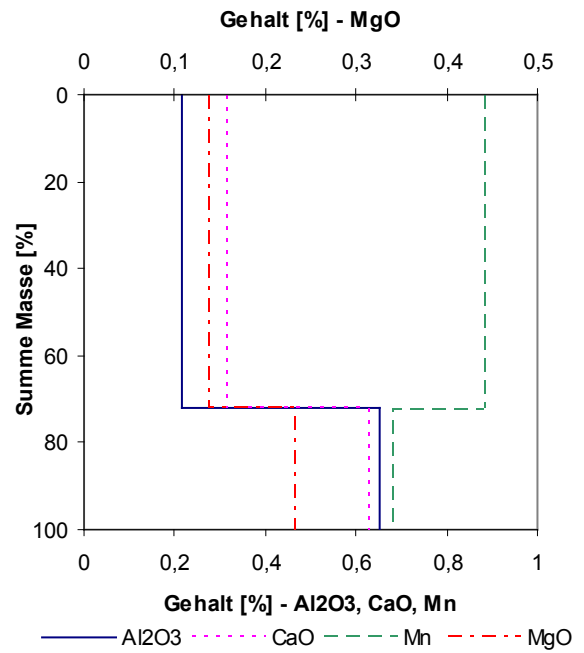
GH - Davis-Tube 200/100



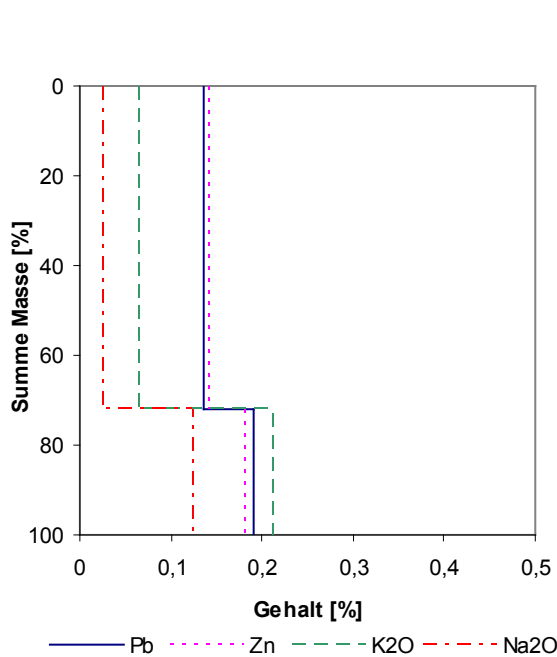
GH - Davis-Tube < 100



GH - Davis-Tube < 100



GH - Davis-Tube < 100



GH - Davis-Tube < 100

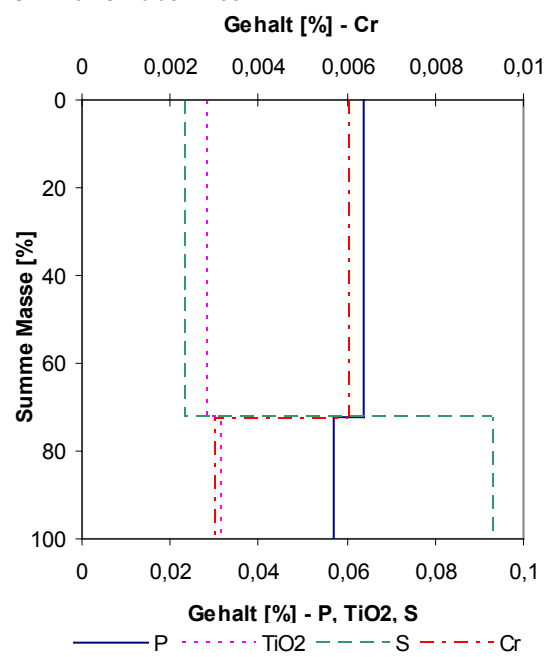


Abbildung 64: HR-Schaubild von GH – Davis-Rohrscheider

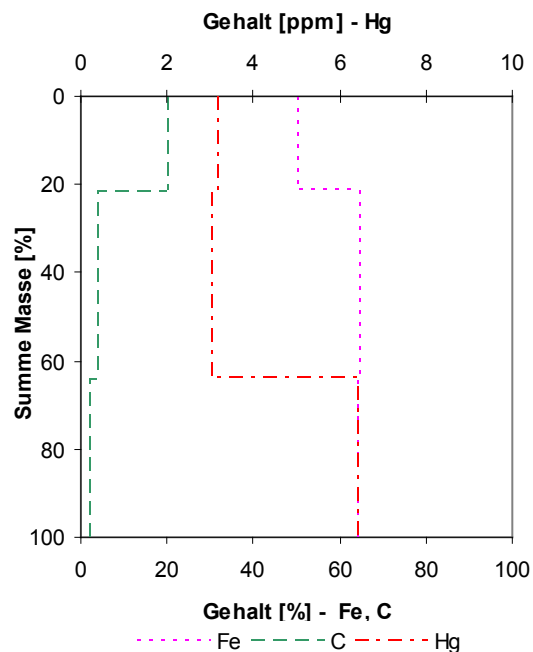
Aufgrund der Korngrößenverteilung in dieser Probe sind die Ergebnisse von 200/100 µm quantitativ nicht relevant. Sie zeigen aber auf, dass sich die Korngrößenklassen zumindest in ihren Verwachsungsverhältnissen und wahrscheinlich auch ihrer Phasenzusammensetzung unterscheiden.

Die Aufgabe auf den Laborsichter war < 500 µm. Damit werden im HR-Schaubild 99,7 % der Probe dargestellt. Der Fe-Gehalt ist im Grobgut etwas niedriger als in Mittel- und Feingut, C wird dagegen hauptsächlich im Grob- und Mittelgut ausgebracht. Da sich Hg, Alkalien, Pb und Zn im Sichterfeingut konzentrieren, können mittels Klassierung die Wertstoffe Fe und C zum Großteil wieder gewonnen und die Störelemente abgestoßen werden. Siehe Tabelle 34 und Abbildung 65.

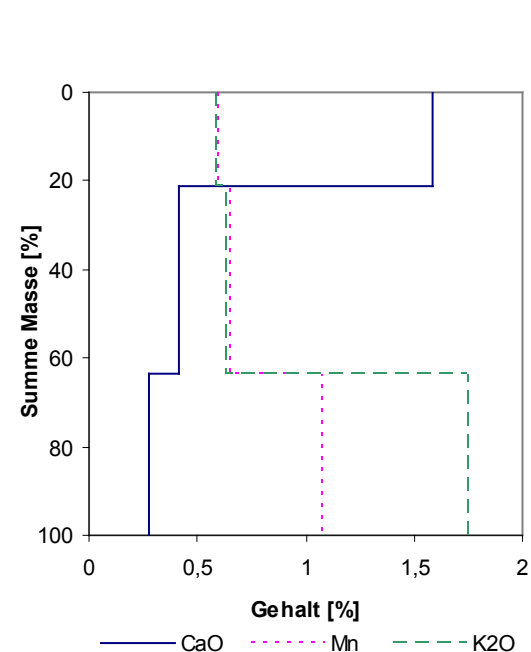
Tabelle 34: Laborsichter GH – Gehalte für HR

Fraktion	Masse %	Gehalt, % bzw. ppm									
		Fe	CaO	MgO	Pb	Zn	K ₂ O	Na ₂ O	C	S	Hg, ppm
Grobgut	21,2	49,99	1,59	0,63	0,027	0,1117	0,58	0,229	20,00	0,319	3,13
Mittelgut	42,5	64,23	0,41	0,11	0,048	0,1377	0,62	0,080	3,48	0,195	3,00
Feingut	36,3	63,95	0,28	0,04	0,267	0,2638	1,74	0,243	1,77	0,721	6,37

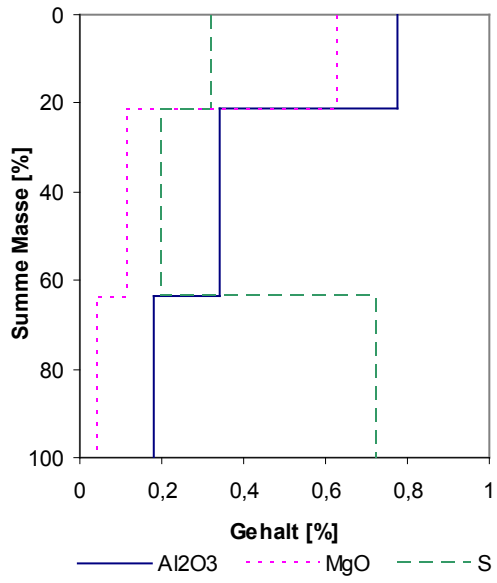
GH - MZR



GH - MZR



GH - MZR



GH - MZR

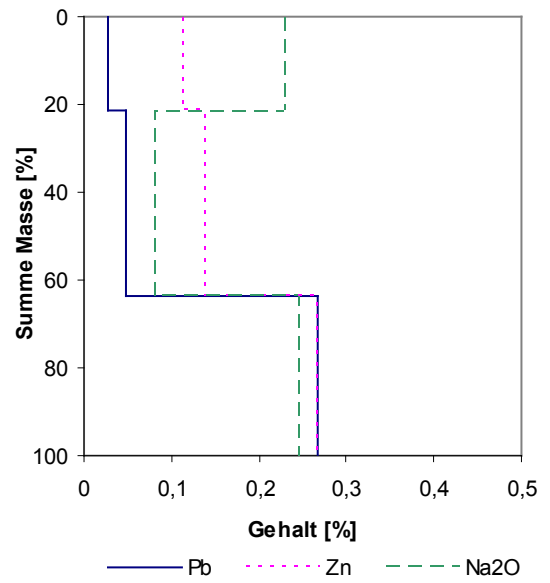


Abbildung 65: HR-Schaubild von GH – Laborsichter

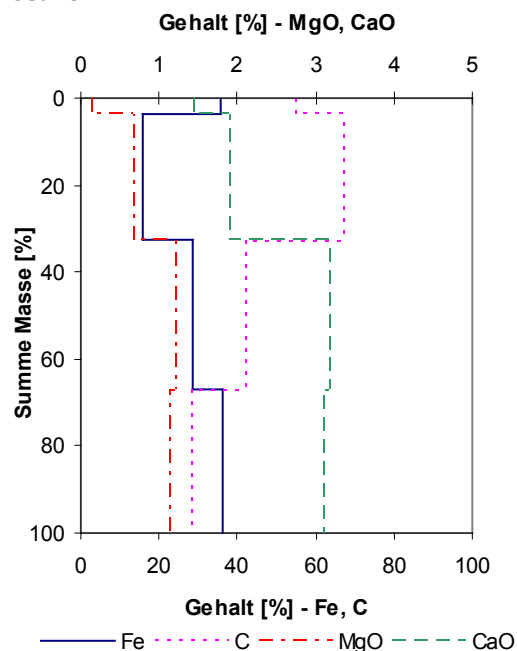
6.4.4 Gichtstaub GST

Die Maschenweiten der Siebanalyse waren wieder 500, 200 und 100 μm . Auffällig ist die grobe Korngrößenverteilung dieser Probe mit lediglich 33 % < 100 μm . Im Gegensatz zu den Elektrofilterstäuben, die ähnliche Durchgangswerte haben, sind die Partikel bei GST aber dispergiert. Bei der chemischen Analyse der Korngrößenklassen zeigen alle Elemente bis auf Pb und Zn Unregelmäßigkeiten – Fe und C bei > 500 μm , die anderen bei 200/100 μm . Eine Anreicherung in den groben Klassen zeigt C. Fe ist, abgesehen von der Klasse > 500 μm , in den feineren Klassen angereichert. Pb und Zn sind in der Siebanalyse ebenfalls eher in den feinen Klassen zu finden, wobei sich aber deren Pb-Gehalte nur schwach und die Zn-Gehalte deutlich unterscheiden. Siehe Tabelle 35 und Abbildung 66.

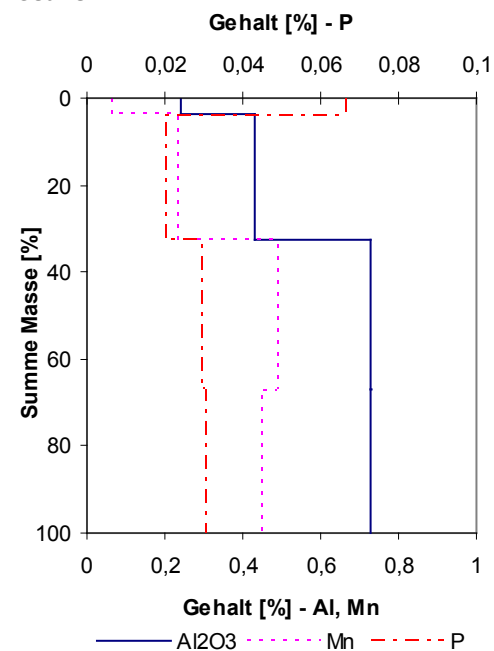
Tabelle 35: Siebanalyse GST – Gehalte für HR

Klasse μm	Masse %	Gehalt, % bzw. ppm									
		Fe	CaO	MgO	Pb	Zn	K ₂ O	Na ₂ O	C	S	Hg, ppm
500	3,8	35,46	1,43	0,13	0,005	0,009	0,144	0,087	54,55	0,319	0,18
200	28,5	15,92	1,89	0,66	0,014	0,016	0,374	0,175	66,88	0,445	0,22
100	34,5	28,48	3,16	1,20	0,016	0,027	0,317	0,131	41,97	0,313	0,13
0	33,2	36,02	3,08	1,13	0,019	0,032	0,337	0,177	28,29	0,249	0,25

GSt - SA



GSt - SA



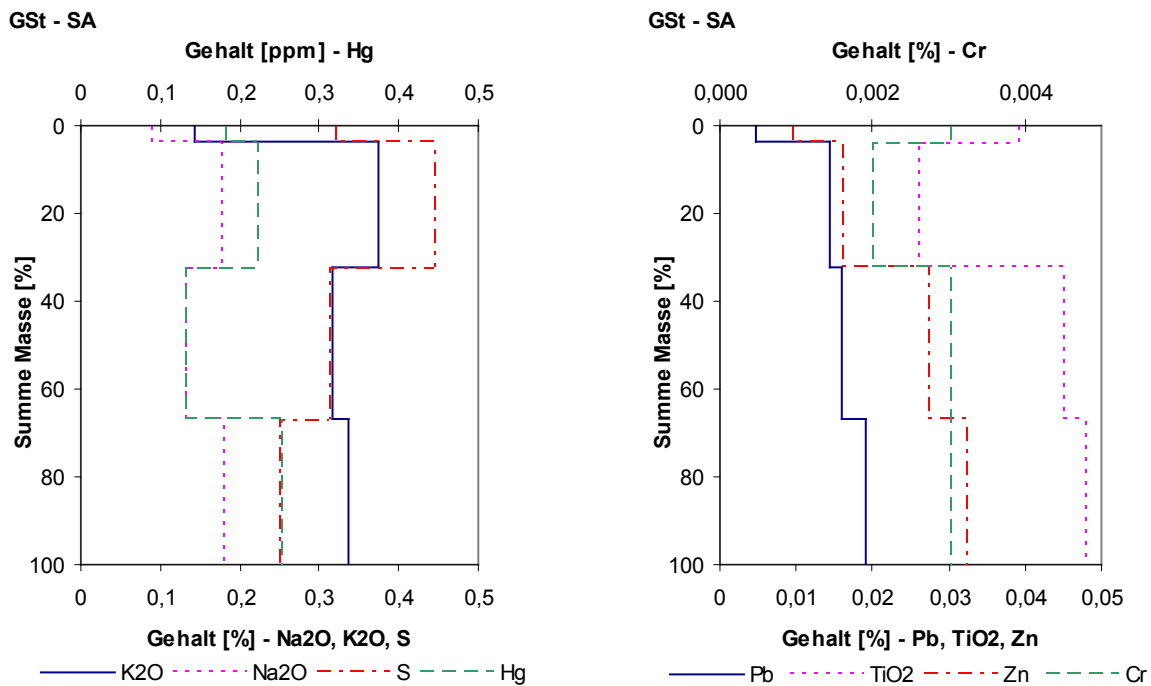


Abbildung 66: HR-Schaubild von GSt – Siebanalyse

Auf dem Laborsichter wurde die Eingangspröbe < 500 µm fraktioniert, dies entspricht 96 % der Gesamtpröbe. Während der Durchgang bei 100 µm noch mit 33 % ermittelt wurde, macht das Feingut des Sichters (nominell < 7 µm) nur mehr knapp über 2 % von GSt aus. Der steile Abfall der Durchgangskurve ist damit begründet, dass der Gichtstaub aus dem Gichtgas mittels Gleichfälligkeitsklassierung abgetrennt wird. Die feinen Partikel sind somit zum Großteil im Gichtschlamm zu finden, dessen Trennversuche in Abschnitt 0 beschrieben werden.

Hg, Pb, Zn und K sind in den feineren Fraktionen angereichert. Hg ist im Grobgut nicht mehr nachweisbar. Pb und Zn werden trotz des geringen Masseausbringens von Mittel- und Feingut (in Summe 16 %) zur Hälfte hier ausgebracht, bei K sind es 43 %.

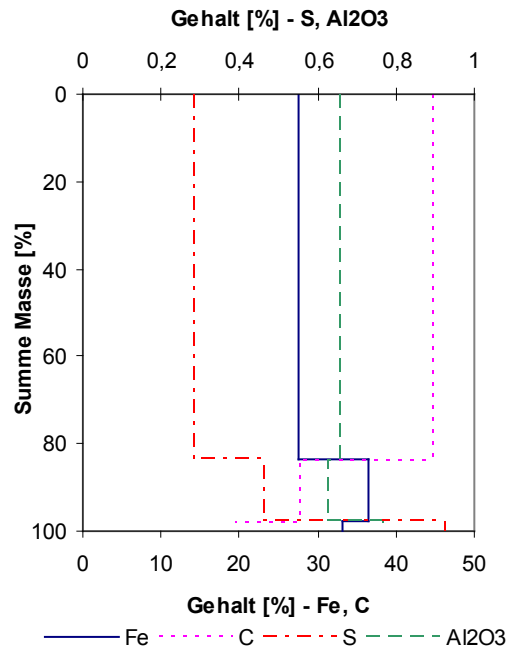
Der Fe-Gehalt steigt zu den feineren Fraktionen nur leicht an, sodass es zu 80 % im Grobgut verbleibt. C ist stark im Grobgut angereichert und wird zu 90 % hier ausgebracht.

Bei der untersuchten Pröbe von GSt sind die Schwermetallgehalte allgemein niedrig. Sollte hier trotzdem Bedarf nach ihrem Ausschleusen bestehen, kann dies mittels Sichtung bei relativ geringen Wertstoffverlusten erreicht werden. Siehe Tabelle 36 und Abbildung 67.

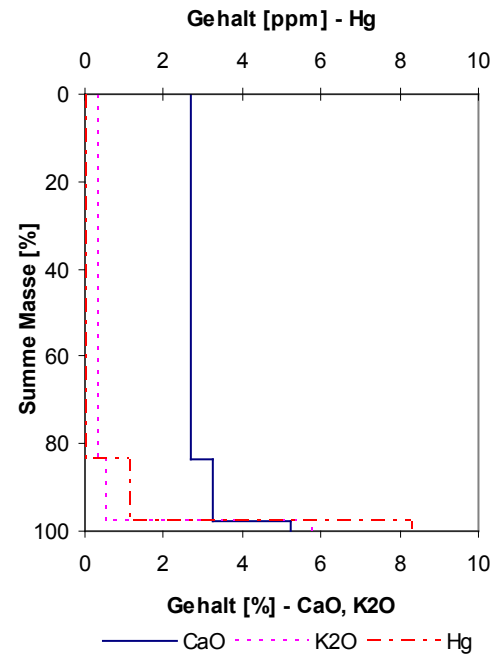
Tabelle 36: Laborsichter GST – Gehalte für HR

Fraktion	Masse %	Gehalt, % bzw. ppm									
		Fe	CaO	MgO	Pb	Zn	K ₂ O	Na ₂ O	C	S	Hg, ppm
Grobgut	83,7	27,65	2,69	1,08	0,010	0,019	0,324	0,176	44,58	0,283	0
Mittelgut	13,9	36,58	3,25	0,76	0,040	0,055	0,485	0,249	27,66	0,461	1,12
Feingut	2,4	33,23	5,23	0,64	0,152	0,205	5,718	0,457	19,47	0,924	8,27

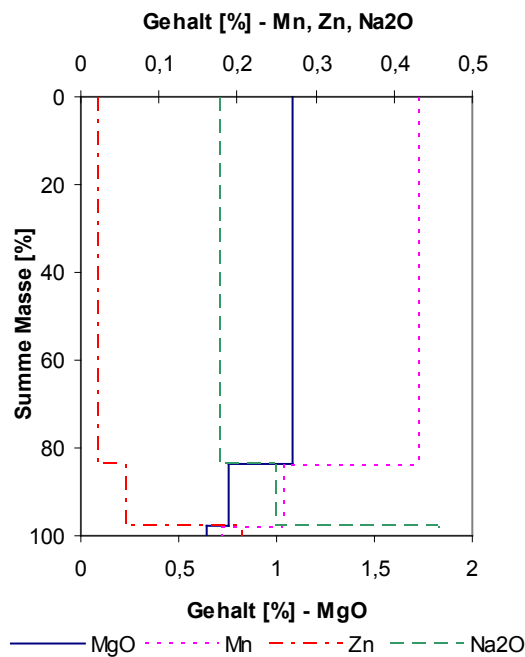
GSt - MZR



GSt - MZR



GSt - MZR



GSt - MZR

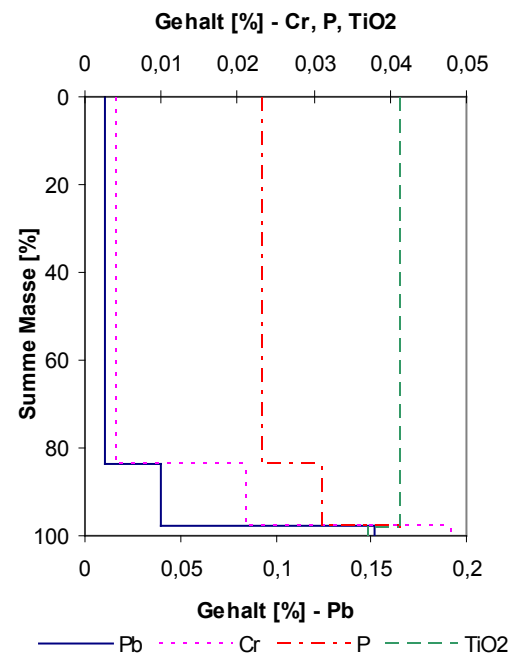


Abbildung 67: HR-Schaubild von GST – Laborsichter

Die Fraktionierung auf dem Davis-Rohrscheider erfolgte getrennt für die drei Korngrößenklassen 500/200, 200/100 und < 100 µm, welche alle etwa ein Drittel der Gesamtprobe ausmachen. Es wurde jeweils ein Magnetprodukt (MP) bei 1,8 A Erregerstromstärke abgetrennt. Das Masseausbringen von MP beträgt bei 500/200 µm 16 %, bei den zwei feineren Klassen 29 bzw. 28 %.

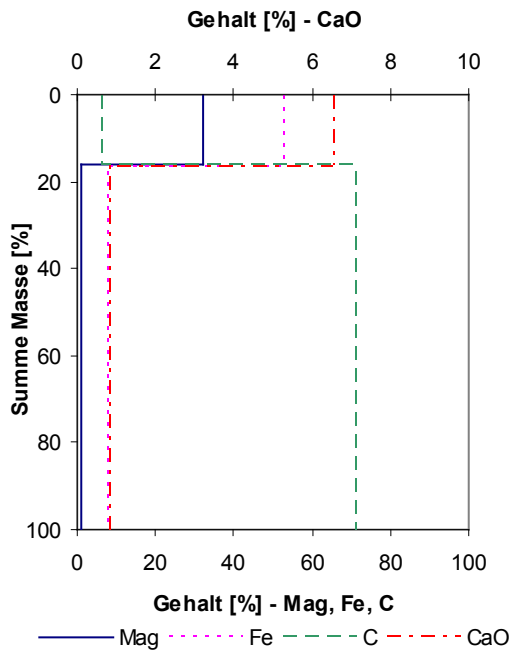
Das Trennergebnis in Bezug auf Mag ist bei den drei Korngrößenklassen mit Ausbringen von 86 bis 94 % sehr gut bis exzellent und stimmt auch in den Gehalten außerordentlich gut überein. Die Fe-Bilanz weicht wie bei anderen Proben deutlich davon ab: der Fe-Gehalt des MP verändert sich auf hohem Niveau nur wenig, er steigt aber im UM von 8 auf 28 % an, sodass sein Ausbringen im MP im schlechtesten Fall nur 44 % beträgt. Fe muss in den feineren Klassen als Bestandteil einer Phase geringerer Suszeptibilität vorhanden sein. C wird in allen drei Klassen zu mindestens 97,5 % im UM ausgebracht.

Die Schwermetalle Hg, Pb und Zn zeigen sehr unterschiedliches Verhalten. In allen drei Fällen ist Hg im MP nicht mehr nachweisbar und damit in der Bilanz zu 100 % im UM zu finden. Pb ist relativ schwach im UM angereichert und kommt dort auf ein Ausbringen von mindestens 77 %. Zn dagegen ist etwa im selben Ausmaß im MP angereichert, sein Ausbringen ist dort aber wegen des geringen Masseausbringens nur 26 bis 34 %. Siehe Tabelle 37 und Abbildung 68.

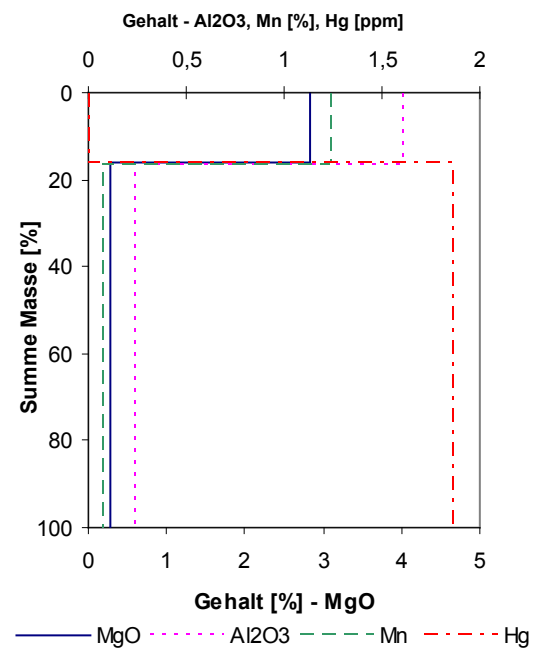
Tabelle 37: Davis-Rohrscheider GST – Gehalte für HR

Klasse µm	Strom A	Masse %	Gehalt, % bzw. ppm										
			Mag	Fe	CaO	MgO	Pb	Zn	K ₂ O	Na ₂ O	C	S	Hg, ppm
500/200	< 1,8	16,2	32,30	52,50	6,55	2,84	0,0108	0,0264	0,393	0,041	6,02	0,088	0
	> 1,8	83,8	1,02	7,54	0,81	0,27	0,0172	0,0148	0,487	0,231	71,06	0,417	1,86
200/100	< 1,8	28,7	36,30	55,85	6,01	2,81	0,0099	0,0171	0,383	0,081	0,82	0,032	0
	> 1,8	71,3	0,92	14,52	1,08	0,34	0,0136	0,0132	0,245	0,184	64,15	0,380	0,15
< 100	< 1,8	27,5	39,60	57,80	5,36	2,91	0,0133	0,0313	0,320	0,069	0,45	0,027	0
	> 1,8	72,5	1,13	27,93	1,55	0,41	0,0214	0,0271	0,203	0,114	42,46	0,273	0,41

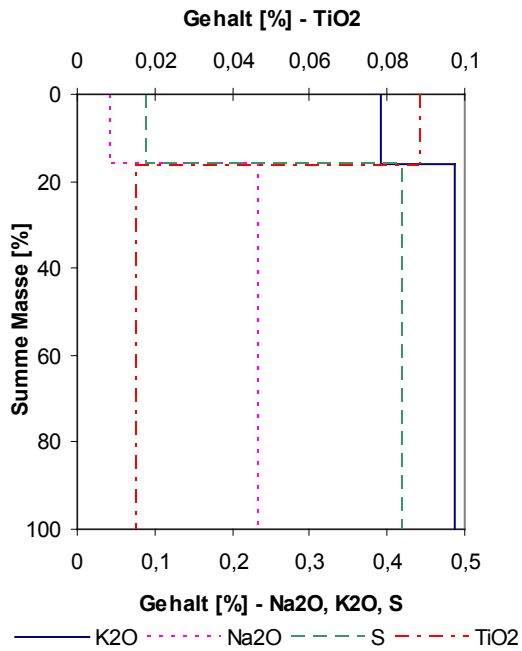
GSt - Davis-Tube 500/200



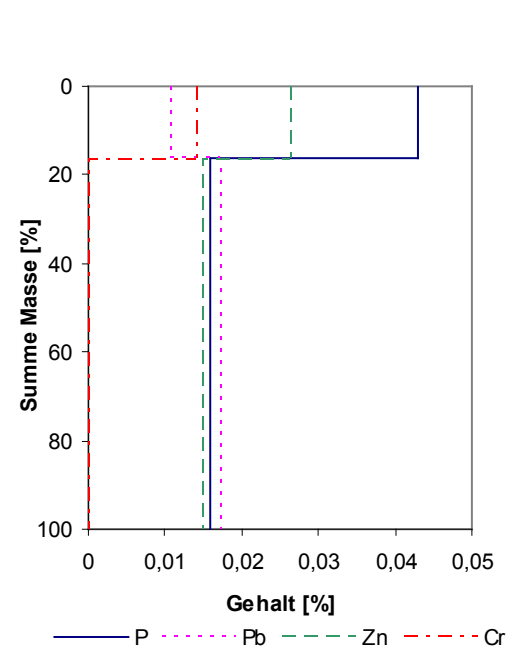
GSt - Davis-Tube 500/200



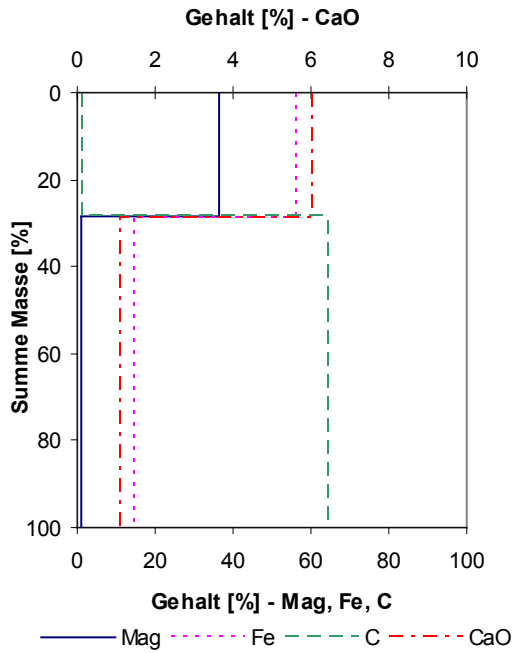
GSt - Davis-Tube 500/200



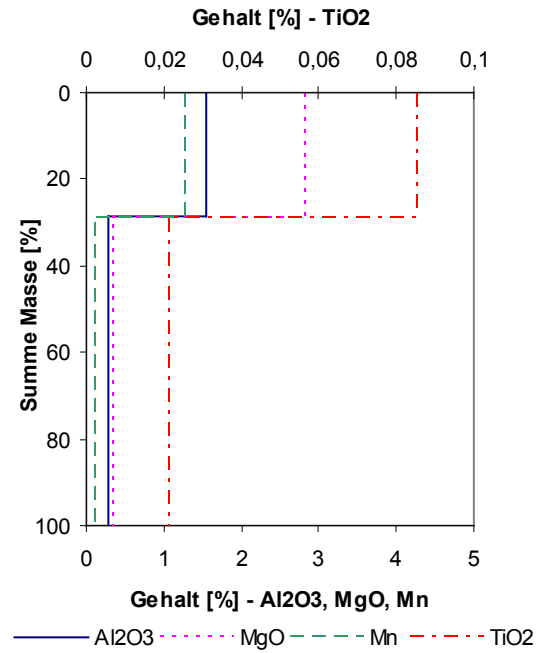
GSt - Davis-Tube 500/200



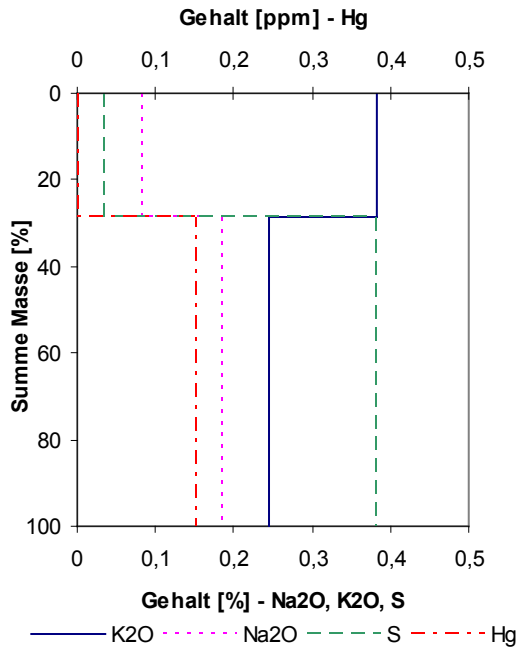
GSt - Davis-Tube 200/100



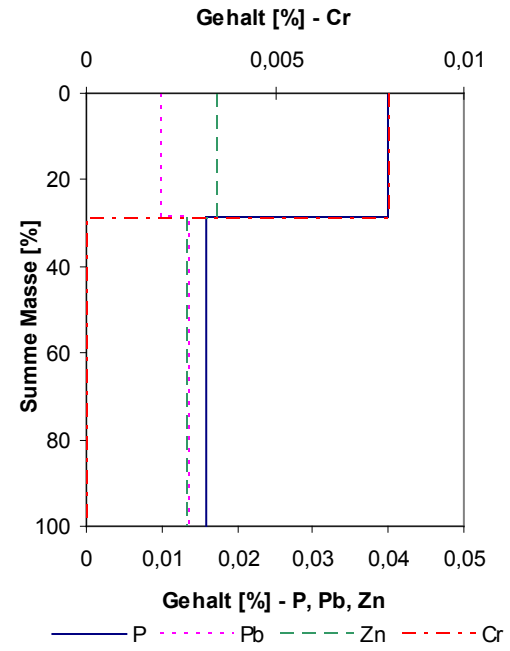
GSt - Davis-Tube 200/100



GSt - Davis-Tube 200/100



GSt - Davis-Tube 200/100



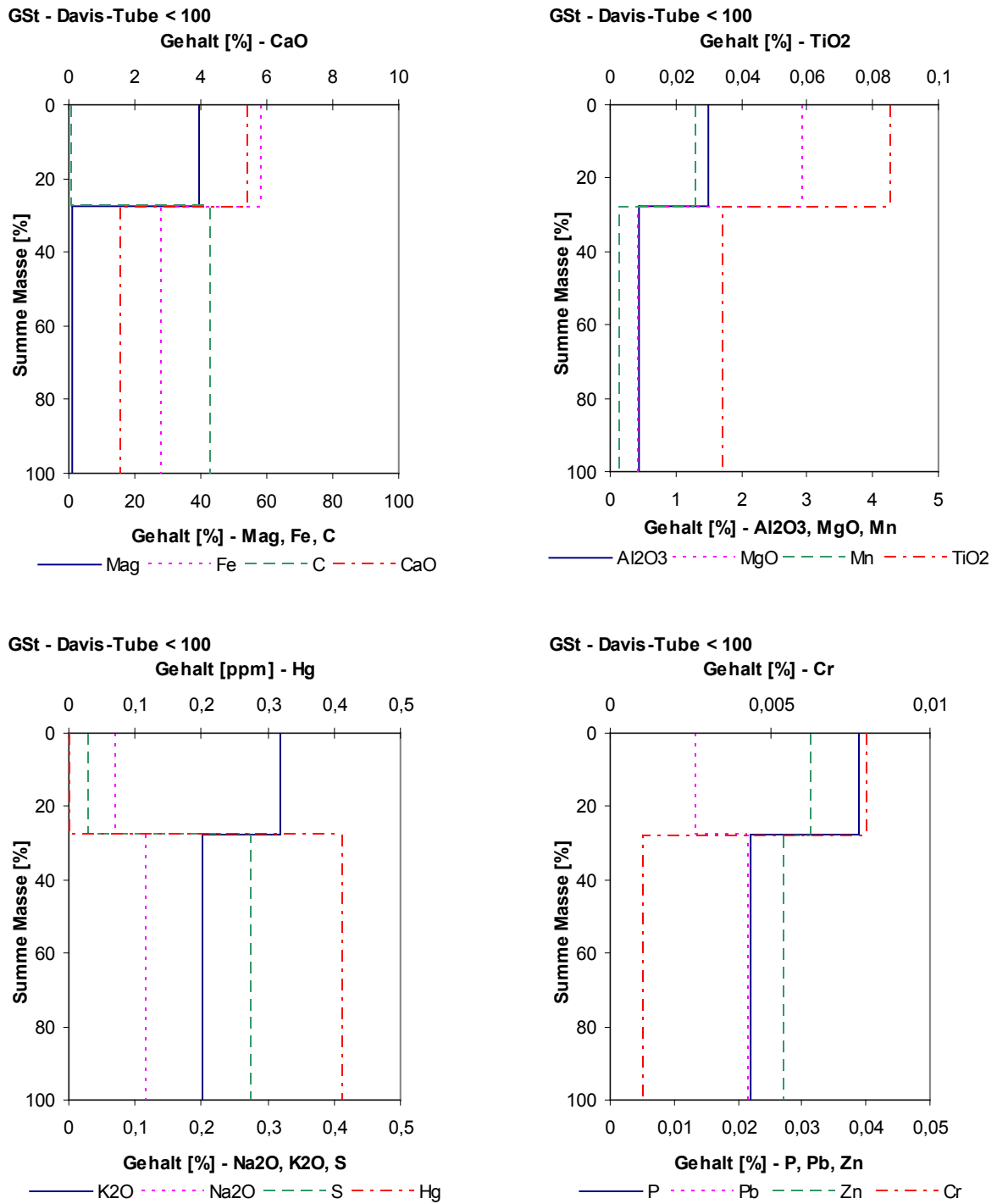


Abbildung 68: HR-Schaubild von GST – Davis-Rohrscheider

6.4.5 „Typische“ Staubproben unbekannter Herkunft

Das eigentliche Ziel der Untersuchungen mit diesen drei Stäuben war die Herstellung von Zn- und Fe-Konzentraten. Zur Verwendung als sekundärer Zn-Rohstoff sollte dessen Gehalt weiter angehoben werden, vor allem bei der Probe *BOF*. Für den Wiedereinsatz als Fe-Träger war eine wichtige Nebenforderung ein möglichst niedriger Zn-Gehalt (etwa 2 %; bei sehr hohem Fe-Gehalt auch bis zu 8 % Zn).

Die Abfolge der Untersuchungen war für die drei Proben im Wesentlichen identisch: Auf dem Laborsichter 100 MZR wurden sie bei den gleichen Einstellungen wie die vorangegangenen Staubproben in die drei Fraktionen von nominell > 25, 25/7 und < 7 µm aufgetrennt. Der Verlust an Feinstkorn im Filter ist mit 27, 24 bzw. 31 % der Aufgabe in allen drei Fällen außerordentlich hoch. Das Grobgut jedes Staubes wurde mittels Handmagnet (im Handel auch „Taschenmagnetscheider“ genannt) bei Abständen von 14 bis 2 mm im Bereich hoher Suszeptibilität in mehrere Suszeptibilitätsklassen eingeteilt. Zur Merkmalsklassenanalyse mittels Handmagnet siehe Abschnitt 4.1.1.4, bzw. Steiner und Böhm (2000). Auf dem Davis-Rohrscheider dagegen wurde der gesamte Korngrößenbereich der Proben aufgegeben und bei jeweils einer Erregerstromstärke in ein Magnetprodukt MP und den unmagnetischen Rückstand UM getrennt.

Die chemischen Analysen beschränkten sich bei diesen Proben auf Fe und Zn; für den Laborsichter wurde mittels RFA analysiert, für die „magnetischen“ Untersuchungen mittels energiedispersiver Röntgenspektroskopie am Rasterelektronenmikroskop (REM-EDX). Weiters wurden z.T. die Dichte und der Anteil an magnetisierbarem Material (in den HR-Schaubildern als „Mag“) in Form des Magnetitäquivalents bestimmt. Bei den meisten Bilanzen stimmt die rückgerechnete Aufgabe mit ihren Analysewerten sehr gut überein.

6.4.5.1 EAF

Die Fraktionierung auf dem 100 MZR ergab für Fe und Mag einen deutlich fallenden Verlauf mit kleiner werdender Korngröße, wobei im Feingut der Fe-Gehalt etwa doppelt so hoch ist wie Mag. Obwohl Zn zum Feinen hin stark ansteigt, ist aber die Trennung von Fe und Zn mittels Klassierung durch den hohen Masseanteil des Feingutes von beinahe 80 % nicht besonders erfolgreich. Siehe Tabelle 38 und Abbildung 69.

Tabelle 38: Laborsichter EAF – Gehalte für HR

Fraktion	Masse %	Gehalt, %		
		Mag	Fe	Zn
Grobgut	9,5	20,22	22,8	13,9
Mittelgut	11,6	10,99	17,8	29,3
Feingut	78,9	5,45	13,5	39,6

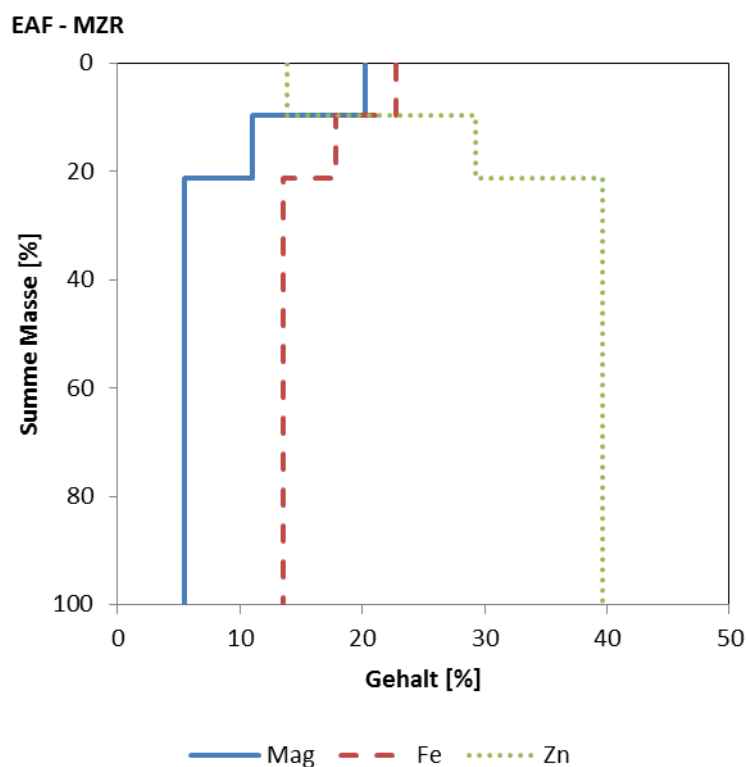


Abbildung 69: HR-Schaubild von EAF – Laborsichter

Vom Sichtergrubgut wurden mit dem Handmagneten die ersten Körner bei einem Abstand von 12 mm zwischen Magnet und Probe gezogen. Die weiteren Suszeptibilitätsklassen teilen sich gleichmäßig auf den gesamten Abstandsbereich auf (Abbildung 70). Mag sinkt mit einer kleinen Unstetigkeit von über 50 auf 0,6 % ab, die EDX-Analysen ergeben mit kleiner werdendem Abstand einen stetig sinkenden Fe-Gehalt. Auffällig ist, dass sich die beiden Verläufe von Fe und Mag im HR-Schaubild bei etwa 50 Massenprozent schneiden und das vom Magneten nicht gezogene Material immer noch einen Fe-Gehalt von etwa 6 % aufweist. Der Zn-Verlauf steigt zweimal kräftig an und fällt dazwischen stark ab. Da der rückgerechnete Gehalt der gesamten Fraktion mit der RFA-Analyse sehr gut zusammen passt, wird davon ausgegangen, dass diese Zn-Verteilung durch sein Auftreten in verschiedenen stark magnetischen Phasen verursacht wird (Tabelle 39, Abbildung 71).

Tabelle 39: Handmagnet EAF – Gehalte für HR

Abstand mm	Klasse %	Gehalt, %		
		Mag	Fe	Zn
12	1,8	n.a.	54,61	4,36
10	21,2	52,40	39,99	11,26
8	16,1	33,60	31,62	15,72
6	11,1	34,00	21,60	17,68
2	25,1	4,78	11,79	6,84
0	24,8	0,64	6,18	11,80

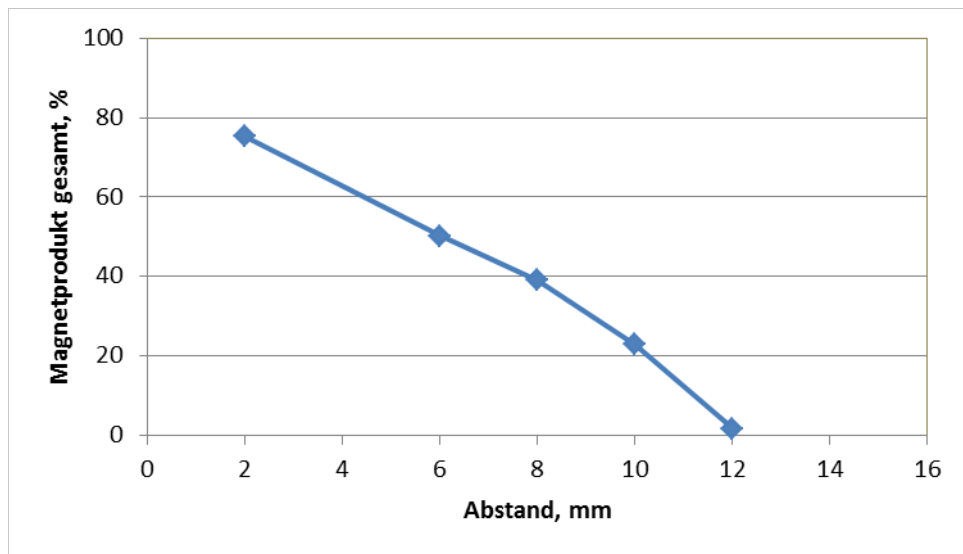


Abbildung 70: Magnetisierbarkeitsverteilung mit Handmagnet – EAF

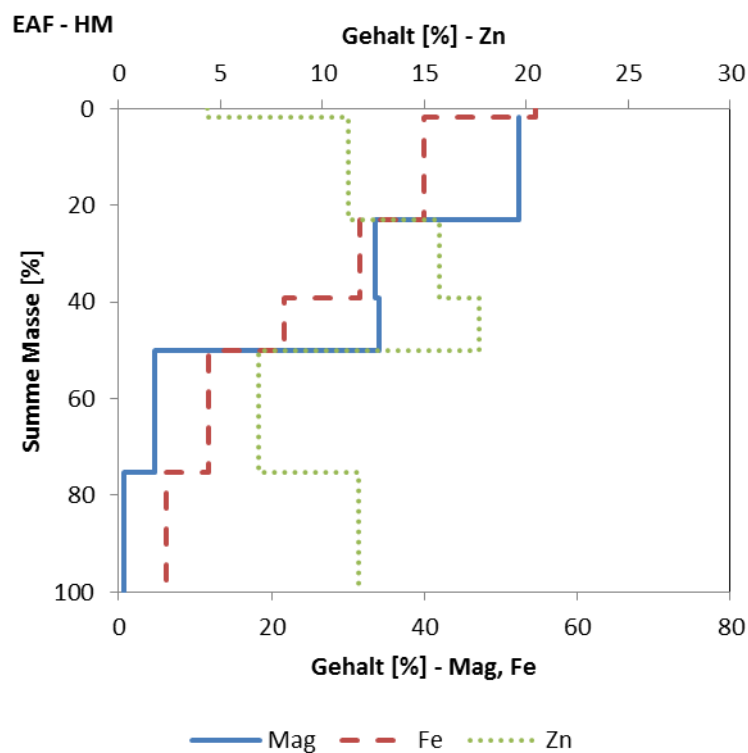


Abbildung 71: HR-Schaubild von EAF – Handmagnet

Die Fraktionierung auf dem Davis-Rohrscheider war erfolglos: selbst beim maximalen Erregerstrom von 1,8 A wurde kein Magnetprodukt zurückgehalten. Dieses Ergebnis ist insofern überraschend, als das Sichtergrobgut knapp 10 % der Gesamtprobe ausmacht und etwa die Hälfte dieser Fraktion laut Handmagnet einen einigermaßen hohen Mag-Gehalt aufweist. Auch wenn mit sinkender Partikelgröße die magnetische Kraft deutlich stärker abnimmt als der Wasserwiderstand und damit die Körner mit

zusätzlich auch noch geringerer Suszeptibilität nicht mehr zurückgehalten werden können, wäre ein Magnetprodukt mit etwa 2-3 % Masseausbringen zu erwarten gewesen.

6.4.5.2 BOF

Der Zn-Gehalt der Siebfraktionen steigt vom Grob- zum Feingut ständig und deutlich an. Fe dagegen ist in allen Fraktionen auf hohem Niveau, wobei das Mittelgut den geringsten Gehalt aufweist. Da Mag die gleiche Entwicklung zeigt und das Mittelgut auch die geringste Dichte der drei Produkte hat, kann ein Analysenfehler ausgeschlossen werden. Das Verhältnis von Fe- zu Mag-Gehalt steigt etwa gleich stark wie bei den MZR-Produkten von *EAF* zu kleineren Partikeln hin an (Tabelle 40, Abbildung 72).

Tabelle 40: Laborsichter BOF – Gehalte für HR

Fraktion	Masse %	Gehalt, %		
		Mag	Fe	Zn
Grobgut	27,6	41,86	46,8	6,8
Mittelgut	16,9	28,97	38,9	13,1
Feingut	55,5	33,03	45,2	20,3

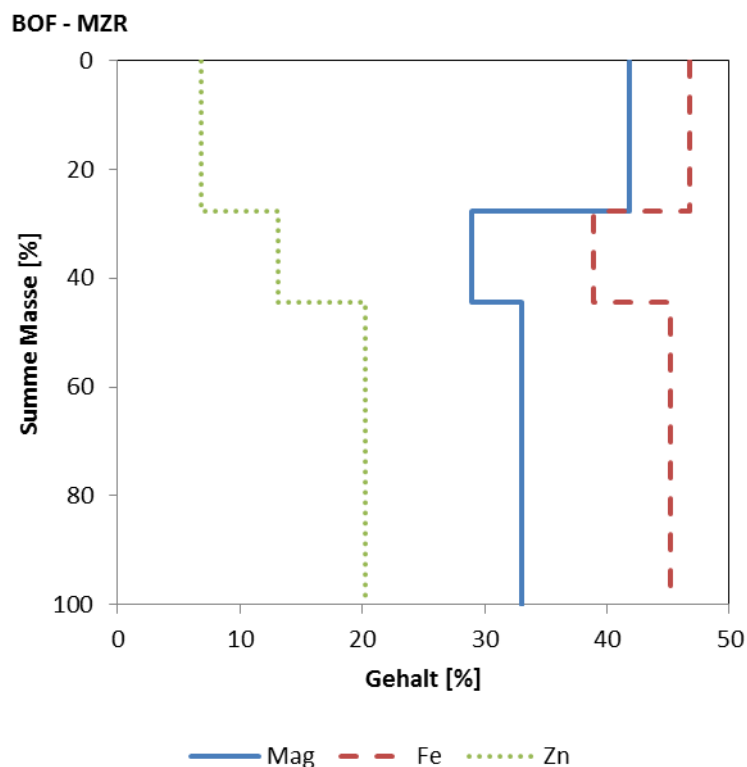


Abbildung 72: HR-Schaubild von BOF – Laborsichter

Bei der Analyse des Sichtergrobgutes mit dem Handmagneten werden die ersten Partikel bereits bei 14 mm Abstand gezogen, bei 10 mm sind es in Summe bereits 80 % (Abbildung 73). Die Mag-Gehalte sinken wie erwartet mit dem Abstand ab. Im direkten Vergleich der Klassen 12/10 und 10/6 mm ist der Gehalt der *BOF*-Klassen aber deutlich niedriger als die von *EAF*. Wie bei *EAF* überschneiden sich die Verläufe von Fe und Mag, auch hier ist der Fe-Gehalt der unmagnetischsten Klasse um eine Größenordnung höher als Mag. Beide Tendenzen sind aber weniger stark als bei *EAF*. Zn hat wieder keine klare Tendenz, die Gehalte der einzelnen Klassen unterscheiden sich viel weniger als bei *EAF* (Tabelle 41, Abbildung 74)

Tabelle 41: Handmagnet BOF – Gehalte für HR

Abstand mm	Klasse %	Gehalt, %		
		Mag	Fe	Zn
14	2,3	n.a.	46,64	7,05
12	30,3	62,20	59,96	5,60
10	43,4	41,50	39,59	7,94
6	15,8	22,50	29,27	6,69
0	8,2	3,61	21,79	4,03

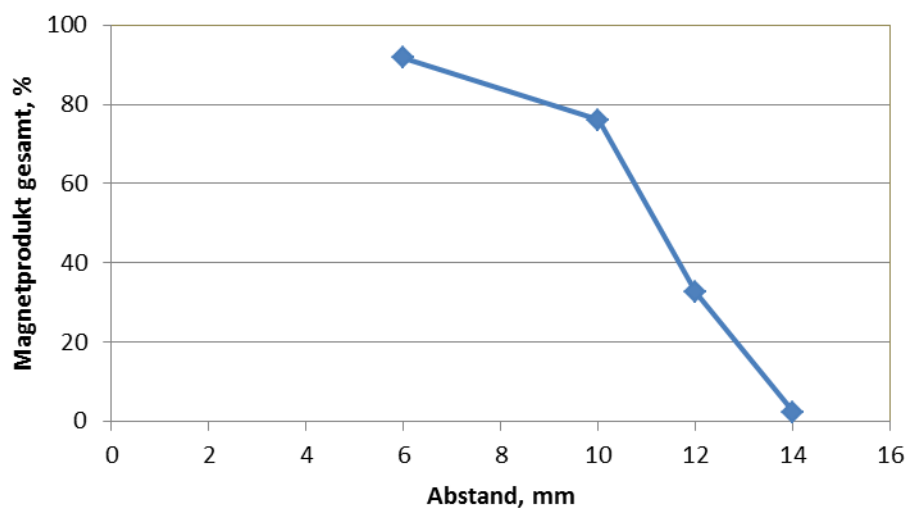


Abbildung 73: Magnetisierbarkeitsverteilung mit Handmagnet – BOF

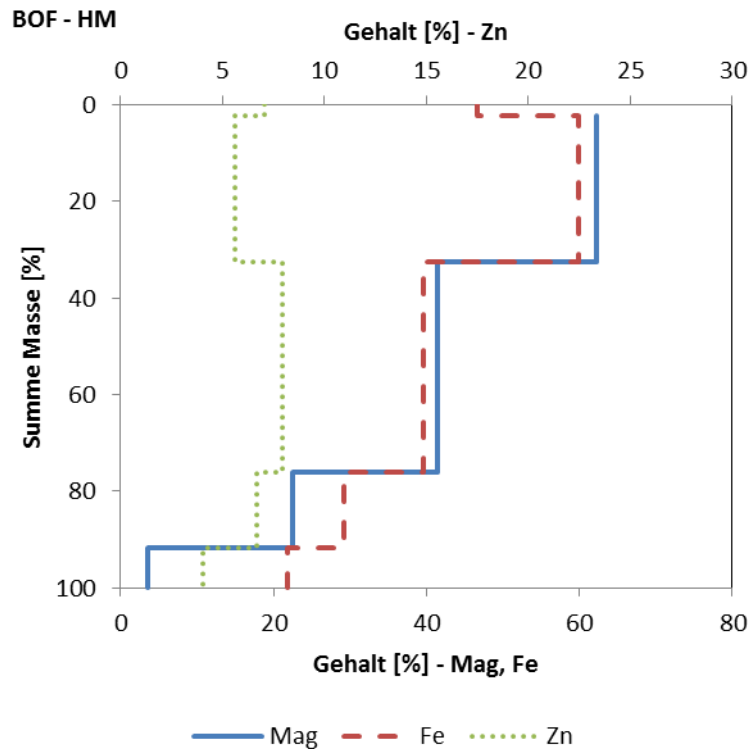


Abbildung 74: HR-Schaubild von BOF – Handmagnet

Auf dem Davis-Rohrscheider wurde die gesamte Probe aufgegeben und bei 0,5 A Erregerstromstärke fraktioniert. Laut EDX wird Fe im MP, Zn dagegen im UM angereichert. Während die Zn-Bilanz mit der RFA-Analyse übereinstimmt, ist der Widerspruch bei Fe mit 33 % (Aufgabe berechnet) vs. 45 % (Aufgabe analysiert) riesig. Da bei der relativ geringen Stromstärke nur Partikel mit sehr hoher Suszeptibilität zurückgehalten werden, ist für diese ein mittlerer Fe-Gehalt von 48 % unrealistisch niedrig. Aus dem direkten Vergleich mit den Satmagan-Werten für die Sichter- und Handmagnetprodukte ist eher mit einem Fe-Gehalt von 65 % zu rechnen. In Kombination mit etwa 43 % Fe im UM wäre der Widerspruch aufgelöst.

Diese Schätzwerte werden von den Gehalten des Sichterfeingutes (33 % Mag, 45 % Fe) gestützt, denn dieses wird auch bei relativ hoher Suszeptibilität zum Großteil im UM ausgebracht. Die widersprüchliche Fe-Bilanz wurde vermutlich durch Probenahmefehler bei der kleinen Analysenprobe für EDX sowohl bei MP als auch bei UM verursacht. Siehe Tabelle 42 und Abbildung 75, wo die Fe-Gehalte laut Analyse eingetragen sind.

Tabelle 42: Davis-Rohrscheider BOF – Gehalte für HR

Strom A	Masse %	Gehalt, %		
		Mag	Fe	Zn
< 0,5	12,4	64,51	47,61 ^{*)}	9,94
> 0,5	87,6	26,96	31,43 ^{*)}	15,45

^{*)} großer Widerspruch zur Eingangspröbe

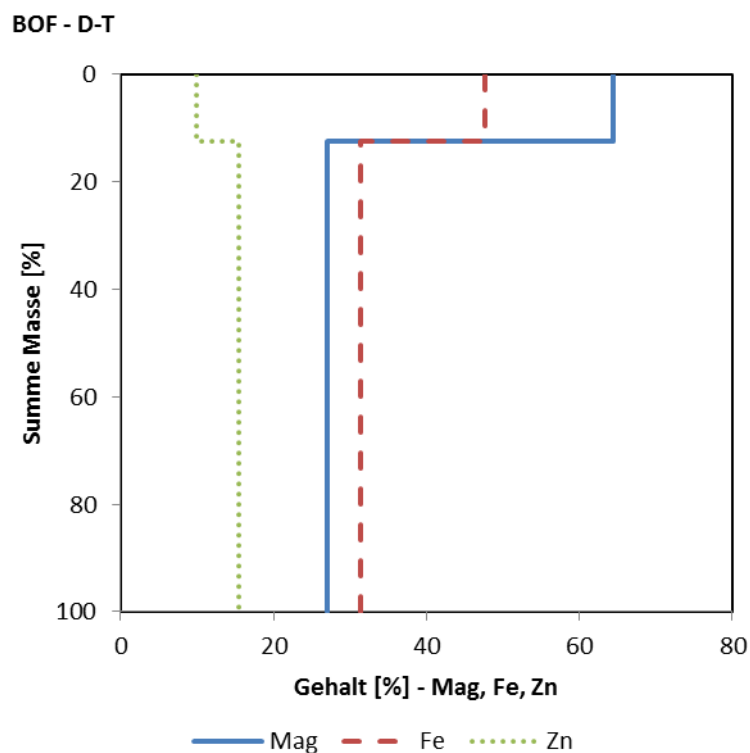


Abbildung 75: HR-Schaubild von BOF – Davis-Rohrscheider. Fe-Gehalte stark widersprüchlich zur Aufgabe-Analyse

6.4.5.3 Cup

Die drei Produkte des Laborsichters sind bei *Cup* massenmäßig etwa gleich stark. Sowohl Fe als auch Zn steigen hier zum Feingut hin gleichmäßig schwach an, sodass ihre Trennung durch Klassierung bei diesem Staub von Grund auf nicht möglich ist (Tabelle 43, Abbildung 76). Die Satmagan-Werte sind in allen Fraktionen extrem gering und haben eine leicht fallende Tendenz. Die beiden Phasen „dunkle grobe Partikel“ und „gelbliche Agglomerate“ aus Abbildung 19 sind in allen Fraktionen zu erkennen.

Tabelle 43: Laborsichter Cup – Gehalte für HR

Fraktion	Masse %	Gehalt, %		
		Mag	Fe	Zn
Grobgut	30,7	1,27	10,1	24,3
Mittelgut	33,8	0,89	12,8	28,0
Feingut	35,5	0,89	14,4	30,5

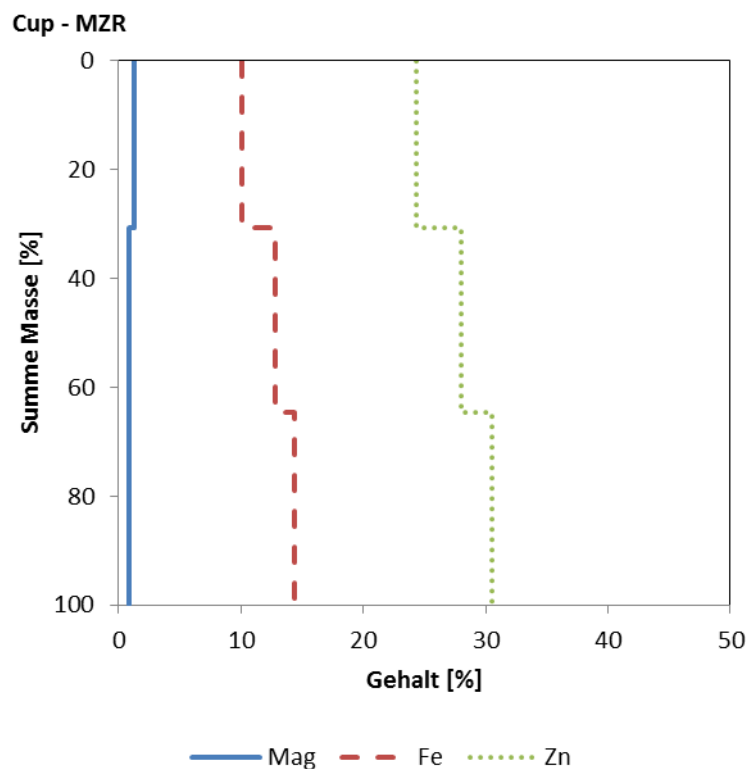


Abbildung 76: HR-Schaubild von Cup – Laborsichter

Die Analyse des Grobgutes mittels Handmagnet ergab kein brauchbares Ergebnis, da die ersten Partikel (10 % der Probe) erst bei 2 mm Abstand ausgehoben wurden.

Daher wurde für die Fraktionierung der gesamten Probe auf dem Davis-Rohrscheider die Erregerstromstärke auf den Maximalwert von 1,8 A eingestellt. Es war zu beobachten, dass zu Beginn der Reinigungsphase noch deutlich mehr Magnetprodukt zurückgehalten wurde, dieses aber nach und nach ausgespült wurde. Somit blieben schlussendlich nur 0,5 % der Aufgabe als Magnetprodukt. Diese Partikel waren knapp an der Grenze zwischen MP und UM, damit könnten sie eventuell bereits bei einer leichten Erhöhung des Magnetfeldes ins MP ausgebracht werden.

Die Produkte MP und UM unterscheiden sich im Fe-Gehalt nur wenig, dieses ist im MP schwach angereichert. Der Zn-Gehalt dagegen ist zwar im MP mit 4 % gegenüber dem UM mit 25 % sehr gering, durch das extrem niedrige Masseausbringen des MP ist die Schwachfeldmagnetscheidung aber nicht in der Lage eine brauchbare Trennung herbeizuführen, siehe Tabelle 44. Die rückgerechnete Aufgabe stimmt bei beiden Elementen mit der RFA-Analyse sehr gut zusammen.

Tabelle 44: Davis-Rohrscheider Cup – Gehalte für HR

Strom A	Masse %	Gehalt, %	
		Fe	Zn
< 1,8	0,5	14,40	4,13
> 1,8	99,5	11,70	25,14

6.5 Trennversuche

Die in diesem Abschnitt beschriebenen Untersuchungen kommen für die Probencharakterisierung oder Merkmalsklassenanalyse von vornherein nicht in Betracht und werden deshalb als „Trennversuche“ bezeichnet. Der erste Teil betrifft die Sichtung von vier verschiedenen Staubproben auf einem Produktionssichter, der zweite eine Serie von Klassierversuchen einer Probe auf einem Hydrozyklonstand im Technikum.

6.5.1 Sichtung im Pilotmaßstab

Bei den Stäuben der Sichtversuche handelt es sich einerseits um neue Proben der bereits bekannten Sorten *AF30* und *AF40* sowie die neuen Typen „*LD grob*“ und „*Sek 1.2*“, deren Herkunft in Abschnitt 5.4 beschrieben wurde. Von allen Proben standen 70 bis 100 kg zur Verfügung. Zu den Beprobungen selbst sind keine Informationen vorhanden.

Mit diesen Versuchen sollten die auf Grund der Fraktionierungen mit dem Laborsichter getroffenen Aussagen bezüglich Trennbarkeit mittels Klassierung überprüft werden. Die Versuche wurden bei PMT Powder Processing in Kammern, Österreich, durchgeführt. Beim verwendeten Apparat handelt es sich um eine Spiralstrahlmühle mit einem integrierten Abweiseradsichter. Bei genügend niedrigem Druck in der pneumatischen Aufgabevorrichtung reicht die Beanspruchung im Mühlenteil nicht für eine Zerkleinerungswirkung, die Probe wird aber wirkungsvoll dispergiert. Entsprechend den angestrebten Trennschnitten von ungefähr 10 und 20 μm wurde zuerst etwa die Hälfte jeder Probe bei 6.000 min^{-1} des Sichterades verarbeitet. Der Wechsel zur Klassierung mit 3.000 min^{-1} erfolgte immer bei laufendem Betrieb. Das Grobgut wurde direkt am Mühlengehäuse entnommen, das Feingut dagegen an einem höher liegenden Schlauchfilter abgeschieden und nach Abreinigung des Filters über einen mehrere Meter langen Spiralschlauch in einen Sack abgefüllt. Dadurch kam es beim Feingut aller Teilversuche mit 3.000 min^{-1} zu Unschärfen, die mit Sicherheit relevant sind. Das Grobgut sollte dagegen durch den schnellen Austrag davon kaum betroffen sein. Der Schlauchfilter und der Spiralschlauch mit unebener Innenseite führten außerdem zu Verschleppungen von Feingut von einer Staubsorte zur nächsten. Deren Ausmaß ist nicht bekannt.

Die Aufgaben und Produkte aller Teilversuche wurden auf vier bzw. fünf Elemente analysiert, außerdem stehen die Korngrößenverteilungen nach CILAS zur Verfügung. Aus beiden Analysen wurde versucht, nach Lagrange die Masseausbringen zu berechnen. Der Vergleich mit den direkt gewogenen Produktmassen ergibt extreme Diskrepanzen und wird im folgenden Unterpunkt behandelt.

6.5.1.1 Massebilanzen

Durch die Umstellung auf 3.000 min^{-1} bei laufendem Betrieb können die direkt gewogenen Produktmassen nur als Anhaltswerte verstanden werden und finden keine Verwendung in den Auswertungen. Die Massebilanzen wurden sowohl auf Basis der Korngrößenverteilungen als auch der chemischen Analysen der Produkte erstellt. Der Lagrange-Ausgleich mit der Nebenbedingung der Masseausbringen ist in Abschnitt 4.3.2 beschrieben.

Die große Anzahl von Durchgangswerten laut CILAS wurde auf neun Korngrößenklassen von $150/125$ bis $< 2 \mu\text{m}$ reduziert, womit das Gleichungssystem noch 8-fach überbestimmt ist. Nach dem Ausgleich ist die Summe der Fehlerquadrate bei allen 6.000er Trennungen geringer als bei 3.000 min^{-1} und bis auf *Sek 1.2* ist der Unterschied immer sehr ausgeprägt. Geringere Fehlerquadrate deuten zwar allgemein auf vertrauenswürdigeren Analysen hin, aber bei diesen Klassierungen ergibt der Ausgleich bei den 6.000er Einstellungen mit dem Grobgutausbringen von etwa 93 % zweimal einen sehr unrealistischen Wert.

Auch beim Ausgleich auf Basis der chemischen Analysen sind die Fehlerquadrate bei den 6.000er Trennungen generell geringer als bei 3.000 min^{-1} , ausgenommen Fe bei *Sek 1.2*. Bei Verwendung nur eines chemischen Elementes stimmt das Masseausbringen bei *AF30* und *AF40* für Fe, Na, K und Cl sehr gut überein, aber Hg liefert ein Grobgutausbringen, das im extremsten Fall $2 \frac{1}{2}$ -mal so hoch ausfällt. Bei *LD grob* und *Sek 1.2* sind die Unterschiede im Masseausbringen aus einzelnen Elementen eklatant, es lassen sich aber keine systematischen Auffälligkeiten feststellen. Die Analysenwerte wurden direkt verwendet, daher ist das Ergebnis des Ausgleiches von den Hauptbestandteilen dominiert: Fe, K und Cl bei den Elektrofilterstäuben, Fe und Ca bei *LD grob* und *Sek 1.2*.

Tabelle 45 fasst die Ergebnisse des Ausgleiches der einzelnen Teilversuche zusammen und bietet einen Vergleich mit Rückstandswerten aus den Korngrößenverteilungen der Aufgaben, die in etwa den Trennschnitten entsprechen und somit näherungsweise das Masseausbringen des Grobgutes bei idealer Klassierung angeben sollten. Es fällt auf, dass die Reihung der vier Proben nach dem Ausgleich der Cilas-Daten auch die Reihung gemäß den Rückstandswerten der Aufgaben laut Cilas ist. Die Abweichungen betragen aber von 9 bis 24 %-Punkte. Das Masseausbringen des Grobgutes nach dem Ausgleich aus den Gehalten stimmt mit den Durchgangswerten laut Cilas nur für *LD grob* bei beiden Einstellungen sowie für *AF40* bei 6.000 min^{-1} mit Abweichungen von 1 bis 6 %-Punkten sehr gut überein. Bei den restlichen Versuchen beträgt die Abweichung zwischen 10 und 31 %-Punkte.

Tabelle 45: Sichtung im Pilotmaßstab – Masseausbringen Grobgut nach Lagrange-Ausgleich

	Rückstand, %		Masseausbringen Grobgut, %			
	Aufgabe laut Cilas		3.000 min ⁻¹		6.000 min ⁻¹	
	R ₂₀	R ₁₀	Gehalte	Cilas	Gehalte	Cilas
AF30	42	63	31	62	53	87
AF40	56	71	36	65	65	93
LD grob	64	71	63	76	68	94
Sek 1.2	28	41	41	46	72	55

Aus Gründen der Durchgängigkeit wurden für die Inhaltsbilanzen die Ergebnisse des Ausgleiches aus chemischen Analysen verwendet. Da nicht bekannt ist, wie vertrauenswürdig die einzelnen Analysen bei den beiden Stahlwerksstäuben sind, enthält die Ausgleichsrechnung keine Gewichtung. Dementsprechend groß fallen auch die Unsicherheiten in den Bilanzen dieser Versuche aus. Die letzte Zeile jeder Bilanz gibt die Analysenwerte der Aufgabe an.

6.5.1.2 AF30

Tabelle 46: Bilanz Sichtung im Pilotmaßstab, 6.000 min⁻¹ – AF30

Fraktion	Masse %	Gehalte, % bzw. ppm					Ausbringen, %				
		Fe	Hg, ppm	Na	K	Cl	Fe	Hg	Na	K	Cl
Grobgut	53,4	38,2	12,9	0,38	8,3	5,7	92,7	28,0	19,1	17,1	14,1
Feingut	46,6	3,46	38,1	1,85	46,0	39,7	7,3	72,0	80,9	82,9	85,9
Summe	100,0	22,0	25,0	1,06	25,9	21,5	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0
Aufgabe		22,8	19,0	1,10	26,8	21,3					

Tabelle 47: Bilanz Sichtung im Pilotmaßstab, 3.000 min⁻¹ – AF30

Fraktion	Masse %	Gehalte, % bzw. ppm					Ausbringen, %				
		Fe	Hg, ppm	Na	K	Cl	Fe	Hg	Na	K	Cl
Grobgut	31,4	40,4	12,6	0,32	6,8	4,8	59,3	13,7	9,7	8,3	7,2
Feingut	68,6	12,7	36,5	1,36	34,5	28,2	40,7	86,3	90,3	91,7	92,8
Summe	100,0	21,4	29,0	1,03	25,8	20,8	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0
Aufgabe		22,8	19,0	1,10	26,8	21,3					

Von den analysierten Elementen wird nur Fe im Grobgut angereichert. Somit ist eine sehr gute Abtrennung von den Schadstoffen möglich, wie sie aus den Ergebnissen mit dem Laborsichter bereits abgeleitet wurde. Die Übereinstimmung der berechneten und analysierten Aufgabegehalte ist bei allen

Elementen außer Hg sehr gut und deckt die entsprechenden Aussagen bezüglich der Ausgleichsrechnung.

6.5.1.3 AF40

Tabelle 48: Bilanz Sichtung im Pilotmaßstab, 6.000 min⁻¹ – AF40

Fraktion	Masse %	Gehalte, % bzw. ppm					Ausbringen, %				
		Fe	Hg, ppm	Na	K	Cl	Fe	Hg	Na	K	Cl
Grobgut	65,4	36,40	9,1	0,38	8,1	6,0	95,3	28,5	28,6	24,2	22,7
Feingut	34,6	3,43	43,3	1,80	48,0	38,6	4,7	71,5	71,4	75,8	77,3
Summe	100,0	25,00	21,0	0,87	21,9	17,3	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0
Aufgabe		24,10	17,0	0,86	21,6	16,7					

Tabelle 49: Bilanz Sichtung im Pilotmaßstab, 3.000 min⁻¹ – AF40

Fraktion	Masse %	Gehalte, % bzw. ppm					Ausbringen, %				
		Fe	Hg, ppm	Na	K	Cl	Fe	Hg	Na	K	Cl
Grobgut	35,8	44,30	2,1	0,11	1,5	1,9	64,8	3,5	4,6	2,5	4,0
Feingut	64,2	13,41	32,2	1,27	32,9	25,6	35,2	96,5	95,4	97,5	96,0
Summe	100,0	24,50	21,0	0,85	21,7	17,1	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0
Aufgabe		24,10	17,0	0,86	21,6	16,7					

Bei 6.000 min⁻¹ sind die Gehalte und Ausbringen mit AF30 durchaus vergleichbar, bei 3.000 gelingt die Trennung von Fe und Schadstoffen noch deutlich besser als oben. Auch bei dieser Probe sind die Abweichungen der Aufgabegehalte bis auf Hg extrem gering.

6.5.1.4 LD grob

Tabelle 50: Bilanz Sichtung im Pilotmaßstab, 6.000 min⁻¹ – LD grob

Fraktion	Masse %	Gehalte, % bzw. ppm				Ausbringen, %			
		Fe	Pb, ppm	Zn	Ca	Fe	Pb	Zn	Ca
Grobgut	68,0	45,5	46	1,08	19,1	82,4	16,7	47,8	62,7
Feingut	32,0	20,6	488	2,51	24,1	17,6	83,3	52,2	37,3
Summe	100,0	37,5	187	1,54	20,7	100,0	100,0	100,0	100,0
Aufgabe		37,9	87	2,03	22,4				

Tabelle 51: Bilanz Sichtung im Pilotmaßstab, 3.000 min⁻¹ – LD grob

Fraktion	Masse %	Gehalte, % bzw. ppm				Ausbringen, %			
		Fe	Pb, ppm	Zn	Ca	Fe	Pb	Zn	Ca
Grobgut	63,2	51,0	33	0,98	15,20	86,5	21,2	44,9	45,8
Feingut	36,8	13,7	211	2,08	31,00	13,5	78,8	55,1	54,2
Summe	100,0	37,3	98	1,39	21,01	100,0	100,0	100,0	100,0
Aufgabe		37,9	87	2,03	22,40				

Die Abtrennung von Pb und Zn gelingt einigermaßen, wobei das Ziel von unter 0,5 % Zn im Eisenprodukt doch deutlich verfehlt wird. Die Ergebnisse der beiden Einstellungen sind durch den geringen Unterschied im Masseausbringen ziemlich ähnlich. Die Werte für Zn sind bei beiden Einstellungen stark fehlerbehaftet, der Widerspruch für Pb ist bei 6.000 min⁻¹ extrem groß.

6.5.1.5 Sek 1.2**Tabelle 52: Bilanz Sichtung im Pilotmaßstab, 6.000 min⁻¹ – Sek 1.2**

Fraktion	Masse %	Gehalte, % bzw. ppm				Ausbringen, %			
		Fe	Pb, ppm	Zn	Ca	Fe	Pb	Zn	Ca
Grobgut	72,1	43,0	24	0,55	12,50	82,4	3,9	40,0	89,6
Feingut	27,9	23,7	1510	2,12	3,75	17,6	96,1	60,0	10,4
Summe	100,0	37,6	439	0,99	10,06	100,0	100,0	100,0	100,0
Aufgabe		38,4	34	1,52	8,42				

Tabelle 53: Bilanz Sichtung im Pilotmaßstab, 3.000 min⁻¹ – Sek 1.2

Fraktion	Masse %	Gehalte, % bzw. ppm				Ausbringen, %			
		Fe	Pb, ppm	Zn	Ca	Fe	Pb	Zn	Ca
Grobgut	40,8	39,5	19	0,43	15,80	44,7	2,2	13,4	65,9
Feingut	59,2	33,6	585	1,91	5,63	55,3	97,8	86,6	34,1
Summe	100,0	36,0	354	1,31	9,78	100,0	100,0	100,0	100,0
Aufgabe		38,4	34	1,52	8,42				

Die Abstoßung von Pb in das Feingut ist bei *Sek 1.2* zwar rechnerisch in beiden Einstellungen exzellent, aber der Widerspruch zwischen berechneter und analysierter Aufgabe liegt bei einem Faktor von 10 bzw. 13. Damit ist die Pb-Bilanz mangels Kontrollmöglichkeit nicht aussagekräftig.

Die Abweichungen sind für Zn in der gleichen Größenordnung wie bei *LD grob*. Laut Analyse wurde das Ziel von unter 0,5 % Zn bei 6.000 min⁻¹ knapp verfehlt und bei 3.000 min⁻¹ knapp eingehalten.

6.5.2 Zyklonierung von Gichtschlamm

Hauptziel der Klassierversuche mit Gichtschlamm am Hydrozyklon war die Abtrennung von Zn bei Rückgewinnung von Fe und C. Die Eingangsprobe, im Weiteren *GSch* genannt, war der Austrag der Kammerfilterpresse mit einem Wassergehalt von 29,5 %.

Da von vornherein eine längere Versuchsreihe geplant war, wurde nach Probeteilung eine ausreichende Menge mit Leitungswasser zu einer „Stammtrübe“ mit einer Feststoffanteil von 22 %-vol angerührt. Diese hat eine pastöse Konsistenz, die die Teilprobenentnahme sehr erleichtert, da es nicht zu Sedimentation und Entmischung kommt, sondern der gesamte Feststoff nach längerer Zeit kompaktiert und sich darüber eine geringe Klarwasserschicht ausbildet.

6.5.2.1 Zyklonstand und Versuchsdurchführung

Der Zyklonstand des Lehrstuhls für Aufbereitung und Veredlung besteht im Wesentlichen aus einem Sumpf, einer Kreiselpumpe, einem Bypass, dem Zyklon und einem beim Zykloneinlauf installierten Manometer. Der Einlaufdruck wird über den Bypass und die Pumpendrehzahl eingestellt. Während des Versuches wird die Trübe im Kreislauf gefahren. Materialentnahmen erfolgen nur während der Beprobung. Durch die kleine Bauweise kommt der Versuchsstand mit einem Trübevolumen von 3 l aus. Die Klassierversuche mit *GSch* wurden auf einem 1''-Zyklon gefahren, der bei Mineralen üblicher Dichte, z.B. Magnesit, laut Andreasen-Analysen einen Trennschnitt von etwa 10 µm aufweist.

Der übliche Versuchsablauf am Lehrstuhl sieht nach der Homogenisierungsphase eine fünfmalige zeitkontrollierte Beprobung sowohl des Über- wie Unterlaufes vor. Um die Zusammensetzung der Trübe während des Versuches nicht zu verändern, ist darauf zu achten, dass die beiden Produkte zugleich und gleich lange beprobt werden. Die je fünf Einzelproben werden vereinigt und bei 25 oder 40 µm nass gesiebt. Aus den getrockneten Rückständen der Siebung und den Feststoffgehalten der Siebdurchgangssuspensionen lässt sich die Massebilanz des Versuches, bei weiterer Korngrößenanalyse der Unterläufe die Teilungskurve des Zyklons bestimmen.

Für die Versuche mit Gichtschlamm wurde jeweils ein Teil der Stammtrübe auf die gewünschte Feststoffvolumenkonzentration φ von 4,5 bis 10 %-vol verdünnt. Es wurden zwei Serien („A“ und „B“) zu je drei Versuchen gefahren, wobei die Herstellung der Stammtrübe und die Versuchsserie A Inhalt einer bis dato nicht abgeschlossenen Bachelorarbeit waren. Die Serie B wurde vom Autor der Dissertation selbst durchgeführt. Zwischen den Serien inklusive chemischer Analysen lag eine längere Zeitspanne. Obwohl dieselbe Stammtrübe verwendet wurde, ergeben sich in den Bilanzen einige deutliche Unterschiede zwischen den beiden Serien. Die Versuchsbezeichnungen setzen sich aus der Feststoffvolumenkonzentration und der Versuchsserie zusammen, z.B. „6 % A“.

6.5.2.2 Massebilanzen

Im Rahmen dieser Versuche bezieht sich der Begriff „Masseausbringen“ auf den gesamten Feststoff, der Begriff ist hier gleichbedeutend mit „Feststoffausbringen“. Wird die Aufteilung des Wasseranteils mitbetrachtet, so wird dezidiert von Trübeausbringen gesprochen.

Die Massebilanz eines Zyklonversuches lässt sich prinzipiell immer auf zumindest zwei verschiedene Arten ermitteln, nämlich auf Grundlage 1) der Feststoffinhalte oder 2) der Korngrößenverteilungen. Sobald die Aufgabe nicht monomineralisch ist und im Zyklon auch ein Sortiereffekt zum Tragen kommt, kommen zwei weitere Methoden in Frage, nämlich auf Basis 3) der Dichte und 4) der Gehalte. Die vier Berechnungsarten werden zunächst allgemein beschrieben, anschließend die Ergebnisse im Zusammenhang mit der Gichtschlamm-Klassierung gegenüber gestellt. Die Varianten 2 bis 4 wurden nur für die Serie A angewandt.

Die erste Art – bei der Versuchsdurchführung kurz angedeutet – beruht darauf, dass bei gleich langer Beprobungsdauer von Über- und Unterlauf die Feststoffinhalte der gezogenen Proben direkt in das Feststoffmasseausbringen umgerechnet werden können. Ob die Inhalte ausschließlich durch Trübemassen und Feststoffgehalte oder deren Kombination mit einer Siebanalyse errechnet werden, ist an sich nicht relevant. Wenn keine Werte für den Trübestrom ermittelt werden sollen, ist prinzipiell keine Zeitnahme erforderlich. Bei unterschiedlich langer Beprobungsdauer der Produkte – was bei Kreislaufführung der Trübe zu schweren Veränderungen der Trübezusammensetzung führen würde – müssen die Inhalte natürlich auf das gleiche Zeitintervall bezogen werden. Die Massebilanz der ersten Art kann ohne Einschränkungen immer bei jedem nassen Trennprozess angewendet werden, selbst wenn es sich um eine ideale Probenteilung handelt. Da diese Art der Berechnung den Standard am Lehrstuhl darstellt, wurde sie bei allen sechs Versuchen angewandt. Diese Ergebnisse bilden auch die Grundlage der Inhaltsbilanzen.

Für die zweite Art genügt bei der Zweiproduktentrennung eines Hydrozyklons theoretisch die Analyse auf eine einzige Korngrößenklasse in Aufgabe, Über- und Unterlauf. Für die Aufgabe kann der Bypass beprobt werden. Die Berechnung des Masseausbringens mittels „abc-Formel“ ist trivial. Nachteilig ist, dass das Gleichungssystem bei nur einem Siebschnitt zwar bestimmt ist, die Lösung sich aber bei relativ kleinen Analysefehlern stark verändern kann und die Fehlerhaftigkeit des Ergebnisses nicht angezeigt wird. Bei Verwendung von mehreren Korngrößenklassen entsteht ein überbestimmtes Gleichungssystem, aus dem durch Fehlerquadratminimierung ein hoffentlich vertrauenswürdigeres Masseausbringen abgeleitet werden kann. In den Versuchen der Serie A wurde die Massebilanz der zweiten Art aus der Nasssiebung bei 25 µm berechnet.

Bei der dritten Art ist eine stoffliche Trennung notwendig, die sich auch in der Dichte der Teilströme niederschlagen muss. Die Gesamtdichte einer beliebigen Mischung ergibt sich – so keine Volumenkontraktion auftritt – zu

$$\frac{1}{\rho} = \sum \frac{m_i}{\rho_i} \quad \text{mit} \quad \sum m_i = 1 \quad (16)$$

ρ	Dichte der Mischung
m_i	Masseanteil der Komponente i
ρ_i	Dichte der Komponente i

was vor allem bei binären Mischungen sehr leicht ausgenützt werden kann.

Ein Vorteil der Methode ist die Einfachheit, da neben dem Trocknen nur die Dichten bestimmt werden müssen. Nachteilig ist wie oben, dass das Gleichungssystem bei der Zweiproduktentrennung gerade bestimmt ist und Fehler bei plausiblen Ergebnissen nicht erkannt werden. In der Serie A wurde die Massebilanz der dritten Art zweistufig angewandt: erstens wurde der Gehalt $> 25 \mu\text{m}$ in der Aufgabe aus den drei Dichtewerten der Aufgabe ermittelt, zweitens die Aufteilung der Klasse $> 25 \mu\text{m}$ aus der Aufgabe auf Unter- und Überlauf. Der zweite Schritt erfolgte analog für $< 25 \mu\text{m}$. Daraus lassen sich die Inhaltsverteilung auf die Teilströme und weiter das Masseausbringen von Unter- und Überlauf ableiten.

Der Gichtschlamm besteht aus zwei Hauptkomponenten stark unterschiedlicher Dichte: Fe-Träger mit etwa $5,2 \text{ g/cm}^3$ und Koks, geschätzt $1,2 \text{ g/cm}^3$. Da die Koks-komponente relativ grob, die Fe-Träger dagegen eher fein sind, wirkt sich die Klassierung auch auf die Dichte der Teilprodukte aus (Abbildung 77). Die Unterschiede reichen aus, um daraus eine Massebilanz abzuleiten. Für den Vergleich mit den anderen Berechnungsarten siehe Tabelle 56. Auf dieser Basis konnte vor dem Vorliegen der chemischen Analysen eine Koks-bilanz abgeschätzt werden, siehe unter 0.

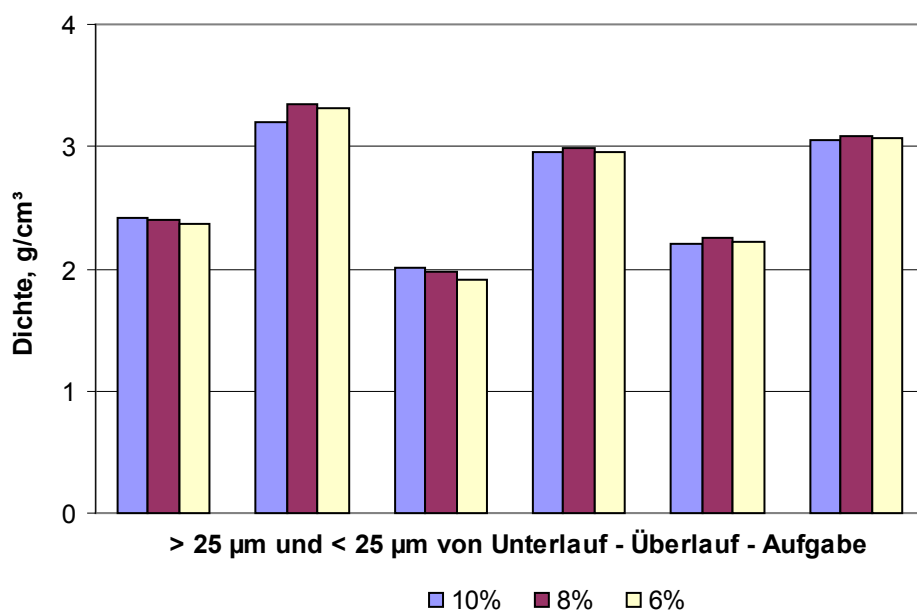


Abbildung 77: Dichte der Teilprodukte aus Serie A der Gichtschlamm-Zyklonierung

Die vierte Art kann immer angewendet werden, wenn der Prozess eine (auch nur teilweise) stoffliche Trennung der Aufgabe bewirkt. Grundlage sind chemische Analysen aller Ein- und Ausgangsströme, damit wäre auch ein System, wo alle Ströme genau die gleiche Korngrößenverteilung und Stoffdichte aufwiesen, berechenbar. Wie bei der zweiten Art genügen für eine Zweiproduktentrennung theoretisch – bei einer fehlerfreien Probeteilung und Analyse – die Gehalte einer einzigen Komponente. Wie im Anschluss anhand der Serie A gezeigt wird, kann die Massebilanz der vierten Art aber unter Umständen auch bei einer mehrfachen Überbestimmung des Gleichungssystems absolut unbrauchbar sein.

Für diese Variante wurde die Bilanz in mehreren Aspekten variiert, wodurch sich teilweise sehr unterschiedliche Resultate ergeben. Gemeinsam ist ihnen, dass sie mehr oder weniger stark überbestimmt sind und dem Gauß-Ausgleich unterzogen wurden (siehe Abschnitt 4.3.1). Obwohl in den Inhaltsbilanzen, die letztendlich auf den Masseausbringen aus Feststoffinhalten aufbauen, die analysierte und die rückgerechnete Aufgabe in allen Versuchen sehr gut übereinstimmen, sind alle Ergebnisse der vierten Art absolut falsch und unbrauchbar. Die Veränderungen zwischen den Berechnungsarten sind unsystematisch.

Anhand von Versuch 6 % A wird zunächst das Ergebnis der vier Kombinationen zwischen „normierten oder tatsächlichen Gehalten“ und „Aufgabe gesamt oder getrennt in größer und kleiner 25 μm “ verglichen:

Der erste Aspekt betrifft die Koeffizientenmatrix mit den chemischen Analysen. Wie im theoretischen Teil beschrieben, kann jede Zeile als gesamtes mit einem beliebigen Wert multipliziert werden, ohne ihre Aussage der Inhaltserhaltung zu verändern. In einem bestimmten Gleichungssystem hätte dies keinen Einfluss auf den Lösungsvektor, beim Ausgleich bewirkt es eine Gewichtung der Zeilen. Die erste Variation war „Verwendung der Analysenwerte“, die zweite „zeilenweise normierte Gehalte“.

Durch die Siebanalyse bei 25 μm entstanden aus den drei Strömen Aufgabe, Über- und Unterlauf insgesamt sechs Teilströme, die alle auf elf Elemente analysiert wurden. In der ersten Variation wurde die Aufgabe in ihren zwei Teilströmen bilanziert. Zur einfacheren Berechnung wurden die Inhaltsbilanzen formal mit nur einem Aufgabestrom angelegt, dem Durchgang der Aufgabe bei 25 μm . Ihr Rückstand bei 25 μm wurde als Produktstrom behandelt, der bei fehlerfreien Analysen ein negatives Masseausbringen aufweist, da er im Modell „in der falschen Richtung“ angesetzt wurde. In der zweiten Variation wurden die Analysen der Eingangsprobe verwendet. So enthält der Bilanzraum vier Ausgangsteilströme und einen Eingangstrom.

Je nach Verwendung der „geteilten“ oder „gesamten“ Aufgabe sind zusätzlich zur Gleichung der Masseerhaltung vier bzw. drei unabhängige Analysen aller Teilströme notwendig, um das System aufzulösen. Im konkreten Fall könnte das Gleichungssystem also sieben- bzw. achtfach überbestimmt sein.

Tabelle 54 vergleicht die Masseverteilung aus dem Versuch 6 % A in den vier Berechnungsvarianten. Das Vorzeichen der Aufgabe > 25 μm ist hier bereits angepasst – positive Werte bedeuten dort einen Fluss *in* den Bilanzraum. Es fällt sofort auf, dass jede Variante zumindest einen Teilstrom mit negativem Masseausbringen hat und damit nach Ansicht der Bilanz in verkehrter Richtung angetragen

wurde. In Überlauf und Aufgabe sind auch einige Male Werte von über 100 % zu finden. Die Siebanalyse der Aufgabetrüben zeigt mehrfach, dass deren Gehalt an $> 25 \mu\text{m}$ etwa 8 % beträgt und das Masseausbringen der beiden groben Teilprodukte müsste in Summe eben diese 8 % ergeben. Der Masseanteil der Aufgabe, der in einer fehlerfreien Bilanz genau 100 % wäre, reicht von 8 bis 148 %.

Tabelle 54: Vier Varianten des Gauß-Ausgleichs für das Masseausbringen der Teilprodukte von Versuch 6 % A aus chemischen Analysen

Aufgabe	Analysen	Masseausbringen, %					
		Unterlauf		Überlauf		Aufgabe	
		$> 25 \mu\text{m}$	$< 25 \mu\text{m}$	$> 25 \mu\text{m}$	$< 25 \mu\text{m}$	$> 25 \mu\text{m}$	$< 25 \mu\text{m}$
geteilt	normiert	10,2	65,6	27,4	44,9	42,0	106,2
	nicht normiert	-4,7	-32,1	-75,0	119,6	-100,8	108,6
gesamt	normiert	-6,3	52,1	29,2	38,6	113,6	
	nicht normiert	42,4	-0,2	-18,6	75,4	99,0	

Da keine Informationen über die Vertrauenswürdigkeit der verschiedenen Analysen vorliegen, gibt es keine Grundlage für verschiedene Gewichtungen der einzelnen Elemente. In den folgenden Vergleich gehen deshalb wieder die zeilenweise normierten Gehalte ein. Bei näherer Betrachtung der Analysen zeigt sich, dass eine Gruppe von sechs Elementen stark korreliert. Sie weisen Korrelationskoeffizienten von mindestens $R = 0,71$ auf, Cu, Zn und Cd sogar von $R = 1,0$. Damit ist das Gleichungssystem de facto nur mehr zweifach überbestimmt.

Um Fehler in den chemischen Analysen dieser Gruppe etwas auszugleichen, wurden die entsprechenden Gehalte in einer weiteren Variante addiert und werden gemeinsam unter „M“ geführt. Entgegen den Erwartungen haben sich die Ergebnisse in allen Versuchen der Serie A aber noch massiv verschlechtert: alle negativen Masseausbringen aus dem vorigen Resultat fallen noch weit negativer aus (Tabelle 55).

Tabelle 55: Masseausbringen der Serie A nach Gauß-Ausgleich ohne/mit Elementzusammenfassung

		Unterlauf		Überlauf		Aufgabe	
		$> 25 \mu\text{m}$	$< 25 \mu\text{m}$	$> 25 \mu\text{m}$	$< 25 \mu\text{m}$	$> 25 \mu\text{m}$	$< 25 \mu\text{m}$
alle	10 %-vol	-25,7	47,2	-43,4	55,3	-57,8	91,1
Elemente	8 %-vol	-108,3	64,2	-9,7	51,7	-112,4	110,3
einzel	6 %-vol	10,2	65,6	27,4	44,9	42,0	106,2
Gruppe „M“	10 %-vol	-39,0	58,8	-90,7	35,4	-115,2	79,7
zusammen-	8 %-vol	-130,8	55,8	-32,3	63,4	-148,7	104,8
gefasst	6 %-vol	137,5	34,6	22,6	57,1	160,7	91,1

Da alle Berechnungsvarianten für das Masseausbringen der vierten Art, d.h. aus den chemischen Gehalten, unmögliche Teilergebnisse liefern, fehlen sie im folgenden Vergleich (Tabelle 56). Die Ergebnisse der drei Arten in Serie A sind mit Ausnahme des Versuchs 10 % A sehr ähnlich. Ein weiterer, oben nicht angeführter Berechnungsweg für das Masseausbringen unter Verwendung des Trübeausbringens ergibt für diesen Versuch mit 51 % ein noch höheres Feststoffausbringen im Unterlauf. Dies zeigt, dass die Basisdaten von 10 % A wenig vertrauenswürdig sind. Dieser Versuch war der erste in der Serie. Damit könnten anfängliche Unsicherheiten in der Versuchsdurchführung die Ursache für die Widersprüche sein, denn schon kleine Fehler und Ungenauigkeiten können das Ergebnis stark beeinflussen und verfälschen. Für die Abweichung von 8 % B beim Feststoffausbringen konnte keine Ursache gefunden werden.

Tabelle 56: Masse- und >25-Ausbringen der Zyklonversuche nach drei Berechnungsarten

	aus Feststoffinhalten (1)		aus Gehalt >25 µm (2)		aus Dichte (3)	
	r_s , %	$r_{>25}$, %	r_s , %	$r_{>25}$, %	r_s , %	$r_{>25}$, %
10 %-vol A	37,5	60,8	20,7	40,2	44,7	52,8
8 %-vol A	33,7	77,0	30,3	74,0	31,8	67,8
6 %-vol A	36,1	84,8	34,1	83,7	34,0	71,8
8 %-vol B	37,0	73,3				
6 %-vol B	36,2	79,8				
4,5 %-vol B	40,6	89,4				

Andererseits zeigen 8 % B und 4,5 % B, dass über die gewogenen und berechneten Feststoffinhalte sehr genaue Bilanzen erstellt werden können, wenn genau gearbeitet wird: der Feststoffgehalt der Aufgabe wurde einerseits an einer Probe aus dem Bypass direkt bestimmt, andererseits aus den Trübeströmen und den berechneten Inhalten. Bei 8 % B mit 18,0 % und 18,6 % stimmen die Ergebnisse für den Feststoffgehalt exzellent zusammen, bei 4,5 % B sind sie mit 10,4 % identisch. Das zeigt, dass diese Art der Bilanzierung prinzipiell eine gute Wahl ist.

Was das Ausbringen von > 25 µm in den Unterlauf angeht, stimmen die Ergebnisse aus den Bilanzen der ersten und zweiten Art sehr gut überein, sie beruhen aber auch teilweise auf denselben Eingangsdaten. Vergleichsweise große Abweichungen davon zeigen sich nach der Berechnung der dritten Art. Sie kann bei entsprechenden Dichteunterschieden als Schnellanalyse sehr gut geeignet sein, um einen groben Überblick über den Trennerfolg zu erhalten, aber die Bestimmung der Dichte ist keine brauchbare Alternative für die Erstellung genauer Bilanzen.

6.5.2.3 Korngrößenverteilungen und Teilungskurven

In allen sechs Versuchen wurde die Korngrößenverteilung von Unter- und Überlauf ermittelt, in Serie A zusätzlich von der Aufgabe. Nach der Nasssiebung bei 25 µm wurden die Siebdurchgangprodukte mittels Laserbeugung (Mastersizer) analysiert. Laut diesen Messungen liegen die k_{\max} des Siebdurchgangs aber im Bereich von 50 bis 80 µm, wobei sich die Summenkurve in einem weiten Bereich an 100 % annähert. Da die beiden Messverfahren eine grundsätzlich verschiedene Definition der Korngröße verwenden, lassen sie sich nicht zu einer sinnvollen durchgehenden Korngrößenverteilung zusammenfassen. Dass der Wert für den Rückstand bei 25 µm aus der Siebanalyse bei den betreffenden Laserergebnissen im Allgemeinen bei knapp über 20 µm für den Unterlauf und knapp über 30 µm beim Überlauf zu finden ist, ist eine interessante Tatsache, kann aber nur als Zufall gewertet werden.

Bei den Korngrößenverteilungen sind zwischen Serie A und B teilweise Unterschiede festzustellen, die Tendenzen stimmen aber meistens überein. Der Gehalt an > 25 µm im Unterlauf steigt in Serie A mit sinkender Feststoffvolumenkonzentration φ (der Aufgabe) an, in Serie B ist er etwas wechselhaft. Im Überlauf dagegen nimmt er in beiden Serien mit φ ab, wobei die Werte für 6 und 8 %-vol aus beiden Serien sehr gut zusammen passen. Beides zeigt an, dass die Klassierung bei geringerem φ besser funktioniert. Der Anteil > 25 µm aus der Nasssiebung ist in Tabelle 57 gesammelt dargestellt.

Tabelle 57: Gehalt an > 25 µm in den Zyklonprodukten

	10 % A	8 % A	6 % A	8 % B	6 % B	4,5 % B
$g_{>25}$, Unterlauf	14,6	20,2	21,6	15,6	14,0	14,7
$g_{>25}$, Überlauf	5,7	3,1	2,2	3,3	2,0	1,2

Die Korngrößenverteilung laut Laser ist beim Überlauf nicht aussagekräftig: in Serie A ist die Reihenfolge sprunghaft und über 10 μm sind die Verteilungen identisch. Die Kurven aus Serie B sind unterhalb von 5 μm identisch und werden über 5 μm mit sinkendem φ minimal feiner. Eine sehr deutliche Entwicklung ist dagegen beim Unterlauf zu erkennen, denn dieser wird in beiden Serien mit sinkendem φ durchgehend gröber. Serie B schließt mit $\varphi = 8\%$ -vol allerdings knapp unter Serie A mit $\varphi = 6\%$ -vol an, siehe Abbildung 78. Trotzdem ist hier wieder zu erkennen, dass die geringere Feststoffvolumenkonzentration die Trennschärfe der Klassierung günstig beeinflusst.

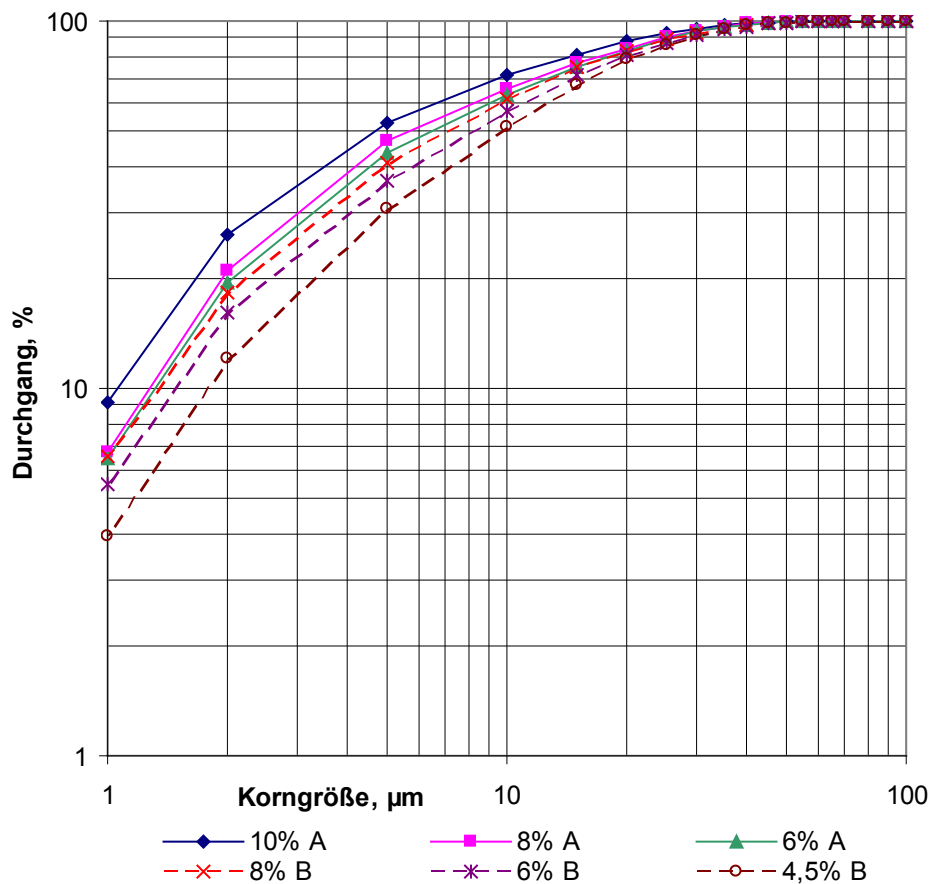


Abbildung 78: Korngrößenverteilung der Teilströme < 25 μm Unterlauf bei der Zyklonierung

Aus diesen Daten können keine aussagekräftigen Teilungskurven abgeleitet werden: Abbildung 79 zeigt sie getrennt für die beiden Serien, wobei die Durchgangswerte des Lasers mit dem Durchgang der Nasssiebung multipliziert wurden. Auch wenn das keine komplette Korngrößenverteilung ergibt, ist es notwendig, um die beiden Teilströme $< 25 \mu\text{m}$ richtig zu gewichten. Ohne Multiplikation verschieben sich die Kurven etwas nach unten, der Gesamteindruck verändert sich jedoch nicht: von etwa $20 \mu\text{m}$ aufwärts bleiben die Teilungszahlen zunächst einigermaßen konstant im Bereich von 40 bis 60 %, bevor sie bei etwa $50 \mu\text{m}$ entweder abrupt ansteigen oder abstürzen.

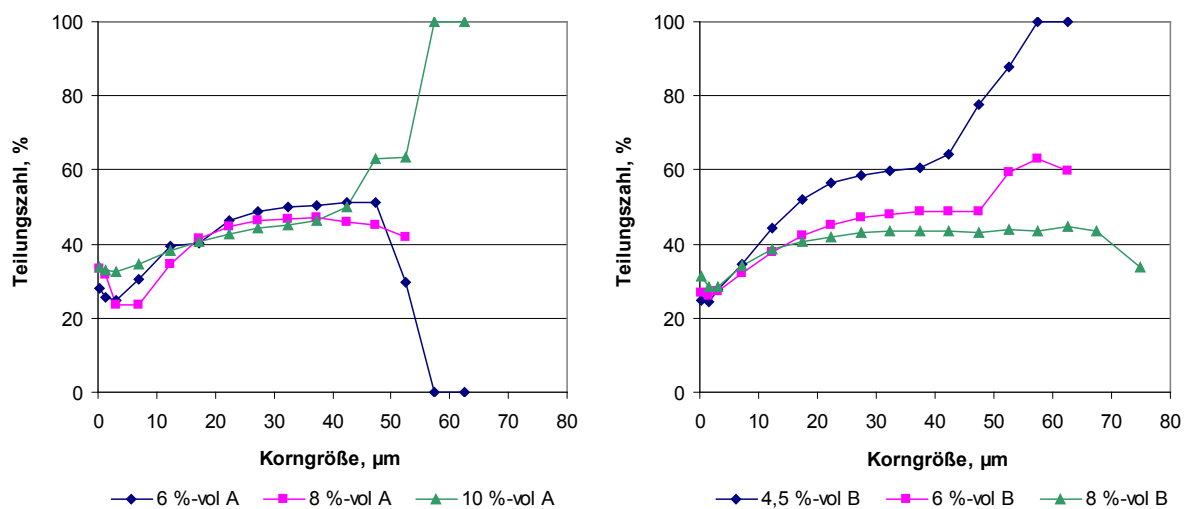


Abbildung 79: Teilungskurven von GSch am Hydrozyklon laut Laser

Während sich die Teilungskurven aus Serie A regellos überkreuzen, zeichnet sich bei Serie B wenigstens eine klare Folge ab, nach der die Klassierung mit sinkender Feststoffvolumenkonzentration besser funktioniert. Darin stimmt die qualitative Aussage der Teilungskurven mit den Korngrößenverteilungen der Siebdurchgänge und dem Ausbringen von $> 25 \mu\text{m}$ laut Tabelle 56 überein.

Die hohen grobgutbezogenen Teilungszahlen der feinsten Klassen um 30 % sind durchaus realistisch, denn auch das Masseausbringen an Trübe liegt im Bereich zwischen 23 und 31 %. Selbst beim niedrigsten Feststoffanteil ist die Trübe sehr viskos. Bei solchen Verhältnissen werden deutlich größere Partikel unselektiv aufgeteilt, als bei üblichen Suspensionen in der Mineralaufbereitung.

Durch die Feststoffdichte der Aufgabe von $2,98 \text{ g/cm}^3$ ergab sich für die Zyklonversuche eine Trübedichte zwischen $1,09$ und $1,12 \text{ g/cm}^3$. Da die Koks Komponente eine geschätzte Dichte von $1,2 \text{ g/cm}^3$ hat, besteht für diese Partikel ein beträchtlicher Dichteinfluss, der die Klassierung überlagert und den Koks tendenziell in den Überlauf drängt. Dieser Sortiereffekt nimmt mit sinkender Feststoffvolumenkonzentration für die Koks partikel viel stärker ab als für die schwere Hauptkomponente, daher verbessert sich das Ausbringen der groben Partikel, die eben zum größten Teil Koks sind, in den Unterlauf so deutlich von 61 auf 89 %.

6.5.2.4 Inhaltsbilanzen

Aus den vier beschriebenen Arten, die Massebilanz der Zyklonversuche zu erstellen (siehe Abschnitt 6.5.2.2), ist die erste (über die Ermittlung der Feststoffinhalte aller Teilströme) im konkreten Fall die einzig brauchbare. Deshalb bauen alle folgenden Inhaltsbilanzen auf den Masseausbringen dieser Variante auf.

Durch den hohen Dichteunterschied der beiden Hauptkomponenten konnte zum schnellen Überblick vor dem Vorliegen von chemischen Analysen für die Serie A unter Annahme einer binären Mischung von Koks und Fe-Oxiden mit geschätzten Dichten von 1,2 bzw. 5,2 g/cm³ eine aussagekräftige Koksbilanz abgeleitet werden (Tabelle 58). Die Übereinstimmung mit den später folgenden C-Bilanzen ist bemerkenswert und beruht auf der sehr guten Korrelation zwischen dem Kehrwert der Dichte der Produkte und ihren Fe- bzw. C-Gehalten (Abbildung 80).

Tabelle 58: Koksbilanz der Serie A auf Basis der Dichte als Schnellanalyse

	Koksgehalt, %					
	10 %-vol		8 %-vol		6 %-vol	
	> 25 µm	< 25 µm	> 25 µm	< 25 µm	> 25 µm	< 25 µm
Unterlauf	34,6	18,8	34,9	16,6	35,9	17,0
Überlauf	47,5	22,8	48,9	22,2	51,5	22,7

	Koksverteilung, %					
	10 %-vol		8 %-vol		6 %-vol	
	> 25 µm	< 25 µm	> 25 µm	< 25 µm	> 25 µm	< 25 µm
Unterlauf	8,3	26,2	10,8	20,2	12,4	21,4
Überlauf	7,3	58,2	4,5	64,5	3,2	63,1

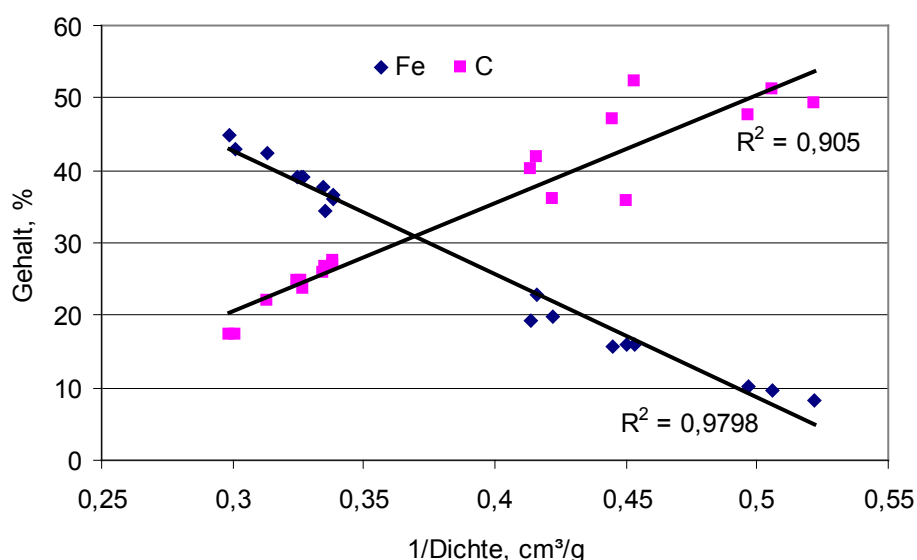


Abbildung 80: Zusammenhang von Dichte, Fe- und C-Gehalt der Zyklon-Teilprodukte

Die Inhaltsbilanzen wurden für sieben der analysierten Elemente zusammengestellt. Abbildung 81 zeigt deren Ausbringen im Unterlauf. Bis auf einzelne Abweichungen lassen sich in allen Teilversuchen die gleichen Tendenzen im Vergleich zum Masseausbringen ablesen: das Ausbringen von Fe ist ein wenig höher, von C etwas niedriger. Das Ausbringen der anderen Elemente ist durchgehend um etwa 10-15 %-Punkte niedriger als für Fe. Damit wird bereits deutlich, dass durch die Zyklonierung des Gichtschlammes eine teilweise Ausschleusung der unerwünschten Elemente bei gleichzeitiger teilweiser Rückgewinnung von Fe und C möglich ist.

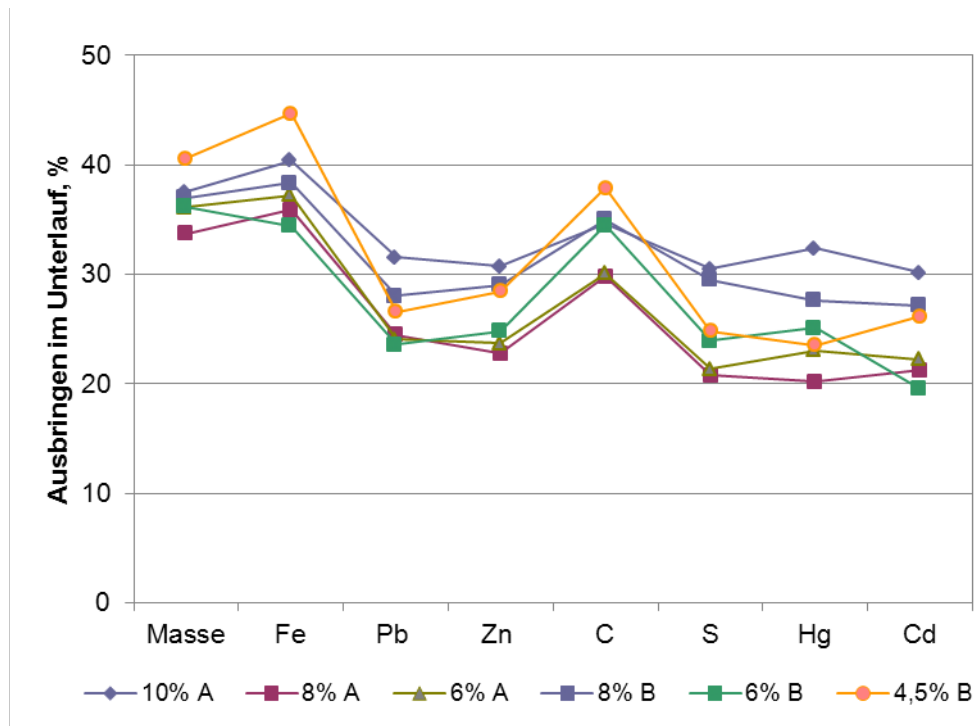


Abbildung 81: Ausbringen von Masse und Elementen am Hydrozyklon

Beispielhaft zeigt Tabelle 59 die Bilanz für den Versuch 4,5 % B. Im Anhang sind sie gesammelt für beide Serien zu finden.

Beim S-Gehalt gibt es zwischen den Serien einen groben Widerspruch: laut Analyse ist sein Gehalt in der Aufgabe 0,91 %, in Serie A ist deren rückgerechneter Gehalt konsequent bei 0,7 % und in Serie B ebenso gleichmäßig bei 0,5 %. Etwas geringere Abweichungen hat Hg mit 8,2 ppm in der Aufgabe gemäß Analyse, 8,9 bis 10,0 % laut Serie A und 9,3 bis 9,6 % laut Serie B. Bei den anderen Elementen gibt es keine systematischen Abweichungen der Gehalte.

Tabelle 59: Inhaltsbilanz von Zyklonversuch 4,5 % B

		Masse, %	Gehalt, % bzw. ppm						
			Fe	Pb	Zn	C	S	Hg, ppm	Cd
Unterlauf	> 25 µm	6,0	10,35	0,19	0,44	61,25	0,40	1,71	0
	< 25 µm	34,6	39,85	0,32	0,76	20,53	0,28	6,20	0,0027
	gesamt	40,6	35,51	0,30	0,71	26,53	0,30	5,54	0,0023
Überlauf	> 25 µm	0,7	10,06	0,45	0,90	53,68	0,36	4,62	0
	< 25 µm	58,7	30,30	0,57	1,23	29,44	0,62	12,39	0,0045
	gesamt	59,4	30,06	0,57	1,23	29,73	0,62	12,30	0,0044
gesamt		100,0	32,27	0,46	1,02	28,43	0,49	9,55	0,0036
Aufgabe			34,41	0,46	1,03	26,83	0,91	8,20	0,0040

		Masse, %	Verteilung, %						
			Fe	Pb	Zn	C	S	Hg	Cd
Unterlauf	> 25 µm	6,0	1,9	2,5	2,6	12,9	4,9	1,1	0,0
	< 25 µm	34,6	42,8	24,1	25,9	25,0	19,9	22,5	26,1
	gesamt	40,6	44,7	26,6	28,4	37,9	24,8	23,5	26,1
Überlauf	> 25 µm	0,7	0,2	0,7	0,6	1,3	0,5	0,3	0,0
	< 25 µm	58,7	55,1	72,7	70,9	60,8	74,7	76,1	73,9
	gesamt	59,4	55,3	73,4	71,6	62,1	75,2	76,5	73,9

7 Diskussion der Ergebnisse

7.1 Ausgewählte Ergebnisse im Kappa-Netz

In diesem Abschnitt wird die Darstellung von Fraktionierungs- bzw. Trennergebnissen im Kappa-Netz in vier verschiedenen Anwendungsfällen gezeigt. Das Spektrum reicht von der Parametervariation beim selben Grundprozess über die gemeinsame Darstellung verschiedener Trennschnitte (auch in Analysenqualität) und den Vergleich grundsätzlich verschiedener Trennprinzipien bis zur Trennung verschiedener Aufgaben bei gleichen Prozessparametern.

Plausibilitätsüberprüfungen und Erklärungen für Besonderheiten im Kappa-Netz benötigen immer die Gutbeschreibung auf Basis der Merkmalsklassen. Diese ist auch immer notwendig, wenn Aussagen über die zu erwartende Qualität und Menge eines Produktes getroffen werden sollen. Das Kappa-Netz ist aber ein vortreffliches Instrument, um Trennungsvorgänge unterschiedlicher Qualität mit einem Blick vergleichen und einordnen zu können. Generell zeigt sich bei den meisten Proben, dass zusammengehörige Datenpunkte, z.B. Variationen desselben Grundprozesses, einen ähnlichen κ -Wert aufweisen, wie es auch von Steiner (2012) berichtet wird.

Abbildung 82 zeigt die Zyklonierung des Gichtschlammes. Es wurde mit der Feststoffvolumenkonzentration nur ein Parameter variiert, dieser reichte von 4,5 bis 10 %-vol. Während in der Feststoffbilanz ein eindeutiger Trend zu höherem Ausbringen der Partikel $> 25 \mu\text{m}$ in den Unterlauf zu erkennen ist, bilden die Datenpunkte im Kappa-Netz eine unsystematische Wolke, die sich zur Gänze in einem sehr gestaucht dargestellten Bereich befindet. Grund für die Unordnung ist wahrscheinlich, dass bei der Bilanzierung der $> 25 \mu\text{m}$ -Partikel die Feststoffinhalte sehr genau bestimmt werden können, während die Gehalte der Elemente sowohl den Probenahme- wie auch den Analysenfehlern unterliegen.

Trotzdem wird deutlich, dass die Punkte für C immer näher an der Diagonalen liegen als Pb und Zn. Diese werden also etwas stärker vom Fe getrennt als C. Ihre Abtrennung vom Fe ist zwar nicht sonderlich selektiv, sollte aber nach den Versuchsergebnissen zumindest ihre teilweise Ausschleusung bei Rückgewinnung von beinahe des halben Fe und C ermöglichen.

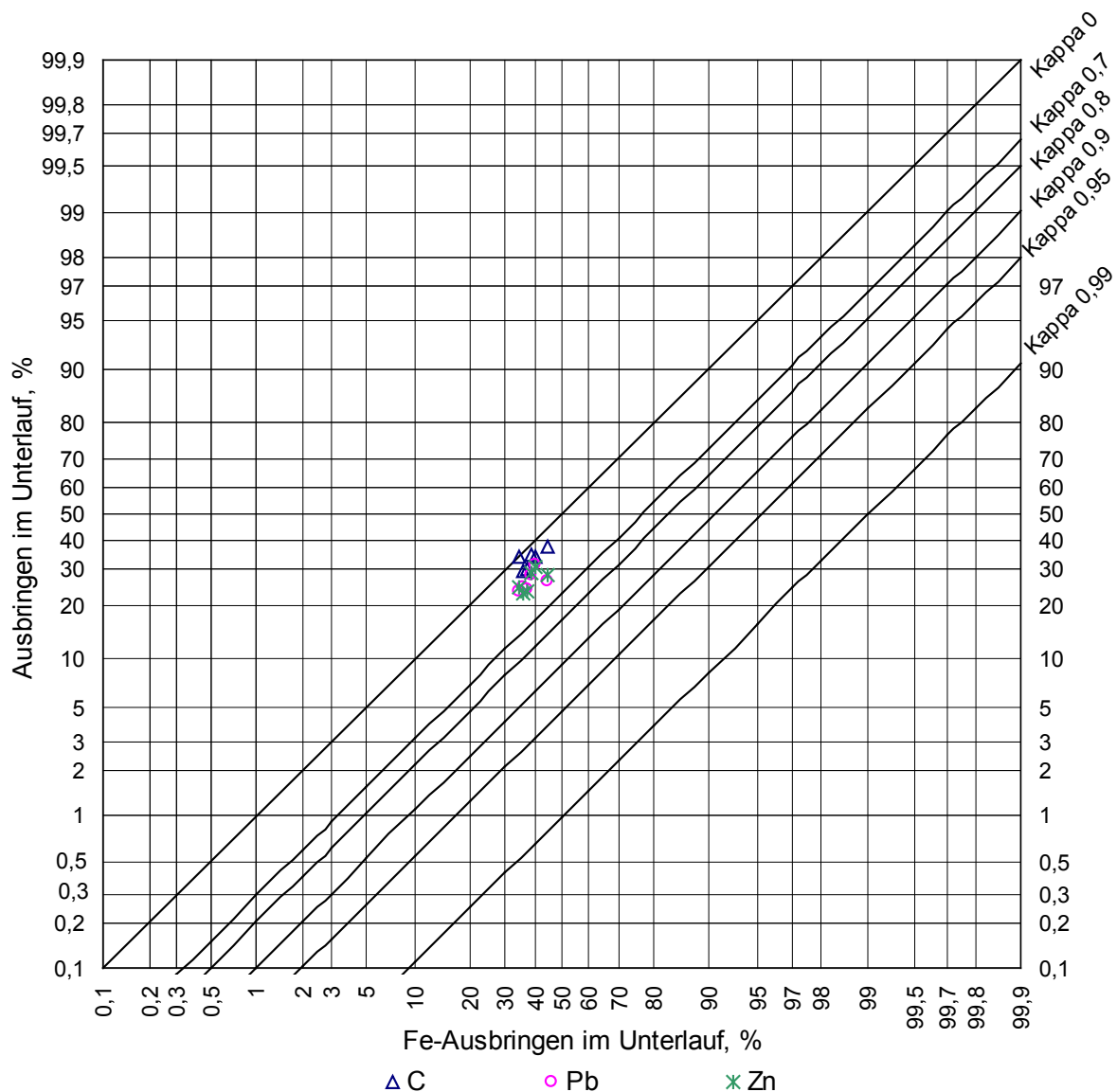


Abbildung 82: Gichtschlammzyklonierung im Kappa-Netz

Bei Vorliegen einer Reihe von Merkmalsklassen oder einigermaßen scharfen Trennungen können diese kumulativ betrachtet werden. Wenn die Trennungen bei jeweils frischer Aufgabe zwei Produkte bilden, entspricht dies bereits der kumulativen Betrachtung. Ein Beispiel aus der vorliegenden Arbeit ist die viermalige Fraktionierung von Calcit und AF40 am Laborsichter bei Hosokawa-Alpine. Jene von AF40 ist in Abbildung 83 dargestellt.

Es fällt auf, dass die Ausbringer von Hg, Na, K und Cl im Grobgut in allen Datenpunkten extrem nahe beieinander liegen. Die Selektivität ist in allen Fällen sehr gut, nimmt aber zu den größeren Trennschnitten, d.h. geringeren Fe-Ausbringer, hin etwas ab. Zum Vergleich enthält die Abbildung auch die spätere Trennung am 100 MZR in Grob-, Mittel- und Feingut (in der Legende durch (2) markiert). Auch hier sind die κ -Werte der verschiedenen Elemente sehr ähnlich. Bei Hosokawa wurde einmal bei 11.000 min^{-1} fraktioniert, für die Merkmalsklassenanalyse einmal bei 11.500 min^{-1} . Alle ihre Datenpunkte bei 93 % Fe-Ausbringer sind identisch. Am anderen Ende des Drehzahlbereiches gibt

es einen Widerspruch, da die beiden Analysenfraktionierungen eine konstant hohe Selektivität aufweisen. Bei Hosokawa wurde die gröbste Trennung bei 5.000 min^{-1} gefahren. Sie weist erwartungsgemäß einen höheren Masseanteil des Grobgutes auf, das Fe-Ausbringen ist aber etwas geringer. Die Aufgabe war in beiden Fraktionierungen nach Absiebung bei $100 \mu\text{m}$ identisch und die rückgerechnete Aufgabe stimmt mit ihren Analysewerten bei der Hosokawa-Trennung deutlich besser überein. Eine Ursache könnte eine verschieden erfolgreiche Dispergierung im Sieber sein, hervorgerufen z.B. durch unterschiedliche Aufgaberaten. Trotzdem ist diese Unregelmäßigkeit nicht nachvollziehbar.

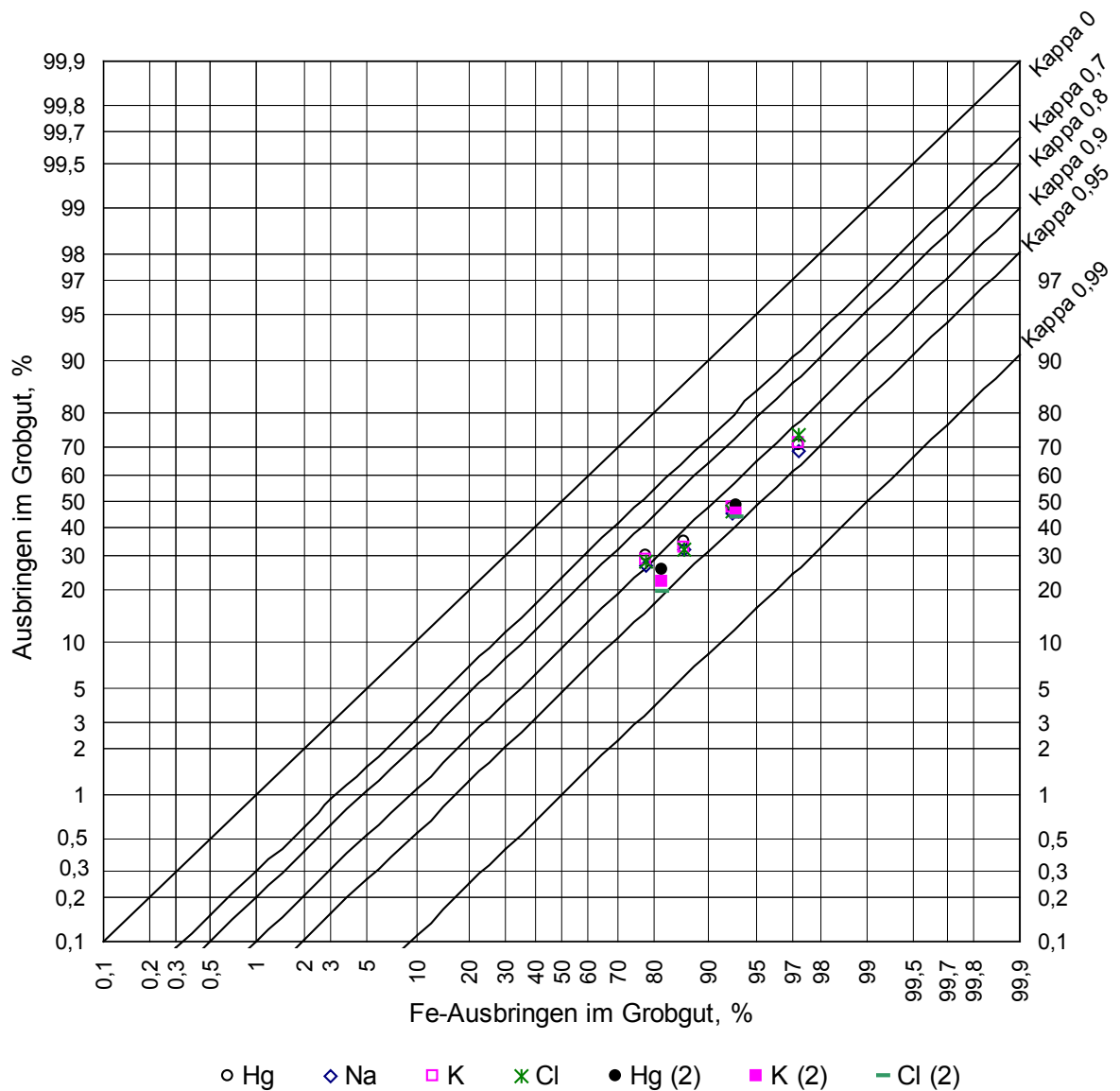


Abbildung 83: AF40 < 100 μm am 100 MZR. Vergleich zweier Serien im Kappa-Netz

Für *HO 8m* werden in Abbildung 84 drei verschiedene Fraktionierungen gegenübergestellt: Siebanalyse, Laborsichter und Davis-Rohrscheider, wobei der Laborsichter 87 % der Aufgabe beschreibt, die beiden anderen dagegen die gesamte Eingangsprobe.

Den beiden Klassiermethoden ist gemeinsam, dass Mag genau auf der Diagonalen liegt. Pb und Zn werden im Vergleich mit Fe bei der Siebanalyse etwas mehr im Grobgut ausgebracht, beim Sichter dagegen deutlich weniger. Dieses Verhalten kann auch aus den HR-Schaubildern abgeleitet werden, wo beide Elemente nach leichtem Anstieg im Gehalt mit der Klasse < 40 µm stark abfallen, um in den Sichterklassen wieder anzusteigen.

Bei der Magnetscheidung zeigt sich das grundlegend verschiedene Trennkriterium im Kappa-Netz, da Pb auf der Diagonalen liegt, Zn nur wenig darüber und Mag vor allem beim zusammengefassten Magnetprodukt mit dem Ausbringen um etwa 10 %-Punkte höher liegt als Fe.

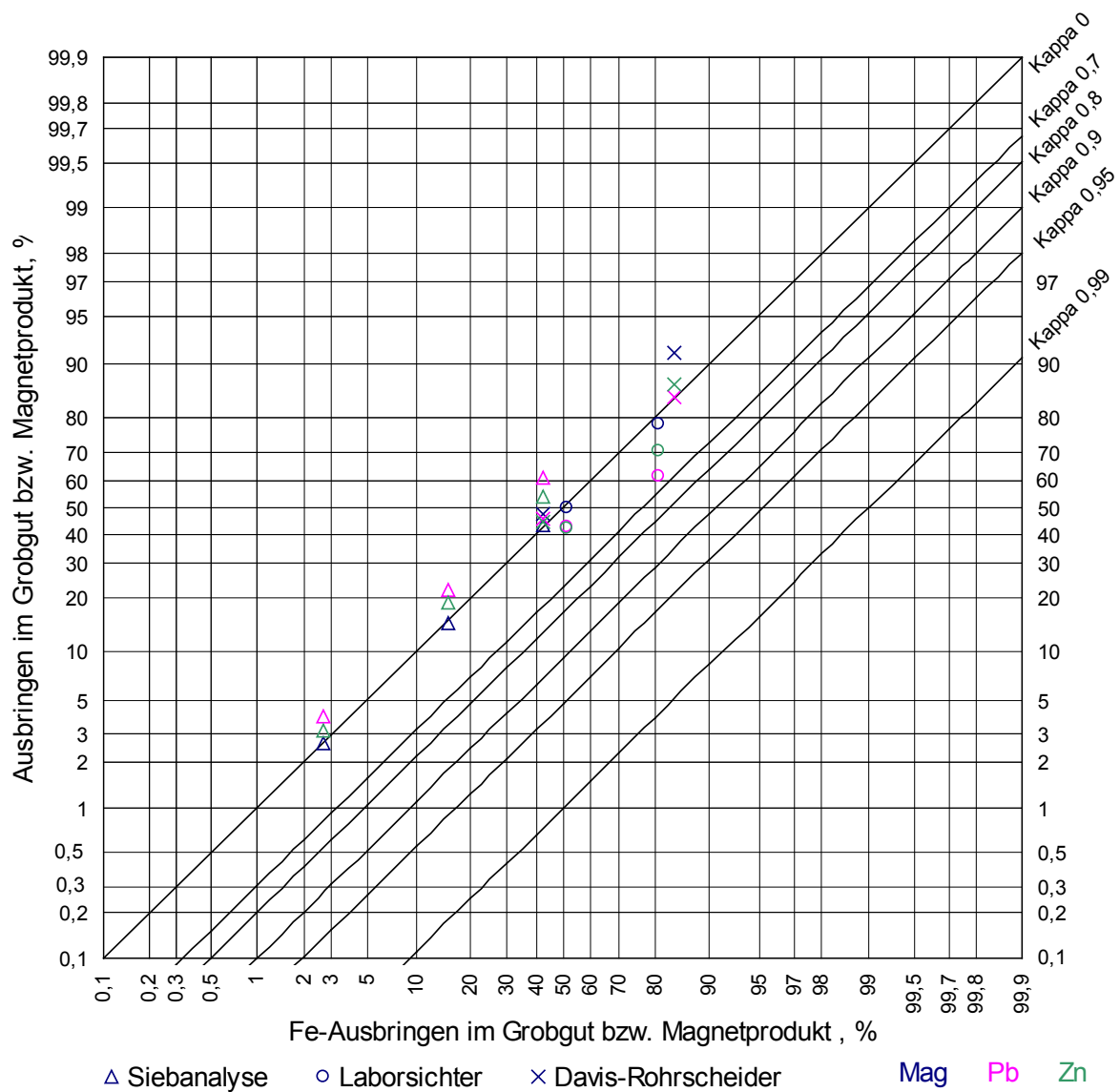


Abbildung 84: Kappa-Netz der Fraktionierung von HO 8m nach verschiedenen Methoden

Abbildung 85 zeigt die Fraktionierung der „typischen“ Stahlwerksstäube unbekannter Herkunft auf dem Laborsichter. Für *EAF* und *BOF* sind die Fe- und Zn-Gehalte bei den Sichterprodukten gegenläufig, sodass eine gewisse Trennung durch Klassierung möglich ist. Fe ist in ihren Feinguten relativ stark vertreten, sodass beim feineren Trennschnitt die Selektivität merklich abnimmt.

Cup zeigt ein völlig anderes Verhalten; hier steigen nämlich sowohl Fe als auch Zn mit der Feinheit des Sichterproduktes etwa gleich stark an. Dass im Kappa-Netz eine minimale Trennung angezeigt wird, liegt am unterschiedlichen mittleren Gehalt in der Gesamtprobe, wodurch auch die Ausbringensänderung verschieden ist.

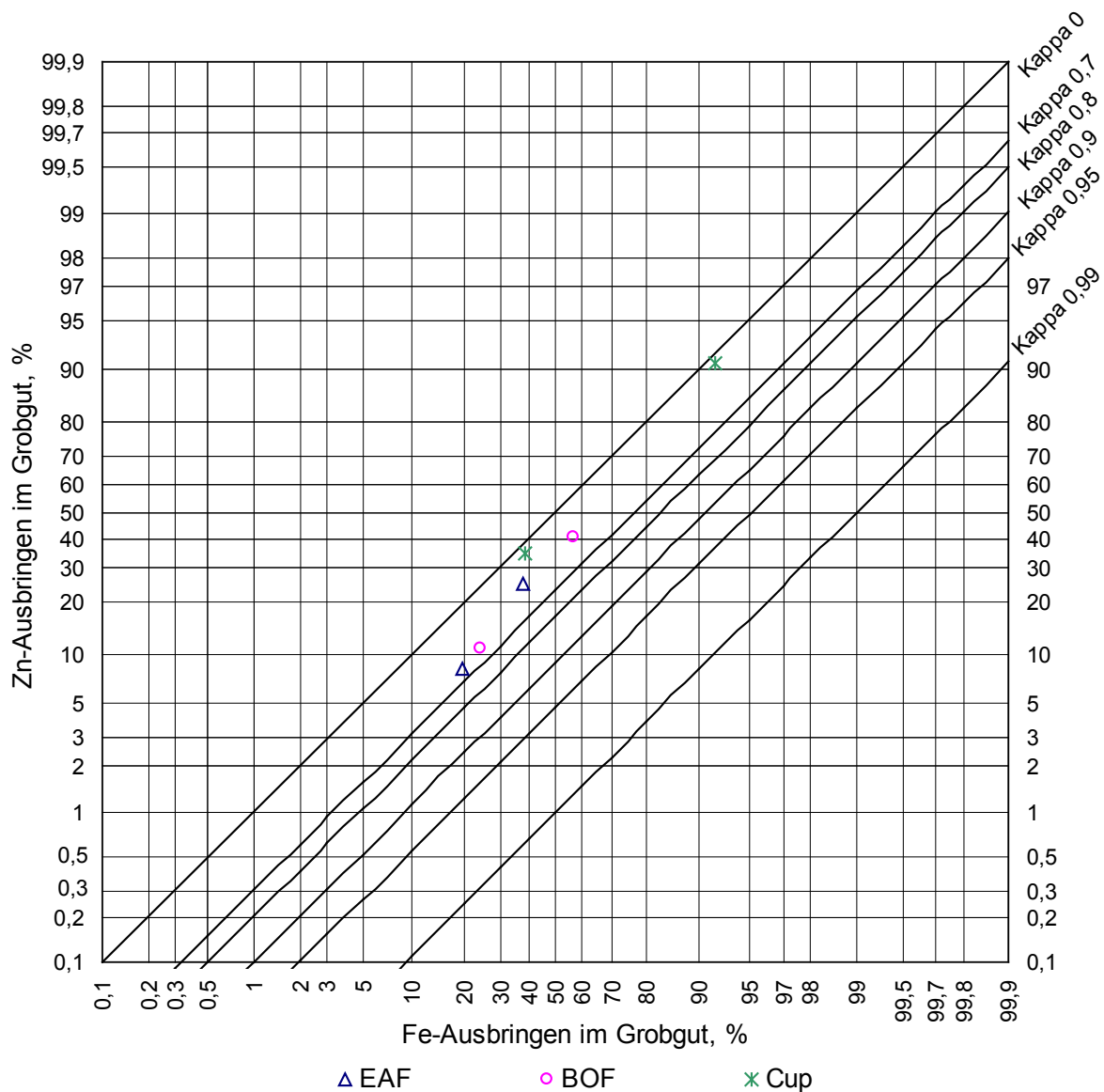


Abbildung 85: Kappa-Netz der Fraktionierung der "typischen" Stahlwerksstäube am Laborsichter

Das letzte Beispiel zeigt die Bearbeitung einer Vielzahl verschiedener Proben – nämlich der E-Filterstäube, der Gießhallenstäube und des Gichtstaubes – mit dem gleichen Trennverfahren, dem Laborsichter (Abbildung 86). Betrachtet wird die Selektivität der Trennung von C, Pb und Zn von Fe, wobei jedes für sich einen breiten Bereich überstreicht. Dabei überschneiden sich die Felder der drei

Elemente stark. C erreicht bei AF30 und AF40 κ -Werte von 0,7 und liegt bei allen anderen auf der Diagonalen oder darüber. Es wird also stärker ins Grobgut ausgebracht als Fe. Pb und Zn liegen vollständig unterhalb der Diagonalen, wobei κ für Zn von „kaum vorhanden“ bis 0,9 reicht und für Pb von „kaum“ bis 0,96.

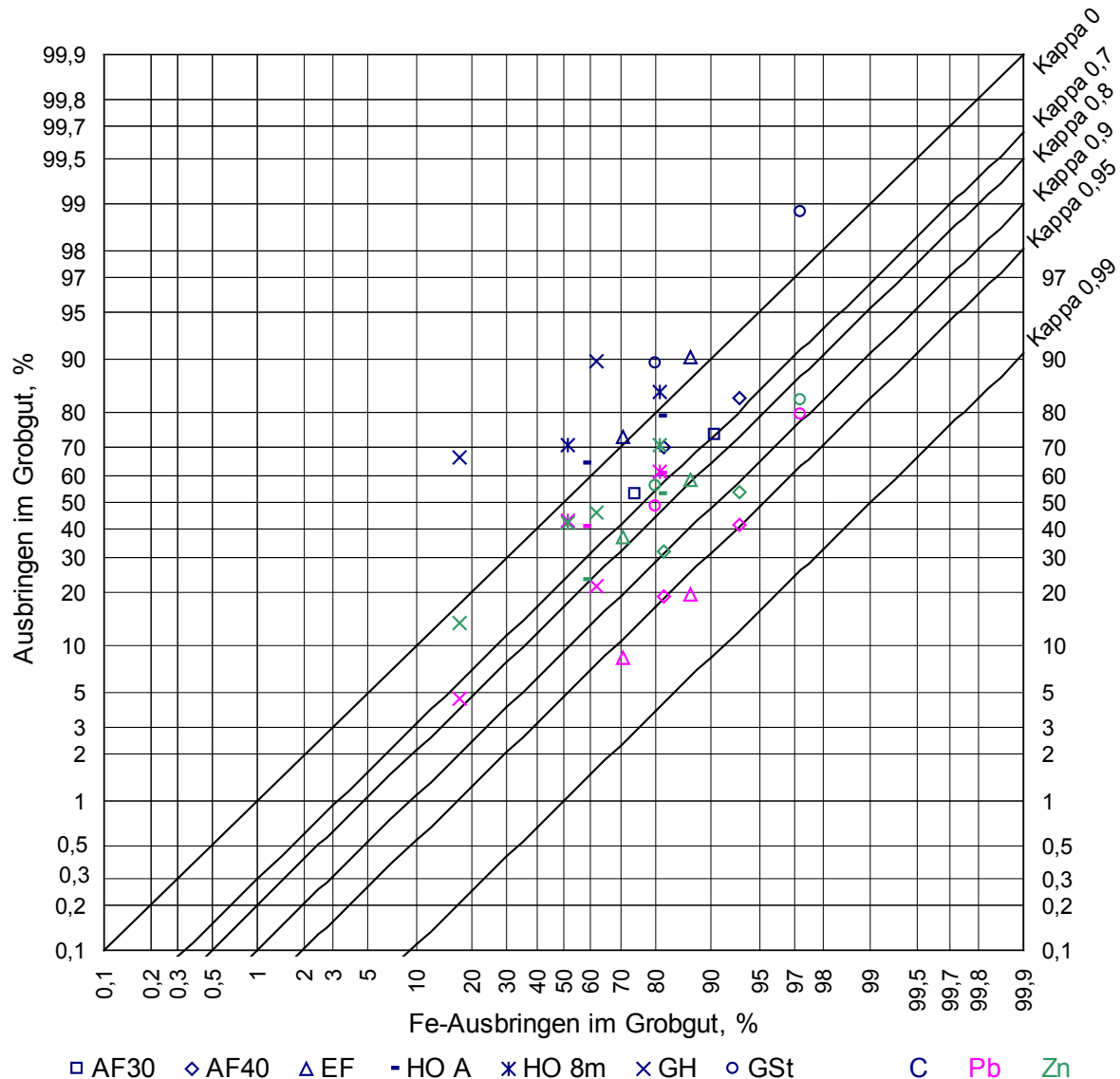


Abbildung 86: Kappa-Netz von E-Filter-, Gießhallen- und Gichtstaub am Laborsichter

Bei genauer Betrachtung erkennt man, dass bei jeder Trennung der Punkt für C beträchtlich höher liegt als für Pb und Zn. Das bedeutet, dass bei allen untersuchten Konstellationen mittels Sichten ein Fe-reiches grobes Produkt hergestellt werden kann, das zugleich einen hohen Anteil des enthaltenen C ausbringt. Pb und Zn dagegen sind im Feingut angereichert und können somit teilweise ausgeschleust werden.

7.2 Verwachsungsverhältnisse der Stäube

Die Phasenbestimmung für die Reststoffe ist ein wichtiger Teil vieler der in Abschnitt 3 besprochenen Veröffentlichungen. Zn wird dabei stets in oxidischer Form und als Zinkferrit (Franklinit, $(\text{Fe,Mn,Zn})(\text{Fe,Mn})_2\text{O}_4$) gefunden. Das ist für die sekundäre Zn-Metallurgie insofern bedeutend, als Zn in letzterer Form nur schlecht gelaugt werden kann, während es oxidisch leicht in Lösung geht. Je nachdem, welche der beiden Formen überwiegt, gelangen entweder hydrometallurgische oder pyrometallurgische Prozessroutinen zum Einsatz.

Während bei Schmelzverfahren die Schlacke in ihrer Kristallstruktur und Phasenzusammensetzung durch Einflussnahme auf die Abkühlraten in weiten Bereichen gezielt beeinflusst werden kann, ist das bei den staubförmigen Reststoffen nicht möglich. Sofern der Staub nicht in Form von Primärpartikeln ausgetragen wird, sondern Sekundärpartikel aus Schmelzen oder Dämpfen entstehen, steht ihnen oft keine Zeit für die Ausbildung grober Kristalle zur Verfügung. Stäube aus metallurgischen Prozessen neigen vielmehr zu sehr feinen Verwachsungen der Phasen.

An den Elementverteilungen aus den REM-Aufnahmen einzelner Partikel aus den Produkten der *Cup*-Probe am Davis-Rohrscheider (die Helligkeit steht für die Häufigkeit des betreffenden Elementes) lässt sich dies gut darstellen. Gezeigt werden der Übersichtlichkeit halber nur O, Fe und Zn, in den Analysen sind weitere Elemente verfügbar.

Abbildung 87 zeigt aus dem unmagnetischen Rückstand einen sehr Fe-armen Kern von oxidischem Zn, der vollständig von einem Mantel aus einer Si-, Ca-, Fe-, Zn- und O-hältigen Phase umgeben ist. In Abbildung 88 ist ein weiteres Partikel aus dem gleichen Produkt dargestellt. Der Kern besteht hier hauptsächlich aus Si und O, die Zusammensetzung des Mantels entspricht der vorherigen Beschreibung.

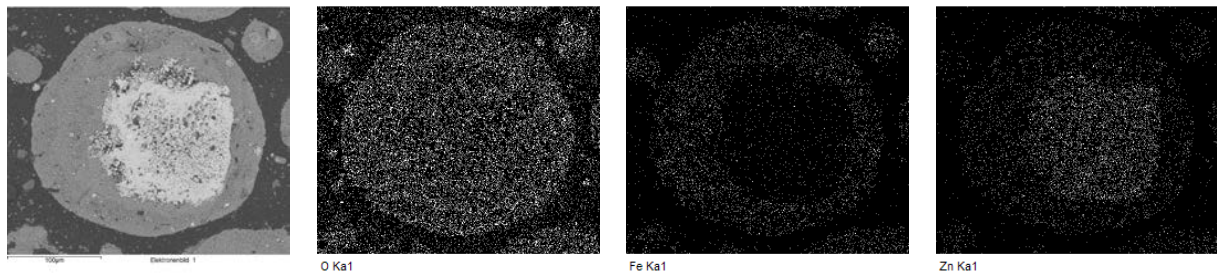


Abbildung 87: REM-Aufnahme zum unmagnetischen Rückstand von Cup. V.l.n.r. Elektronenbild, Sauerstoff, Eisen und Zink. Gesamter Ausschnitt etwa 300 µm

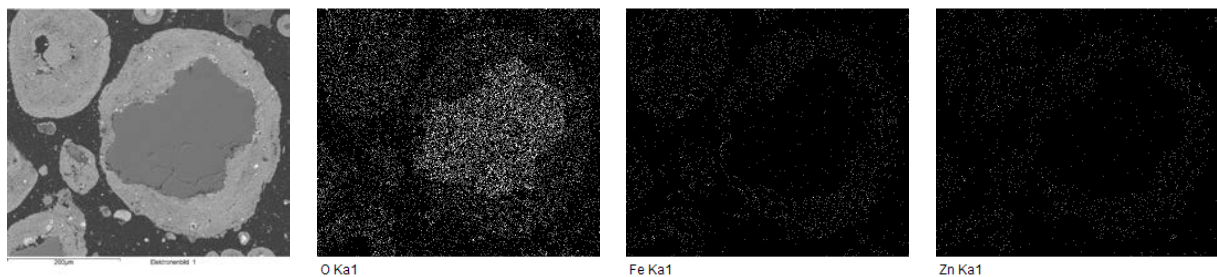


Abbildung 88: REM-Aufnahme eines weiteren Partikels aus dem unmagnetischen Rückstand von Cup. V.l.n.r. Elektronenbild, Sauerstoff, Eisen und Zink. Gesamter Ausschnitt etwa 500 µm

Zwei Partikel aus dem Magnetprodukt zeigt Abbildung 89: rechts unten aus oxidischem Eisen, links oben metallisches Eisen, das zu einem großen Teil von einer dünnen Hülle aus Si, Ca und O umgeben ist. Zn ist in beiden in geringem Ausmaß gleichmäßig verteilt. Im letzten Beispiel schließlich (Abbildung 90) besteht das Partikel im Inneren aus metallischem Eisen, außen aus oxidischem. Weiters wird es am Rand rechts unten großflächig von Ca und O abgeschlossen. Zn ist wieder im gesamten Teilchen zu finden, wobei eine gewisse Anreicherung in den Ca-reichen Gebieten zu beobachten ist.

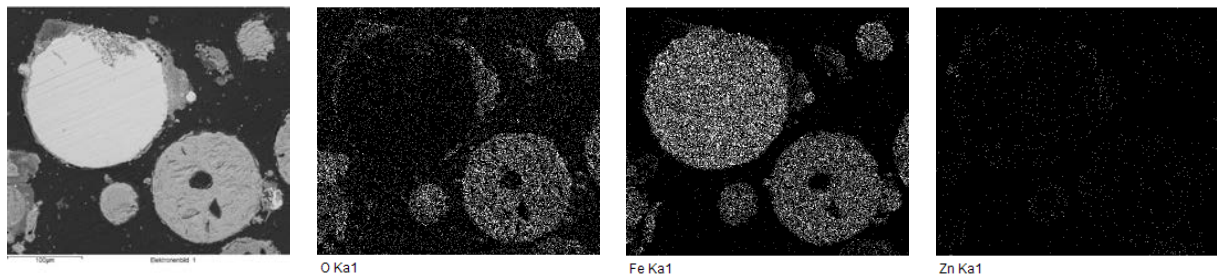


Abbildung 89: REM-Aufnahme zweier Partikel aus dem Magnetprodukt von Cup. V.I.n.r. Elektronenbild, Sauerstoff, Eisen und Zink. Gesamter Ausschnitt etwa 400 µm

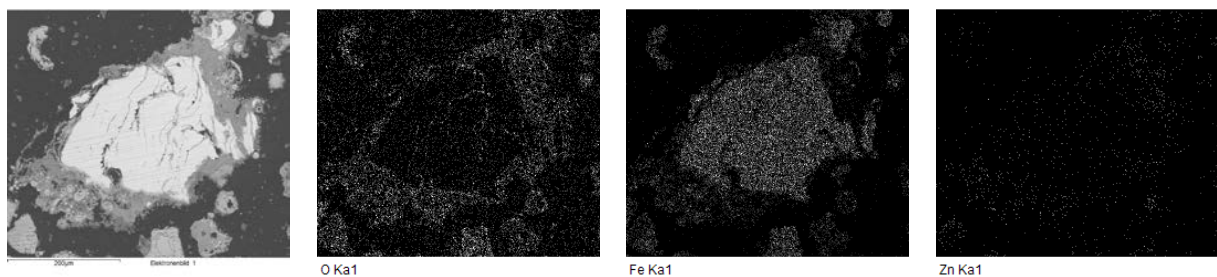


Abbildung 90: REM-Aufnahme eines weiteren Partikels aus dem Magnetprodukt von Cup. V.I.n.r. Elektronenbild, Sauerstoff, Eisen und Zink. Gesamter Ausschnitt etwa 500 µm

Ähnliche Beobachtungen sind in der Fachliteratur auch zu anderen metallurgischen Reststoffen häufig zu finden. Sie zeigen eindrücklich, warum es oft schwierig ist, mittels mechanischer Sortierprozesse zufriedenstellende Trennergebnisse zu erreichen.

Bei den Magnetscheidungsversuchen macht sich das Vorhandensein verschiedener Fe-Phasen dadurch bemerkbar, dass die Gehalte von Fe und Mag in den entsprechenden Produkten keineswegs konstante Verhältnisse aufweisen. Dies ist prinzipiell bei allen solchen Versuchen zu beobachten. Als extremstes Beispiel wird auf *HO A* verwiesen (Abbildung 59, S 110), bei dem das Magnetitäquivalent der drei Magnetisierbarkeitsklassen etwa 62, 56 und 18 % beträgt, ihr Fe-Gehalt aber mit rund 67 % konstant ist.

Die HR-Schaubilder in Abschnitt 6.4 zeigen für den Großteil der analysierten Elemente eine regelmäßige und oft deutliche Entwicklung ihrer Gehalte, selbst wenn diese mit dem Trennmerkmal – meist die Partikelgröße – nicht ursächlich zusammenhängen. Wo das nicht der Fall ist, kann es auf die Verwachsungsverhältnisse, die hier die Agglomeratproblematik mit einschließen, zurückgeführt

werden. Ein Beispiel ist das Sichten von *BOF*: während Zn vom Grob- zum Feingut durchgehend ansteigt (von 6,8 auf 20,3 %), ist der Fe-Gehalt im Mittelgut am geringsten. Ein Analysenfehler kann hier ausgeschlossen werden, denn auch Mag und die Dichte zeigen bei dieser Fraktionierung dieselbe Unregelmäßigkeit.

7.3 Trennstrategien zur besseren Wiederverwertung

Auf Basis der durchgeführten Untersuchungen können einige grundlegenden Aussagen getroffen werden:

Magnetscheidung

Entgegen der intuitiven Annahme ist die Schwachfeldmagnetscheidung für keine der untersuchten Staubtypen mit geringer Löslichkeit ein zielführender Aufbereitungsschritt. Fe wurde zwar bei *HO 8m* und *GSt* stark im Magnetprodukt angereichert, bei *GH* dagegen nur schwach und bei *HO A* war sein Gehalt in den Magnetprodukten und dem Rückstand identisch. Wie die Satmagan-Messung zeigte, war die Magnetscheidung an sich auch bei diesen beiden Proben erfolgreich. C als zweiter Wertstoff wurde durchgehend im Rückstand ausgebracht, Zn dagegen meist in den Magnetprodukten leicht angereichert. Pb zeigte keine klaren Tendenzen, ist aber auch eher im Magnetprodukt wieder zu finden. Das Ziel des gemeinsamen Wiedergewinnens von Fe und C wurde in jedem Fall, die Abtrennung des Fe von Zn und Pb meistens verfehlt.

Klassierung

Die Klassierung der Stäube erinnert stark an die allgemeine Erfahrung aus der klassischen Aufbereitung von mineralischem Rohgut, dass sich viele Phasen und Elemente im Fein- und Feinstgut anreichern. Bei den untersuchten Stäuben verändern sich die Gehalte oft kontinuierlich. Fe und C sind meist in den gröberen Klassen angereichert, die Schwermetalle steigen dagegen oft in den Sichterprodukten unter nominell 25 oder 7 μm drastisch an. Bei allen untersuchten Proben ist also das Ziel der Wiedergewinnung bei gleichzeitiger Reduktion der schädlichen Elemente prinzipiell durch Klassierung erreichbar (vgl. Abbildung 86, S. 160). Ob das Ausmaß der Trennung aber den praktischen Anforderungen genügt, lässt sich aus den beschriebenen Versuchen nicht ableiten: einerseits sind die Eingangsproben nur Momentaufnahmen der Staubsorten, andererseits ist die gesamte Staubwirtschaft in einem integrierten Hüttenwerk Teil eines umfangreichen und komplexen Prozesses.

Zur endgültigen Klärung der praktischen Anwendung wären noch Untersuchungen an weiteren repräsentativen Proben notwendig, in denen zusätzlich die Fraktionierung im Feinbereich enger gestuft werden sollte. Die derzeit sinnvoll erscheinenden Trennschnitte liegen teilweise im Bereich von 10-20 μm , teilweise aber auch bei 100-200 μm . Daher muss vorerst davon ausgegangen werden, dass die gemeinsame Verarbeitung verschiedener Staubsorten nicht oder nur mit Einschränkungen möglich ist.

Gichtstaub und -schlamm

Die Klassierung von *GSch* am Hydrozyklon ist zwar für die Abtrennung von Zn nicht besonders effizient, es kann aber eine große Menge an Wertstoffen zurückgewonnen und zugleich der Zn-Kreislauf unterbrochen werden. Die Versuchsserie zeigt, dass sich die Trennschärfe der Klassierung mit sinkender Feststoffvolumenkonzentration verbessert und der grobe Koks vermehrt im Zyklonunterlauf ausgebracht wird.

Yehia und El-Rahiem (2005) berichten von Versuchen zur Aufbereitung eines Gichtstaubes, bei der mittels Flotation der Kokspartikel und Magnetscheidung des Rückstandes drei Produkte erzeugt wurden: ein Schaumprodukt, das bei 87 % LOI über 99 % des Koks ausbringt; ein kohlenstofffreies Magnetprodukt aus 49 % Fe mit 89 % Ausbringen, sowie einen beinahe kohlenstofffreien, eisenarmen Rückstand. Die Schadelemente für den Hochofenprozess (v.a. Pb, Zn, S, K und Na) werden in dieser Veröffentlichung nicht erwähnt.

Wie die Gegenüberstellung der Korngrößenverteilung, Dichte und der Gehalte aller Teilprodukte aus den eigenen Zyklonversuchen zeigt, unterscheiden sich die Klassen > 25 µm aus Unter- und Überlauf leicht voneinander. Auch die Klassen < 25 µm aus den beiden Produkten sind nicht identisch. Die Unterschiede sind zwar nicht besonders groß, sollten aber trotzdem mittels Phasenanalyse untersucht werden.

Eindeutig zu klären ist noch, wie bzw. wo die Schwermetalle vorkommen. Die Fraktionierung von *GSt* am Davis-Rohrscheider deutet an, dass sie eher an Fe gebunden sind. In diesem Fall könnte der gesamte Koks durch Flotation einfach und wahrscheinlich in hoher Reinheit zurückgewonnen werden. Das Heizöl als Sammler würde anschließend auf dem Sinterband mit als Brennstoff dienen. Beim Flotationsrückstand wäre zu untersuchen, ob ein Fe-Produkt passender Qualität besser durch Magnetscheidung oder durch Klassierung zu erreichen ist.

Dichtesortierung

Trockene Dichtesortierung kann bei feindispersen Materialien nur dann sinnvoll angewandt werden, wenn sie nicht zur Agglomeration neigen. Das wären aus der Reihe der untersuchten Proben *HO 8m*, *GH* und *GSt* sowie *Sek 1.2* und *LD grob*. Weitere Stäube mit geringen Alkaligehalten sollten ebenfalls geeignet sein, *HO A* bildet davon eine Ausnahme.

Die in den allgemeinen Beschreibungen der Stäube postulierten Dichteunterschiede innerhalb der Staubsorten wurden durch Dichtemessungen der Fraktionierungsprodukte in allen Sorten indirekt nachgewiesen. Eine Dichteklassenanalyse erfolgte nicht, da keine trockene trennscharfe Fraktionierungsmethode zur Verfügung steht, um größere Mengen der Klassen zu erhalten.

Bei genügend enger Klassierung der Stäube könnte eine trennscharfe Dichtesortierung mittels Wirbelschicht oder Luftherd erfolgreich sein. Den Luftherd gibt es in zwei grundlegend verschiedenen Varianten: in der Form des u.a. in landwirtschaftlicher Produktion als „Steinausleser“ bekannten Zwei-Produkten-Apparates und die Bauart mit quergeneigter Herdfläche, wo entlang des Randes der Herdplatte mehrere Produkte abgezogen werden können. Der Durchsatz von Luftherden soll deutlich höher sein als von Hydroherden.

Die Erfolgsaussichten der trockenen Dichtesortierung für Stäube müssen derzeit aufgrund ihrer Feinheit minimal eingestuft werden: Kelly und Spottiswood (1985) geben als untere Korngrößengrenze für den Luftherd 200 µm an, Schubert (1996) etwa 500 µm. Für einen aktuellen Wirbelschichtsortierer gibt der Hersteller den Korngrößenbereich von 3 mm bis 150 µm an (AKW, 2011). Deshalb wurden zu diesem Fragenkomplex keine Untersuchungen durchgeführt.

Flotation

Die Trennung der Wert- und Schadstoffe mittels Flotation sollte bei passenden Verwachsungsverhältnissen prinzipiell möglich sein. Wie das Beispiel MEROS aber aufzeigt, können die Oberflächeneigenschaften sehr empfindlich auf Prozessänderungen reagieren, sodass die Entwicklung von verlässlichen Reagenzienregimes auf jeden Fall sehr erschwert, wenn nicht gar unmöglich wird. Das betrifft vor allem die Rückgewinnung der Eisenträger. Gute Erfolgsaussichten bestehen dagegen für die Rückgewinnung von Kokspartikeln mit Heizöl als Sammler (Yehia und El-Rahiem, 2005).

Elektroscheidung

Auch bezüglich Leitfähigkeit sind keine fraktionierenden Merkmalsklassenanalysen bekannt. Von *AF30*, *AF40* und *EF* wird aufgrund ihrer Herkunft aus Elektrofiltern keine allzu gute Trennwirkung mit diesem Verfahren erwartet. Auch bei allfälligen weiteren agglomerierenden Stäuben wird bestenfalls ein mittelmäßiges Trennergebnis erreichbar sein.

Der technische Einsatzbereich der Elektroscheidung endet derzeit bei etwa 100 µm, was einen großen Mengenanteil dieser Stäube ausschließt. Mit dem kürzlich am Lehrstuhl für Aufbereitung und Veredlung entwickelten „Koax-Scheider“ (Elektroscheidung im Fliehkraftfeld nach Tribo-Aufladung) könnte der Korngrößenbereich unter 100 µm zugänglich werden, dieser Apparat befindet sich noch in der Testphase.

Im Rahmen der Konditionierung können zur Verstärkung der Tribo-Aufladung auch Substanzen eingesetzt werden, die zum Teil den Flotationsreagenzien ähnlich sind. Sie wirken ebenfalls ausschließlich an der Partikeloberfläche und können das Aufladeverhalten der vorhandenen Phasen bereits in Dosierungen von etwa 100 ppm entscheidend verändern. Daher kann sich das von der Prozessführung abhängige Vorhandensein solcher Substanzen auf den Sortierprozess ähnlich störend auswirken wie bei der Flotation.

7.4 Kritische Beurteilung der vorliegenden Daten

Durch die Vielzahl der untersuchten Staubsorten ergibt sich ein breites Bild über potentiell erfolgreiche Strategien. Um den Aufwand in Grenzen zu halten, war es nicht möglich, mit den einzelnen Staubsorten in die Tiefe zu gehen. Daher wurde in der Regel von jeder Staubsorte nur eine einzige Eingangsprobe verwendet. Die Proben wurden allesamt seitens der eingebundenen Firmen zur Verfügung gestellt, sodass seitens des Autors keine Aussage über Probenahmedetails und damit über die Repräsentativität getätigt werden kann. Sollten die Proben nur Momentaufnahmen darstellen, können diese vom betrieblichen Normalzustand weit abweichen.

Deshalb entbinden die aus den im Rahmen dieser Dissertation durchgeführten experimentellen Untersuchungen gewonnenen Erkenntnisse und gezogenen Schlüsse den mit der Prüfung auf Aufbereikbaarheit von Stäuben befassten Ingenieur nicht von der sorgfältigen Charakterisierung der Eingangsprouben. Der Repräsentativität der Proben kommt dabei eine erste entscheidende Rolle zu. Es gilt daher klarzustellen, dass die quantitativen Ergebnisse der Dissertation nur für die untersuchten Proben gelten, wohingegen die qualitativen Ergebnisse schlüssig und nachvollziehbar sind.

Die Beurteilung der Trennschärfe des Laborsichters 100 MZR, der das Rückgrat eines zukünftigen Standarduntersuchungsganges bilden soll, wurde unabhängig voneinander von zwei Personen durchgeführt. Obwohl zum Teil das Aufgabematerial und auch die Einstellungen sehr ähnlich, wenn nicht identisch waren, weichen die entsprechenden Ergebnisse der beiden Serien in manchen Teilen voneinander ab. Ursachen dafür gibt es viele, und kann natürlich auch durch unterschiedliches Handling des Lasergranulometers verursacht sein, das zur Ermittlung der Korngrößenverteilungen eingesetzt wurde.

Bei der Berechnung der Korngrößenverteilung des Filterverlustes aus der Aufgabe und den ausgewogenen Produkten ergaben sich immer wieder Werte, die nicht nur unplausibel, sondern oft auch schlichtweg unmöglich sind, nämlich negative Durchgangswerte und negative Massenanteile. Eine Ursache sind die in der Dissertation des Öfteren erwähnten Buckel, die vom Lasergranulometer im Durchgang von größeren Proben gemessen werden. Dieser systematische Fehler entsteht unter anderem, wenn falsche optische Parameter verwendet werden (siehe Abschnitt 4.1.1.2 und Teipel, 2003).

Dass diese Korngrößenverteilungen zur Trennschärfebeurteilung nicht taugen, zeigt der Lagrange-Ausgleich, der in mehreren Fraktionierungen auf diese Kurven angewandt wurde und ebenfalls teilweise unmögliche Ergebnisse für das Massenausbringen lieferte.

Beim Laborsichter kommt es in der Werksausführung zu oftmals signifikanten Verlusten im Korngrößenbereich unter etwa 5 μm . Bei den beschriebenen Fraktionierungen reichen sie von 5 % der Aufgabe bis zu einem Drittel. Das Ausmaß hängt u.a. von der ursprünglichen Korngrößenverteilung der Probe und ihrem (unerwünschten) Zerkleinerungsverhalten im Sichter ab.

In erster Näherung kann der Filterverlust massenmäßig der feinsten ausgewogenen Fraktion zugeschlagen werden. Die meisten Elemente weisen in der Untersuchung eine durchgehende

Entwicklung des Gehaltes mit der Feinheit der Fraktion auf. Wenn der analysierte Gehalt dieses Feingutes ersatzweise auch für den Filterverlust angesetzt wird, kann in solchen Fällen abgeschätzt werden, in welcher Richtung die Bilanz vom tatsächlichen Ergebnis abweicht. Auch hier kann die wahrscheinliche Abweichung in Zahlen nicht verlässlich angegeben werden.

Bei einigen Staubsorten sind die verfügbaren Elemente in den einzelnen Fraktionierungen unterschiedlich. Damit sind diese schwer zu vergleichen.

Bei den meisten Bilanzen stimmen die analysierten Aufgabehalte mit den rückgerechneten recht gut überein. Große Abweichungen und Widersprüche traten bei den Sichtversuchen bei PMT auf. Ein Grund ist sicher die Versuchsführung, die nicht nur zur Verschleppung von Partikeln innerhalb einer Staubsorte, sondern auch zwischen den Sorten geführt hat.

7.5 Vorschlag für einen standardisierten Untersuchungsgang für Stäube

Abbildung 91 zeigt einen Untersuchungsgang, der als Standard für Stäube geeignet ist und im Folgenden erläutert wird. Wenn er zur Gänze abgearbeitet wird, ergibt er eine umfassende Beschreibung der Probe und damit eine solide Grundlage für die Auswahl von Aufbereitungsprozessen und deren geeignete Trennschnittwahl. Die Analytik auf chemische Gehalte ist bei jeder Fraktionierung essentiell. Die ergänzenden Analysenwerte – wie Magnetitäquivalent, Dichte und Löslichkeit – sind nicht notwendig, erleichtern aber die Beurteilung der Proben.

Der grüne Bereich beschreibt die Eingangsprobe, wobei sowohl qualitative Beobachtungen als auch Messwerte verwendet werden. Beides dient zur weiteren Beurteilung, ob einzelne Schritte aus dem weiteren Ablauf überhaupt in Frage kommen, bzw. mit welchem Apparat eine Eigenschaft analysiert werden kann.

Die wichtigste und damit erste Fraktionierung ist die nach der Korngröße. Für die feineren Anteile ist der Laborsichter 100 MZR zweckmäßig, der zur Vermeidung unerwünschter Zerkleinerungseffekte nicht mit zu grober Aufgabe beaufschlagt werden sollte. Deshalb ist eine Vorabsiebung, vorzugsweise bei 100 µm, vorzusehen. Deren Rückstand kann mittels Siebanalyse weiter aufgeschlüsselt werden.

Bei den folgenden Fraktionierungen sind die Korngrößenklassen nach Möglichkeit getrennt zu behandeln, um die Analysenschärfe und die Aussagekraft zu maximieren. Je nach Korngrößenverteilung, Suszeptibilitätsbereich und Löslichkeit der Probe kann die Auswahl der möglichen weiteren Fraktionierungen eingeschränkt sein.

Die Laugung ist nicht Bestandteil der eigentlichen Merkmalsklassenanalyse, da eine vollständige Untersuchung durch die Anzahl der Parameter – Wahl der Lösungsmittel, pH-Werte, Temperaturen – kaum möglich und ihr Aufwand in der Regel nicht zu vertreten ist. Bei Bedarf und Interesse müssen die Randbedingungen daher in Zusammenarbeit mit dem Auftraggeber von Fall zu Fall festgelegt werden.

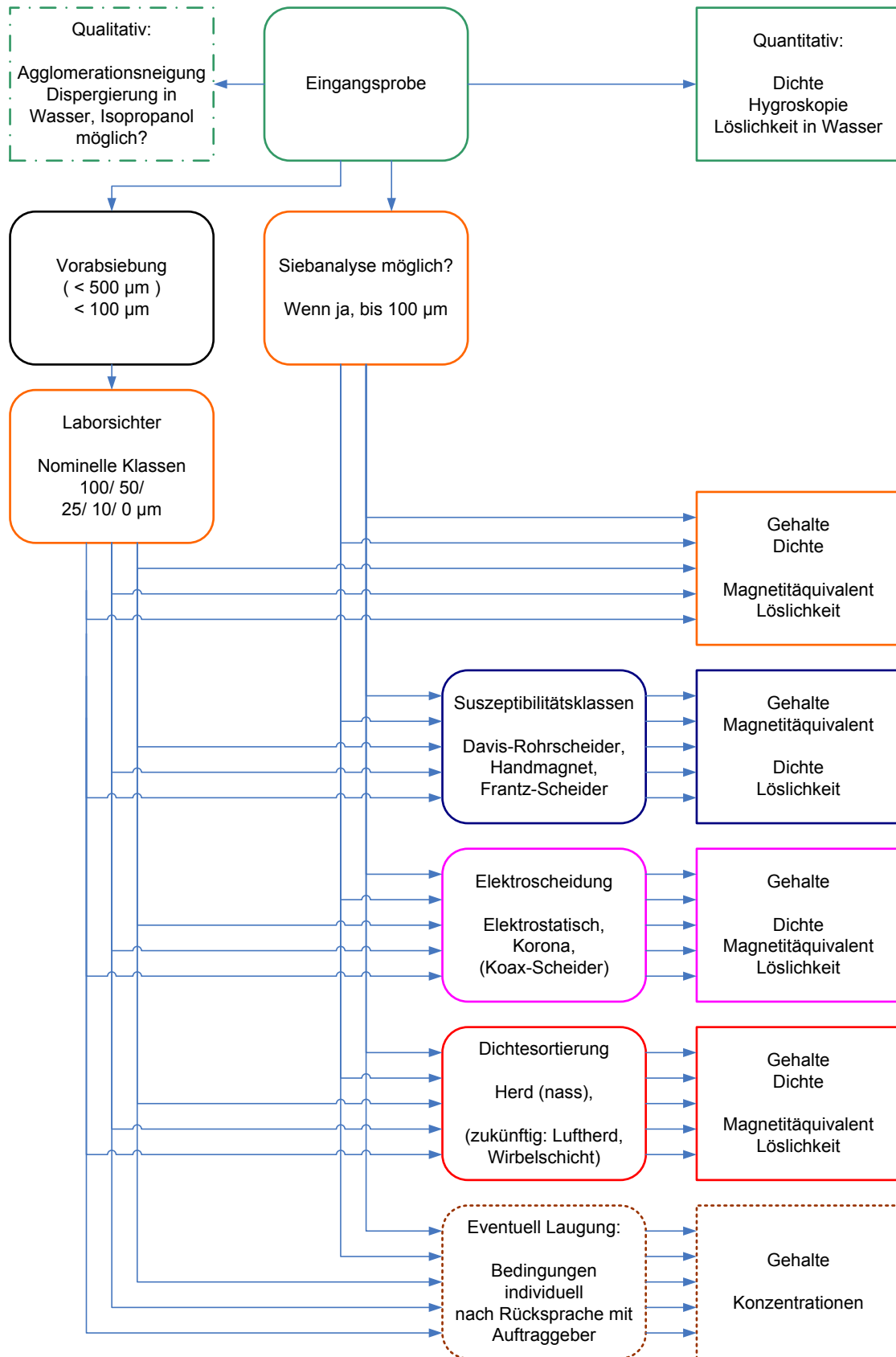


Abbildung 91: Vorschlag für einen standardisierten Untersuchungsgang für Stäube

8 Aussichten und Empfehlungen

8.1 Empfohlene weitere Untersuchungen

8.1.1 Fortsetzung der MZR-Beurteilung

Beim Laborsichter 100 MZR ist von der Anwenderseite her nach wie vor nicht nachgewiesen, ob er die angepriesene Trennschärfe tatsächlich erreicht. Neben gezielten Versuchen zum Dichteinfluss der Aufgabe und zum ungewollten Zerkleinerungseffekt beim Sichten muss das Hauptaugenmerk auf die passenden Analysemethoden gerichtet sein. Bei sieben von zehn untersuchten Staubproben liefert die Lasergranulometrie beim Grob- oder Mittelgut des Sichters eine Korngrößenverteilung, die im Bereich 1 bis 10 μm mehr oder weniger deutlich nach oben ausgebeult ist.

Da bei den durchgeführten Fraktionierungen die Korngröße mit Teilungszahl 25 % in diesem Bereich liegt, fallen einerseits die grobgutbezogenen Teilungskurven zu flach aus, andererseits liegen sie im gesamten Bereich unter 10 μm zu hoch. Dieser Effekt tritt ein, wenn das System nicht die korrekten Brechungsindizes zur Verfügung hat. Da bei den untersuchten Staubproben eine Mischung vieler Phasen vorliegt, die von opak bis transparent reichen, kann weder nach Fraunhofer noch nach Mie korrekt ausgewertet werden.

Es ist deshalb zu empfehlen, weitere Messungen nach Andreasen oder am Sedigraphen durchzuführen. Für Proben, die ferromagnetische Anteile enthalten, muss beim Sedigraph der Magnetrührer ausgebaut und durch ein externes Rührgerät ersetzt werden. Weiters ist abzuklären, ob das System für die Verwendung von Isopropanol als Dispergierflüssigkeit geeignet ist, denn die untersuchten Staubtypen lassen sich in Wasser oft nicht dispergieren.

Wenn das Lasergranulometer weiterhin zur Beschreibung der Sichterprodukte eingesetzt werden soll, wäre zunächst mittels monodisperser monomineralischer Proben, monomineralischer Mischungen definierter Korngrößenverteilung sowie Mischungen von Reinmineralen mit definierter Korngrößenverteilung abzuklären, wie weit die Laserergebnisse mit den tatsächlichen Verteilungen übereinstimmen. In der letzten Stufe sollten sowohl opake wie transparente Minerale vertreten sein, um die Auswirkung nicht korrekter Einstellungen (Fraunhofer, Mie, unpassende Brechungsindizes) zu überprüfen.

Für den 100 MZR selbst wird weiters vorgeschlagen,

- das Feinstgut (die Verluste des Zyklons) vollständig und sortenrein aufzufangen und damit analysierbar zu machen
- definierte Mischungen von Calcit und Schwerspat zu sichten, da deren Brechungsindizes sehr ähnlich sind und die Dichten der Minerale sich stark unterscheiden
- Fraktionieren von fein nach grob und umgekehrt, um den Zerkleinerungseffekt des Sichtrades zu beurteilen.

8.1.2 Erweiterung der Merkmalsklassenanalyse für Stäube

Der Hauptgrund für die Suche nach solchen Erweiterungen ist der Wunsch, die Proben nicht nur mittels Analysen zu beschreiben, sondern sie nach Möglichkeit durch analysenscharfe Fraktionierung mit wenig Zeitaufwand in solchen Mengen in Merkmalsklassen getrennt vorliegen zu haben, dass diese Klassen für Analysen, Versuche oder weitere Fraktionierungen verwendbar sind. Falls die Analysenschärfe nicht möglich ist, wird dieses Kriterium pragmatisch gesehen und versucht, ihm zumindest so nahe wie möglich zu kommen.

Die „Erweiterung“ bezieht sich hauptsächlich auf kleinere Partikelgrößen, da die untersuchten Proben zum Großteil deutlich feiner sind als typisches mineralisches Rohgut. Da die Stäube zur Agglomeration neigen, ist ihre Dispergierung eine Voraussetzung für eine trennscharfe Klasseneinteilung. Damit ist jede in Bezug auf die Stäube erfolgreiche Maßnahme automatisch auch für mineralisches Gut anwendbar.

Für die Elektroscheidung und Flotation sind objektive Fraktionierungen weder verfügbar noch in Aussicht. Falls sie als Sortierverfahren für die Reststoffe in Frage kommen, muss nach wie vor auf die Ermittlung der Anreicherungskurven – ursprünglich als Waschkurven bezeichnet – zurückgegriffen werden. Siehe dazu Schubert (1996, S 110 ff).

In Bezug auf die Partikelgröße wurde das Ziel teilweise erreicht, denn mit dem 100 MZR ist zwar nach derzeitigem Kenntnisstand keine analysenscharfe Fraktionierung möglich, aber die anderen Anforderungen werden weitgehend erfüllt. Die größte Schwachstelle des Sichters ist der Verlust an Feinstgut, das im Auslieferungszustand in einem Staubbehälter gesammelt wird und nicht sortenrein verfügbar ist.

Bezüglich magnetischer Suszeptibilität ist zwischen stark- und schwachmagnetischen Materialien zu unterscheiden. Bei ersterem ist der Davis-Rohrscheider schon seit langem verfügbar und als Standardwerkzeug etabliert. Grundsätzlich ist er mit der Aufgabekorngröße nach unten nicht begrenzt. Bei den durchgeführten Fraktionierungen nach Korngrößenklassen hat sich regelmäßig gezeigt, dass die Bilanz des Magnetitäquivalents in der feinsten Klasse am schlechtesten ausfällt. Es wäre zu überprüfen, ob die Ursache in den Verwachsungsverhältnissen zu suchen ist oder ob die Kräfteverhältnisse von der Korngröße zu stark beeinflusst werden.

In letzterem Fall könnten für solche Proben die Standardeinstellungen am Lehrstuhl in Richtung geringerer Spülwassermengen und langsamerer Hubbewegung geändert werden. Da die magnetische Kraft proportional zum Volumen der Partikel ist und die Schleppkraft des Wassers proportional zur angeströmten Fläche, nimmt die magnetische Kraft mit der Partikelgröße schneller ab als die Schleppkraft, sodass das Kriterium des Zurückgehaltenwerdens eigentlich nicht die Magnetisierbarkeit widerspiegelt. Bei einer solchen Umstellung wäre allerdings die Vergleichbarkeit mit früher gewonnenen Versuchs- und Materialdaten nicht mehr gegeben.

Beim Isodynamikscheider der Bauart Frantz für paramagnetische Materialien ist die untere Korngrößengrenze für Partikel üblicher Form etwa 100 µm. Bei kleineren Teilchen, die als Magnetprodukt ausgetragen werden sollten, ist die Summe aus zurückhaltender magnetischer Kraft

und Haftreibung stärker als die antreibende Komponente der Schwerkraft. Die zurückgehaltenen Partikel blockieren die Rinne auf der Seite des Magnetproduktes und das weitere Magnetprodukt wird zum Großteil mit dem Unmagnetischen ausgetragen.

Die Längsneigung der Vibrorinne hat keinen Einfluss auf die Trenncharakteristik, sondern beeinflusst nur die Transportgeschwindigkeit entlang der Rinne. Wenn diese Anpassung nicht ausreicht, wird als Lösung ein schmales Förderband mit seitlichen Stegen vorgeschlagen. Zur Unterstützung der Trennung müsste seine Unterlage mit einem Vibrator angeregt werden. Um die zwei Produkte nach dem Passieren des Magnetsystems getrennt zu halten, könnte das Band auf der magnetischen Seite tiefer gefurcht sein.

Da für die Hüttenreststoffe nach Möglichkeit trockene Sortierverfahren eingesetzt werden sollen, wird die Dichte als Trennmerkmal wegen der Feinheit der Stäube kaum in Frage kommen:

„Etwa unterhalb 30 bis 10 μm versagt jegliche industrielle Trennung nach der Dichte.“

(Schubert, 1996, S 3)

Kelly und Spottiswood (1995) geben ebenso 10 μm als untere Grenze an: der Bartles-Mozley Concentrator bringt in einer konkreten Anwendung 60 % von Zinnstein dieser Größe ins Konzentrat aus. Die nächsten Dichtesortierer in Richtung steigender Korngröße sind die Gruppe der Herde, sie können bis 40 μm herunter eingesetzt werden, sind aber ebenfalls nasse Prozesse. Die trockene Dichtesortierung endet nach diesen beiden Quellen bereits bei 200 bis 500 μm mit dem Luftherd.

Mit sorgfältig durchgeführter Herdarbeit (nass oder trocken) an engen Siebfraktionen sollte eine Fraktionierung nach Korngröße und Dichte gelingen, die zwar noch nicht Analysenschärfe aufweist, aber die Probe doch einigermaßen gut charakterisiert und auch zur technischen Trennung taugen könnte.

8.2 Potential in der Eisen- und Stahlherstellung

8.2.1 Allgemein

Die anfallenden Staubmengen sind mit etwa 5 kg/t Roheisen und 20 kg/t Stahl selbst bei der österreichischen Produktionsmenge beachtlich. Wenn auch bei voestalpine Stahl ein großer Teil der Reststoffe aus der Roheisenproduktion intern wieder eingesetzt wird, muss doch eine gewisse Menge deponiert werden, da ohne Aufbereitung technologisch vorgegebene Limitierungen nicht einhaltbar sind.

Es kann davon ausgegangen werden, dass die Umweltauflagen für die Werke in Zukunft nicht gelockert und die Kosten für die Deponierung nicht geringer werden. Zusätzlich besteht die Chance, aus den derzeit abgestoßenen Stäuben Fe- und C-Träger als wertvolle Einsatzstoffe zurückzugewinnen.

Wenn es gelingt, bei den verschiedenen Staubsorten die Wertstoffe einigermaßen anzureichern und die Schadelemente abzureichern, ist in Summe ein großes Einsparungspotential gegeben. Die vorliegende Untersuchung hat gezeigt, dass bei fast allen betroffenen Stäuben mittels einer bewährten physikalischen Aufbereitungsmethode, nämlich des Sichtens, die Trennung in stofflich unterschiedliches Grob- und Feingut gelingt. Das Ausmaß des Sortiererfolges unterscheidet sich zwischen den Staubsorten beträchtlich und muss in Zukunft noch anhand weiterer repräsentativer Proben genauer ermittelt werden.

Ob Stäube schlussendlich aufbereitet und eingesetzt oder doch deponiert werden, hängt zum Großteil von der Wirtschaftlichkeit der Maßnahme ab. Neben den Kosten durch den Aufbereitungsschritt sind nicht nur dessen Erlöse, sondern auch mögliche Konsequenzen im gesamten internen Stoffkreislauf zu berücksichtigen. Die Staubwirtschaft eines integrierten Hüttenwerkes ist ein großer Themenkomplex, der nicht Teil dieser Dissertation ist.

8.2.2 Gichtstaub und Gichtschlamm

Ein Beispiel für die erfolgreiche Aufbereitung von Hüttenreststoffen ist die Klassierung von Gichtschlamm mittels Hydrozyklon, die bei British Steel 1994 dauerhaft installiert und schließlich ein Standardverfahren in vielen Hüttenwerken wurde (N.N., 1994).

Nach dem derzeitigen Wissensstand sind Pb und Zn bei den Proben *GS_t* und *GS_{ch}*

- im Feingut dieser Proben angereichert,
- leicht in den Magnetprodukten angereichert,
- nicht an den Koks gebunden.

Durch den großen Dichteunterschied von Koks zu den restlichen Phasen müssen beim Abtrennen von Pb und Zn im Feingut hohe Koksverluste in Kauf genommen werden. Diese könnten minimiert werden, wenn der Koks in einer ersten Stufe flotiert wird und der Flotationsrückstand je nach Verwachsungsverhältnissen mittels Klassierung oder Magnetscheidung weiter behandelt wird.

In dieser Richtung wurden noch keine eigenen Untersuchungen durchgeführt.

8.3 Übertragung auf andere Industriezweige

Prinzipiell kann die vorgestellte Art der Untersuchung auf alle Prozesse umgelegt werden, bei denen feindisperse Stoffe anfallen. Einzige Grundvoraussetzung ist, dass sie – egal ob trocken oder nass – dispergiert werden können.

Der gesamte Untersuchungsgang ist natürlich unnötig, wenn die Stäube sortenrein anfallen oder problemlos wieder eingesetzt werden können.

Die Merkmalsklassenanalyse kann auf Stäube dann nicht angewandt werden, wenn die Feststoffe durch simultane Fällung entstehen, da in diesem Fall keine Partikel von genügender Größe vorhanden sind, oder aber die Phasen so innig verwachsen sind, dass sie in den Teilchen annähernd gleichverteilt sind. In diesem Fall ist auch jegliche Anreicherung durch mechanische Verfahren ausgeschlossen.

Prädestiniert für solche Untersuchungen sind prinzipiell alle metallurgischen Prozesse. Als Beispiel sei noch die sekundäre Kupfergewinnung genannt, die bei Verwendung eines Schachtofens einen Staubanfall von 5-10 % der Einsatzmenge aufweist (Antrekowitsch et al., 2009).

Wenn chemische Prozesse im Hintergrund stehen, kann von einem Zusammenhang zwischen Partikelgröße und stofflicher Zusammensetzung ausgegangen werden.

Abbildungsverzeichnis

Abbildung 1: Komponenten der Streuung von Licht an einem transparenten Partikel (Stieß, 1995) ...	15
Abbildung 2: Partikelgrößenverteilung von Glaskugeln mit 14 µm Durchmesser nach Fraunhofer-Näherung (Teipel, 2003).....	17
Abbildung 3: Partikelgrößenverteilung von Glaskugeln mit 3 µm Durchmesser (Teipel, 2003).....	18
Abbildung 4: Der Fraunhofer-Fehler am Beispiel dreier Fraktionen der Probe EF	19
Abbildung 5: Davis-Rohrscheider	22
Abbildung 6: Handmagnet oder Taschenmagnetscheider	23
Abbildung 7: Isodynamikscheider der Bauart Frantz für paramagnetische Stoffe	24
Abbildung 8: Beispiel eines Henry-Reinhardt-Schaubildes für Rohkohle, basierend auf einer Schwimm/Sink-Analyse	27
Abbildung 9: Zwei Darstellungsarten für die „Grenzkurve der Selektivität“: Gehalt im Konzentrat über Wertstoffausbringen (links) und Gangartverbleib im Konzentrat über Wertstoffausbringen (rechts). (Steiner, 1965).	30
Abbildung 10: Abgasführung in der Sinteranlage Linz (Schmid, 2012).....	38
Abbildung 11: Staubprobe AF40 aus der Sinteranlage. Maßstab: 500 µm.....	38
Abbildung 12: MEROS, das Verfahren zur Abgasreinigung der Sinteranlage bei voestalpine Stahl Linz (Meierhofer et al., 2006)	40
Abbildung 13: Porenverteilung in Aktivkohle und in Herdofenkoks (Wirling, 2001)	41
Abbildung 14: Korngrößenklasse > 200 µm einer MEROS-Probe.....	42
Abbildung 15: Schematischer Aufbau eines Hochofens (Domke, 1986)	43
Abbildung 16: Drei Bauarten eines "Staubsackes" (Ra'ike, 2010).....	45
Abbildung 17: Gießhallenstäube HO A (oben, 200 µm Maßstab) und GH (unten, 500 µm).....	47
Abbildung 18: Staubwirtschaft im Stahlwerk Linz (nach Pilz, 2012)	48
Abbildung 19: Sichterprodukt > 25 µm der Probe Cup (Maßstab 1000 µm).....	50
Abbildung 20: Trockene Siebanalyse der MEROS-Probe A	52
Abbildung 21: Strukturformel von Polysorbat 80	54
Abbildung 22: Strukturformel von Na-Ethylxanthat	54
Abbildung 23: Unkontrolliertes Schäumen der neuen MEROS-Probe.....	56
Abbildung 24: Produkte der erfolglosen Flotation mit der neuen MEROS-Probe	56
Abbildung 25: Variation der CuSO ₄ -Beladung zur Aktivierung von HOK	57
Abbildung 26: Variation der Aktivierungsdauer von HOK	58
Abbildung 27: Kanalradsichter 100 MZR von Hosokawa-Alpine.....	61

Abbildung 28: Geöffnetes Sichtrad des 100 MZR	64
Abbildung 29: Schnitt durch den Sichtraum des 100 MZR (Hosokawa-Alpine).....	64
Abbildung 30: Tatsächliche, korrigierte und reduzierte Teilungskurve (Kelly und Spottiswood, 1985)	68
Abbildung 31: Korngrößenverteilungen zu den Calcit-Trennungen laut Mastersizer.....	71
Abbildung 32: Korngrößenverteilung der Aufgabe zu den Calcit-Trennungen nach vier Messmethoden	72
Abbildung 33: Rückgerechnete Korngrößenverteilung der Filterverluste bei den Calcit-Trennungen am 100 MZR. Die Lücke bei Filter 1 entsteht durch die negativen Werte der Durchgangskurve	73
Abbildung 34: Drei Varianten der Teilungskurven für die Calcit-Trennungen.....	74
Abbildung 35: Teilungskurven des 100 MZR für die Calcit-Trennungen in der plausibelsten Variante	74
Abbildung 36: Vergleich von Korngrößenverteilungen aus zwei verschiedenen Lasergranulometern. Material ist AF40; links Trennung 1, rechts Trennung 3	76
Abbildung 37: Die Korngrößenverteilungen der AF40-Trennungen laut Mastersizer	77
Abbildung 38: Berechnete Korngrößenverteilung der Filterverluste in den AF40-Trennungen. Die Lücke bei Filter 1 entsteht durch die laut Rechnung negativen Durchgangswerte.	78
Abbildung 39: Teilungskurven des 100 MZR für die AF40-Trennungen. Links nach Helos, rechts nach Mastersizer	78
Abbildung 40: Korngrößenverteilung der Aufgabe zu den AF40-Trennungen nach fünf Messmethoden	79
Abbildung 41: Analysierte und berechnete Korngrößenverteilungen der Kalkstein-Aufgabe (nach Weiss, 2012).....	81
Abbildung 42: Teilungskurven der Kalkstein-Trennungen (nach Weiss, 2012)	82
Abbildung 43: Korngrößenverteilung der Aufgabe zu den Kalkstein-Trennungen nach drei Messmethoden	83
Abbildung 44: Teilungskurven der Zement-Trennungen (nach Weiss, 2012).....	84
Abbildung 45: Korngrößenverteilung der Aufgabe zu den Zement-Trennungen nach vier Messmethoden	85
Abbildung 46: Abstruse Ergebnisse der berechneten Korngrößenverteilungen der Filterverluste	87
Abbildung 47: Teilungskurven der Fraktionierung von EF am 100 MZR	88
Abbildung 48: Teilungskurven der Fraktionierung von GSt am 100 MZR.....	88
Abbildung 49: Teilungskurve des 100 MZR für "Calcit" und "Kalkstein" bei 5.000 min ⁻¹	90
Abbildung 50: Teilungskurven des Gonell-Sichters.....	93

Abbildung 51: Ergebnis der Modellrechnung zur Trennschärfenbewertung eines Sichters durch einen weiteren Sieher	95
Abbildung 52: Siebanalysen der Proben aus dem Bereich "Eisen und Stahl"	97
Abbildung 53: HR-Schaubild von AF30 – Siebanalyse	102
Abbildung 54: HR-Schaubild von AF30 – Laborsichter	103
Abbildung 55: HR-Schaubild von AF40 – Siebanalyse und Allgaier-Siebung	104
Abbildung 56: HR-Schaubild von AF40 – Laborsichter	105
Abbildung 57: HR-Schaubild von EF – Siebanalyse	107
Abbildung 58: HR-Schaubild von EF – Laborsichter	108
Abbildung 59: HR-Schaubild von HO A – Davis-Rohrscheider	110
Abbildung 60: HR-Schaubild von HO A – Laborsichter	111
Abbildung 61: HR-Schaubild von HO 8m – Siebanalyse	112
Abbildung 62: HR-Schaubild von HO 8m – Davis-Rohrscheider	114
Abbildung 63: HR-Schaubild von HO 8m – Laborsichter	115
Abbildung 64: HR-Schaubild von GH – Davis-Rohrscheider	118
Abbildung 65: HR-Schaubild von GH – Laborsichter	120
Abbildung 66: HR-Schaubild von GSt – Siebanalyse	122
Abbildung 67: HR-Schaubild von GSt – Laborsichter	123
Abbildung 68: HR-Schaubild von GSt – Davis-Rohrscheider	127
Abbildung 69: HR-Schaubild von EAF – Laborsichter	129
Abbildung 70: Magnetisierbarkeitsverteilung mit Handmagnet – EAF	130
Abbildung 71: HR-Schaubild von EAF – Handmagnet	130
Abbildung 72: HR-Schaubild von BOF – Laborsichter	131
Abbildung 73: Magnetisierbarkeitsverteilung mit Handmagnet – BOF	132
Abbildung 74: HR-Schaubild von BOF – Handmagnet	133
Abbildung 75: HR-Schaubild von BOF – Davis-Rohrscheider. Fe-Gehalte stark widersprüchlich zur Aufgabe-Analyse	134
Abbildung 76: HR-Schaubild von Cup – Laborsichter	135
Abbildung 77: Dichte der Teilprodukte aus Serie A der Gichtschlamm-Zyklonierung	145
Abbildung 78: Korngrößenverteilung der Teilströme < 25 µm Unterlauf bei der Zyklonierung	150

Abbildung 79: Teilungskurven von GSch am Hydrozyklon laut Laser	151
Abbildung 80: Zusammenhang von Dichte, Fe- und C-Gehalt der Zyklon-Teilprodukte	152
Abbildung 81: Ausbringen von Masse und Elementen am Hydrozyklon	153
Abbildung 82: Gichtschlammzyklonierung im Kappa-Netz	156
Abbildung 83: AF40 < 100 µm am 100 MZR. Vergleich zweier Serien im Kappa-Netz.....	157
Abbildung 84: Kappa-Netz der Fraktionierung von HO 8m nach verschiedenen Methoden	158
Abbildung 85: Kappa-Netz der Fraktionierung der "typischen" Stahlwerksstäube am Laborsichter ..	159
Abbildung 86: Kappa-Netz von E-Filter-, Gießhallen- und Gichtstaub am Laborsichter.....	160
Abbildung 87: REM-Aufnahme zum unmagnetischen Rückstand von Cup. V.I.n.r. Elektronenbild, Sauerstoff, Eisen und Zink. Gesamter Ausschnitt etwa 300 µm	162
Abbildung 88: REM-Aufnahme eines weiteren Partikels aus dem unmagnetischen Rückstand von Cup. V.I.n.r. Elektronenbild, Sauerstoff, Eisen und Zink. Gesamter Ausschnitt etwa 500 µm	162
Abbildung 89: REM-Aufnahme zweier Partikel aus dem Magnetprodukt von Cup. V.I.n.r. Elektronenbild, Sauerstoff, Eisen und Zink. Gesamter Ausschnitt etwa 400 µm	163
Abbildung 90: REM-Aufnahme eines weiteren Partikels aus dem Magnetprodukt von Cup. V.I.n.r. Elektronenbild, Sauerstoff, Eisen und Zink. Gesamter Ausschnitt etwa 500 µm	163
Abbildung 91: Vorschlag für einen standardisierten Untersuchungsgang für Stäube.....	169

Tabellenverzeichnis

Tabelle 1: Ausgleich für Zwei-Produkten-Trennung mit Masseerhaltung (nach Grumbrecht, 1953)....	35
Tabelle 2: Ausgleich für Drei-Produkten-Trennung mit Masseerhaltung (nach Grumbrecht, 1953).....	35
Tabelle 3: Bandbreite einiger Gehalte der untersuchten E-Filter-Stäube	39
Tabelle 4: Bandbreite der chemischen Zusammensetzung der untersuchten MEROS-Proben.....	42
Tabelle 5: Chemische Analysen der Eingangsproben von GSt und GSch	45
Tabelle 6: Bandbreite einiger Elemente in den untersuchten Gießhallenstäuben	46
Tabelle 7: HOK-Bilanzen der Flotationsversuche 1 bis 5.....	55
Tabelle 8: Literaturangaben zur Trennschärfe κ verschiedener Sichtermodelle.....	69
Tabelle 9: Übersicht der Calcit-Trennungen.....	70
Tabelle 10: Übersicht der AF40-Trennungen	75
Tabelle 11: Übersicht der Kalkstein-Trennungen.....	81
Tabelle 12: Kennwerte der Kalkstein-Trennungen	82
Tabelle 13: Übersicht der Zement-Trennungen	83
Tabelle 14: Kennwerte der Zement-Trennungen	84
Tabelle 15: Masseausbringen am Laborsichter von sieben Staubsorten	86
Tabelle 16: Masseausbringen beim 100 MZR – Wägung vs. Lagrange-Ausgleich der Lasergranulometrie.....	89
Tabelle 17: Trennschnittverhältnis und Dichtefaktor für Kalkstein- und Zement-Trennung	90
Tabelle 18: Übersicht über die durchgeführten Merkmalsklassenanalysen.....	98
Tabelle 19: Vorabsiebung und Filterverluste beim 100 MZR.....	99
Tabelle 20: Siebanalyse AF30 – Gehalte für HR	101
Tabelle 21: Laborsichter AF30 – Gehalte für HR	102
Tabelle 22: Siebanalyse AF40 – Gehalte für HR	104
Tabelle 23: Allgaier Siebung AF40 – Gehalte für HR.....	104
Tabelle 24: Laborsichter AF40 – Gehalte für HR	105
Tabelle 25: Siebanalyse EF – Gehalte für HR	106
Tabelle 26: Laborsichter EF – Gehalte für HR	108
Tabelle 27: Davis-Rohrscheider HO A – Gehalte für HR	110
Tabelle 28: Laborsichter HO A – Gehalte für HR.....	110
Tabelle 29: Siebanalyse HO 8m – Gehalte für HR.....	112

Tabelle 30: Davis-Rohrscheider HO 8m – Gehalte für HR	113
Tabelle 31: Laborsichter HO 8m – Gehalte für HR	115
Tabelle 32: Siebanalyse GH – Gehalte für HR.....	116
Tabelle 33: Davis-Rohrscheider GH – Gehalte für HR	116
Tabelle 34: Laborsichter GH – Gehalte für HR	119
Tabelle 35: Siebanalyse GSt – Gehalte für HR.....	121
Tabelle 36: Laborsichter GSt – Gehalte für HR.....	123
Tabelle 37: Davis-Rohrscheider GSt – Gehalte für HR.....	124
Tabelle 38: Laborsichter EAF – Gehalte für HR.....	128
Tabelle 39: Handmagnet EAF – Gehalte für HR	129
Tabelle 40: Laborsichter BOF – Gehalte für HR	131
Tabelle 41: Handmagnet BOF – Gehalte für HR.....	132
Tabelle 42: Davis-Rohrscheider BOF – Gehalte für HR	134
Tabelle 43: Laborsichter Cup – Gehalte für HR	135
Tabelle 44: Davis-Rohrscheider Cup – Gehalte für HR	136
Tabelle 45: Sichtung im Pilotmaßstab – Masseausbringen Grobgut nach Lagrange-Ausgleich	139
Tabelle 46: Bilanz Sichtung im Pilotmaßstab, 6.000 min ⁻¹ – AF30	139
Tabelle 47: Bilanz Sichtung im Pilotmaßstab, 3.000 min ⁻¹ – AF30	139
Tabelle 48: Bilanz Sichtung im Pilotmaßstab, 6.000 min ⁻¹ – AF40	140
Tabelle 49: Bilanz Sichtung im Pilotmaßstab, 3.000 min ⁻¹ – AF40	140
Tabelle 50: Bilanz Sichtung im Pilotmaßstab, 6.000 min ⁻¹ – LD grob	141
Tabelle 51: Bilanz Sichtung im Pilotmaßstab, 3.000 min ⁻¹ – LD grob	141
Tabelle 52: Bilanz Sichtung im Pilotmaßstab, 6.000 min ⁻¹ – Sek 1.2.....	142
Tabelle 53: Bilanz Sichtung im Pilotmaßstab, 3.000 min ⁻¹ – Sek 1.2.....	142
Tabelle 54: Vier Varianten des Gauß-Ausgleichs für das Masseausbringen der Teilprodukte von Versuch 6 % A aus chemischen Analysen.....	147
Tabelle 55: Masseausbringen der Serie A nach Gauß-Ausgleich ohne/mit Elementzusammenfassung	147
Tabelle 56: Masse- und >25-Ausbringen der Zyklonversuche nach drei Berechnungsarten	148
Tabelle 57: Gehalt an > 25 µm in den Zyklonprodukten	149
Tabelle 58: Koksbilanz der Serie A auf Basis der Dichte als Schnellanalyse.....	152
Tabelle 59: Inhaltsbilanz von Zyklonversuch 4,5 % B.....	154

Literaturverzeichnis

- AKW Apparate und Verfahren GmbH, 2011: AKA-FLOW – Trockene Dichtesortierung.
[online] http://www.akwauv.com/xist4c/download/web/AKA+-+Flow+Flyer+Download+ uplld 39942_cold 26867 .pdf;jsessionid=D3B8026398A37B0AE A7B312AFEC55CA4 abgerufen am 28.5.2013
- Antrekowitsch, J und Antrekowitsch, H, 2001: Hydrometallurgically Recovering Zinc from Electric Arc Furnace Dusts. *Journal of The Minerals, Metals & Materials Society* 53 (2001) 12, 26-28.
- Antrekowitsch, J, Antrekowitsch, H und Seebacher H, 2002: Aufarbeitung von Stahlwerksflugstäuben. *Erzmetall* 55 (2002) 1, 49-56.
- Antrekowitsch, J, Griessacher, T, Offenthaler, D und Schnideritsch, H, 2008: Charakterisierung und Verhalten von Zink-, Blei- und Halogenverbindungen beim Recycling von Elektrolichtbogenofenstäuben. *Berg- und Hüttenmännische Monatshefte* 153 (2008) 5, 182-188.
- Antrekowitsch, J, Steinlechner, S und Schnideritsch, H, 2009: Charakterisierung von komplexen Reststoffen der Kupfer- und Zinkmetallurgie. *Berg- und Hüttenmännische Monatshefte* 154 (2009) 7, 320-327.
- Böhm, A, 2009: Theoretische Aspekte der Magnetscheidung für die Praxis. *Berg- und Hüttenmännische Monatshefte* 154 (2009) 4, 145-151.
- Bowen, P, 2002: Particle Size Distribution Measurement from Millimeters to Nanometers and from Rods to Platelets, *Journal of Dispersion Science and Technology* 23 (2002) 5, 631-662.
- Bronstein, I N, Semendjadjew, K A, Musiol, G und Mühlig, H, 1993: Taschenbuch der Mathematik. Frankfurt am Main: Verlag Harri Deutsch. ISBN 3-8171-2001-X
- Bruckard, W J und Woodcock, J T, 2004: Characterisation of Metal-Containing Waste Products in Relation to Retreatment Methods for Metal Recovery and Recycling. In: *Green Processing 2004. 2nd International Conference on the Sustainable Processing of Minerals*. Carlton Victoria, Australien: The Australasian Institute of Mining and Metallurgy.
- Bruckard, W J, Davey, K J, Rodopoulos, T, Woodcock, J T und Italiano, J, 2005: Water leaching and magnetic separation for decreasing the chloride level and upgrading the zinc content of EAF steelmaking baghouse dusts. *International Journal of Mineral Processing* 75 (2005), 1-20. doi:10.1016/j.minpro.2004.04.007
- Ciccu, R, Ghiani, M, Peretti, R, Serci, A und Zucca, A, 1997: Electrostatic separation of unburnt coal for fly-ash beneficiation. In: Hoberg, H (Hrsg.): *Proceedings of the XX International Mineral Processing Congress*. September 21-26, 1997, Aachen. S 135-145. Clausthal-Zellerfeld: GDMB.
- Cochran, A A und George, L C, 1976: Recovery of metals from a variety of industrial wastes. *Resource Recovery and Conservation* 2 (1976) 1, 57-65.
- Cruells, M, Roca, A und Núñez, C, 1992: Electric arc furnace flue dusts: characterization and leaching with sulphuric acid. *Hydrometallurgy* 31 (1992), 213-231.

- Drzymala, J, 2006: Atlas of upgrading curves used in separation and mineral science and technology. Physicochemical Problems of Mineral Processing 40 (2006), 19-29.
- Drzymala, J, 2007: Atlas of upgrading curves used in separation and mineral science and technology. Part II. Physicochemical Problems of Mineral Processing 41 (2007), 27-35.
- Drzymala, J, 2008: Atlas of upgrading curves used in separation and mineral science and technology. Part III. Physicochemical Problems of Mineral Processing 42 (2008), 75-84.
- Domke, W, 1986: Werkstoffkunde und Werkstoffprüfung. 10. Auflage. Düsseldorf: Girardet.
- Duhamel, Ph, Cordonnier, A, und Lemaire, D, 1996: TSV®: The high-efficiency dynamic classifier and its latest developments. In: Study day "Dry screening and classification"-28/3/1996. [online] <http://pdf.directindustry.com/pdf/fives-fcb/high-efficiency-dynamic-separator/Show/62064-101558.html> abgerufen am 14.8.2012.
- Esezobor, D E und Balogun, S A, 2006: Zinc accumulation during recycling of iron oxide wastes in the blast furnace. Ironmaking and Steelmaking 33 (2006) 5, 419-425.
doi:10.1179/174328106X114020
- Eswaraiah, C, Narayanan, S S, und Jayanti, S, 2008: A reduced efficiency approach-based process model for A circulating air classifier. Chemical Engineering and Processing 47 (2008), 1887-1900.
- Fiore, S, Zanetti, M C und Ruffino, B, 2005: Waste characterization and recycle in an aluminium foundry. Resources, Conservation and Recycling 45 (2005), 48-59.
doi:10.1016/j.resconrec.2005.01.006
- Fu, P und Zhang, Q, 2008: Investigation on steelmaking dust recycling and iron oxide red preparing. Journal of University of Science and Technology Beijing 15 (2008) 1, 24-28.
- Galk, J, Peukert, W und Krahen, J, 1999: Industrial classification in a new impeller wheel classifier. Powder Technology 105 (1999), 186-189.
- Gara, St und Schrimpf, S, 1998: Behandlung von Reststoffen und Abfällen in der Eisen- und Stahlindustrie. Wien: Umweltbundesamt. ISBN 3-85457-394-4
- Gonell, H W, 1929: Ein Windsichter zur Bestimmung der Kornzusammensetzung staubförmiger Stoffe. Tonindustrie-Zeitung 1929, Nr. 13, 247-254.
- Grumbrecht, K, 1952: Vorschläge zur Verbesserung der Grundlagen für die Erfolgsrechnung in der Steinkohlenaufbereitung. Glückauf 88 (1952) Heft 39/40, 957-964.
- Grumbrecht, K, 1953: Vereinfachung der Berechnung von Mengenausbringen in der Steinkohlenaufbereitung nach dem Fehlerausgleichsverfahren. Glückauf 89 (1953) Heft 17/18, 426.
- Gudenau, H W, Stoesser, K, Denecke, H und Schemmann, V, 2000: Environmental Aspects and Recycling of Filter Dusts by Direct Injection or Use of Agglomerates in Shaft Furnaces. ISIJ International 40 (2000) 3, 218-223.
- Gudenau, H W und Assistenten, 2002: Materialsammlung zum Praktikum Metallurgie. 5. Auflage. Institut für Eisenhüttenkunde, RWTH Aachen.
- Havlik, T, Kukurugya, F, Orac, D und Parilak, L, 2012: Acidic Leaching of EAF Steelmaking Dust. Erzmetall 65 (2012) 1, 48-56.

- Henry, R A, 1905: Le lavage des charbons. Commande par bielles hydrauliques de divers appareil de préparation mécanique. Revue Universelle des Mines, de la Métallurgie, des Travaux Public, des Sciences et des Arts Appliqué A l'Industrie, 49^e année, quatrième série, tome X. 274-305.
- Hosokawa Alpine AG, 2009: Betriebsanleitung Multi-Plex-Kanalradsichter 100 MZR.
- Hosokawa Alpine AG, Prospektmaterial.
- Kelly, E G und Spottiswood, D J, 1995. Introduction to Mineral Processing. Australian Mineral Foundation. ISBN 0-471-03379-0
- Kim, B-S, Lee, J, Jeong, S-B, Lee, H und Kim, C W, 2010: Kinetics of the Volatilization Removal of Zinc from Manganese Dust. Materials Transactions 51 (2010) 7, 1313-1318.
doi:10.2320/matertrans.M2010108
- Lanthaler, M, 2009: Magnetscheideversuche mit Gießhallenstäuben. Bachelorarbeit, Lehrstuhl für Aufbereitung und Veredlung, Montanuniversität Leoben.
- Lauer, O, 1969: Neuer Fliehkraft-Laborwindsichter mit weitem Trennbereich. Chemie-Ingenieur-Technik 41 (1969) Nr 8, 491-496.
- Lauer, O, 1976: Labor-Windsichter. Aufbereitungs-Technik 17 (1976) 5, 224-231 und 17 (1976) 10, 520-525.
- Leschonski, K, 2002: Characterization of a Classification or Separation Process. In: Ullmann's Encyclopedia of Industrial Minerals. Weinheim: Wiley-VCH.
doi:10.1002/14356007.b02_02.pub2
- Majuste, D und Mansur, M B, 2009: Leaching of the fine fraction of the argon oxygen decarburization with lance (AOD-L) sludge for the preferential removal of iron. Journal of Hazardous Materials 162 (2009), 356-364. doi:10.1016/j.jhazmat.2008.05.047
- Makkonen, H T, Heino, J, Laitila, L, Hiltunen, A, Pöyliö, E, Härkki, J, 2002: Optimisation of steel plant recycling in Finland: dusts, scales and sludge. Resources, Conservation and Recycling 35 (2002), 77-84.
- Mantovani, M C, Takano, C und Büchler P M, 2004: EAF and secondary dust characterisation. Ironmaking and Steelmaking 31 (2004) 4, 325-332. doi:10.1179/030192304225018163
- Margolin, St V, 1985: Steel mill residue recycling processes. Conservation & Recycling 8 (1985) 3/4, 359-362.
- Mayer, F W, 1950: Die Mittelwertkurve, eine neue Verwachsungskurve. Glückauf 86 (1950) 25/26, 498-509.
- Meldau, R, 1952: Handbuch der Staubtechnik, Erster Band Grundlagen. Düsseldorf: Deutscher Ingenieur-Verlag.
- Meierhofer, G, Fleischanderl, A, Neuhold, R und Lanzerstorfer, Ch, 2006: MEROS – Improved Dry-Type Gas-Cleaning Process for the Treatment of Sinter Offgas. In: Iron and Steel 2006, Environmental Aspects and Solutions Session – Paper No. 11.4.
- Meyberg, K, und Vachenauer, P, 2001: Höhere Mathematik 1, 6. Auflage. Berlin, Heidelberg, New York: Springer. ISBN 3-540-41850-4
- N.N., 1994: Recycling of blast furnace dust by the use of a hydrocyclone. Steel Times, November 1994, S 437.

- Nied, R, 1996: CFS-HD: A new classifier for fine classification with high efficiency. International Journal of Mineral Processing 44-45 (1996), 723-731.
- Neiss, N, 2010: Herausforderung Stäube. Berg- und Hüttenmännische Monatshefte 155 (2010) 6, 279-284. doi:10.1007/s00501-010-0574-7
- Nyirenda, R L, 1991: The processing of steelmaking flue-dust: A review. Minerals Engineering 4 (1991) 7-11, 1003-1025.
- Österreichisches Normungsinstitut, 1993: ÖNORM EN 481:1993, Festlegung der Teilchengrößenverteilung zur Messung luftgetragener Partikel.
- Outokumpu Oy Research Laboratory (ohne Jahr): operating instructions satmagan.
- Pilz, K, 2012: Online-Analytik zur Prozesskontrolle in der voestalpine Stahl. Vortrag beim Aufbereitungstechnischen Seminar 2012: „Produktionskontrolle in der Mineral- und Sekundärrohstoffaufbereitung“, Leoben, Österreich, 26.-27. Jänner 2012.
- Pottier, L und Niel, Ph, 2008: Optimisation with TSV. ICR Dezember 2008.
[online] http://www.fivesgroup.com/FivesFcb/FR/Actualites/articlesdepresse/Documents/2008-12_Reprint_Optimisation_with_TSV.pdf abgerufen am 14.8.2012.
- Ra'ike (User bei de.wikipedia), 2010: File:Dust bag (Staub sack) - several constructions.png.
[online] http://commons.wikimedia.org/wiki/File:Dust_bag_%28Staub sack%29_-_several_constructions.png abgerufen am 12.2.2013.
- Rapiscan Systems, 2005: Satmagan – Model 135 – SATuration MAGnetization ANalyser.
[online] http://www.indehk.com/PDF/Satmagan_description_and_II_info_Oct_2005.pdf abgerufen am 2.11.2012.
- Rapiscan Systems, 2012: Satmagan 135.
[online] http://www.rapiscansystems.com/extranet/downloadFile/23_Satmagan-135-EN.pdf abgerufen am 2.11.2012.
- Reinhardt, K, 1911: Charakteristik der Feinkohlen und ihrer Aufbereitung mit Rücksicht auf das größte Ausbringen. Glückauf 47 (1911) 6, 221-228 und 47 (1911) 7, 257-264.
- Rombach, E und Krüger, J, 1996: Aufarbeitung Zn/Pb-haltiger Flugstäube. Erzmetall 49 (1996) 2, 93-102.
- Ruiz, O, Clemente, C, Alonso, M und Alguacil, F J: Recycling of an electric arc furnace flue dust to obtain high grade ZnO. Journal of Hazardous Materials 141 (2007), 33-36.
doi:10.1016/j.jhazmat.2006.06.079
- Schmid, H, Zwitter, E, Reidetschläger, J und Kainz, K, 2006: eposint – A New Waste-Gas Recycling System for Sinter Plants. In: Iron and Steel 2006, Agglomeration Session – Paper No. 2.3.
- Schmid, H, 2012: persönliche Mitteilungen
- Schubert, H, 1989: Aufbereitung fester mineralischer Rohstoffe, Band 1, 4. Auflage. Leipzig: VEB.
- Schubert, H, 1996: Aufbereitung fester Stoffe, Band II: Sortierprozesse, 4. Auflage. Stuttgart: Deutscher Verlag für Grundstoffindustrie. ISBN 3-342-00555-6
- Schwechten, D und Straetmans, K, 2003: Feinere Trennungen. Zick-Zack-Sichter für Entstaubungs- und Trennaufgaben. [online] <http://www.prozesstechnik-online.de/home/-/article/31534493/32267750> abgerufen am 14.8.2012.

- Shen, R, Zhang, G, Dell'Amico, M, Brown, P und Ostrovski, O, 2005: Characterisation of Manganese Furnace Dust and Zinc Balance in Production of Manganese Alloys. *ISIJ International* 45 (2005) 9, 1248-1254.
- Shibaïke, H, Osada, M, Takamiya, K und Naito, M, 2000: Shredder Dust Recycling with Direct Melting Process. *ISIJ International* 40 (2000) 3, 252-259.
- de Silva, S R und Gühne, H, 1976: Acucut-Windsichteranlagen – Wirkungsweise und Betriebsverhalten. *Aufbereitungs-Technik* 17 (1976) 10, 515-519.
- Sokolov, V, Imriš, I und Kulczycka, J, 2005: The possibility of recycling flue dust of the ferrochromium productions in Kazakhstan. *Management of Environmental Quality: An International Journal* 16 (2005) 6, 647-655. doi:10.1108/14777830510623718
- Steiner, H J, 1964: Zur Kennzeichnung des Trennungserfolges in der Aufbereitung. *Berg- und Hüttenmännische Monatshefte* 109 (1964) 12, 373-378.
- Steiner, H J, 1965: Grenzkurven der Selektivität – ein Beitrag zur Frage der Auswertung von Flotationsversuchen. *Aufbereitungs-Technik* 6 (1965) 6, 317-321.
- Steiner, H J und Böhm, A, 2000: Prediction of the performance of low-intensity wet-magnetic separators in the processing of partly altered magnetite ores. In: Massacci, P (Hrsg.): *Proceedings of the XXI International Mineral Processing Congress*, A-35 - A-41. Amsterdam: Elsevier.
- Steiner, H J, 2012: persönliche Mitteilungen.
- Stieß, M, 1995: *Mechanische Verfahrenstechnik* 1, 2. Auflage. Berlin, Heidelberg: Springer.
- Teipel, U, 2003: Charakterisierung transparenter Partikel mittels Laserbeugungsspektrometrie. *Schüttgut* 9 (2003) 2, 88-95.
- VDEh (Hrsg), 1999: *Stahlfibel*. Düsseldorf: Verlag Stahleisen.
- Wagner, K und Nowack, T, 2011: Positive operating experience after separator replacement. Positive Betriebserfahrung nach Sichteraustausch. *Zement-Kalk-Gips* 2011, Nr 12, 44-50.
- Weiss, N L (Hrsg), 1985: *SME Mineral Processing Handbook*. New York: SME, AIME.
- Weiss, R, 2012: Erstellung der Eichkurve für Zement und Kalkstein für einen Laborwindsichter. Bachelorarbeit, Lehrstuhl für Aufbereitung und Veredlung, Montanuniversität Leoben.
- Wills, B A und Napier-Munn, T J, 2006: *Wills' Mineral Processing Technology*, 7. Auflage. Amsterdam: Elsevier. ISBN 0750644508
- Wirling, J, 2001: Implementation of Process-Integrated Waste Gas Cleaning Using Activated Lignite. Vortrag bei der A&WMA Specialty Conference on Hazardous Waste Combustors. Kansas City, KS, 28.-30. März 2001.
- Wu, L M, 1999: Characteristics of steelmaking flue dust. *Ironmaking and Steelmaking* 26 (1999) 5, 372-377.
- Yehia, A und El-Rahiem, F, 2005: Recovery and utilization of iron and carbon values from blast furnace flue dust. *Mineral Processing and Extractive Metallurgy (Trans. Inst. Min. Metall. C)* 114 (2005), 207-211. doi:10.1179/037195505X28519

Anhang