



**Hochschule für Angewandte Wissenschaften Hamburg**  
**Fakultät Life Sciences**

Experimentelle Untersuchung zum Festigkeitsverhalten verschiedener Schüttgüter unter  
dem Einfluss von Materialfeuchte

Bachelorarbeit  
im Studiengang Verfahrenstechnik

vorgelegt von

**Nele Schmidt**



Hamburg,

am 18. Dezember 2023

Gutachter: Prof. Dr.- Ing. Martin Geweke

Gutachter: Dipl.- Ing. Marc Hannappel

Diese Abschlussarbeit wurde betreut und erstellt im Labor der Hochschule für Angewandte Wissenschaften Hamburg.

## Danksagung

Ich möchte an dieser Stelle meinen Dank an Personen aussprechen, die mich auf meinem Weg bis zum Abschluss meines Studiums begleitet haben. In erster Linie möchte ich meinen Eltern danken, die mich nicht nur finanziell unterstützt haben, sondern auch immer hinter mir gestanden haben, um mich bei wichtigen Entscheidungen zu unterstützen und mich ermutigt haben, meinen eigenen Weg im Leben zu gehen. Ein besonderer Dank gilt auch meinem Partner, der mir während der gesamten Zeit meiner Bachelorarbeit zur Seite stand. Ich bin ihm für seine Geduld und Unterstützung sehr dankbar. Zuletzt richtet sich mein Dank an meine beiden Gutachter Herr Prof. Dr.- Ing. Geweke und Herr Dipl.- Ing. Hannappel, die mich mit Ihrer fachlichen Expertise bestmöglich gefördert und mir wertvolle Ratschläge gegeben haben. Ich danke auch Herrn Dipl.- Ing. Hannappel für die fachgerechte Betreuung, positive Atmosphäre im Labor und die hilfreichen Hinweise.

Nele Schmidt

Hamburg, Dezember 2023

# Inhalt

Abbildungsverzeichnis.....	I
Tabellenverzeichnis.....	IV
Symbolverzeichnis.....	V
1 Einleitung und Aufgabenstellung .....	1
2 Vorstellung der Flugaschen .....	2
3 Theoretische Grundlagen .....	4
3.1 Festigkeit von Schüttgütern .....	4
3.1.1 Modell des einachsigen Druckversuches.....	5
3.1.2 Vereinfachte Darstellung der Fließgrenze.....	6
3.1.3 Die Beziehung zwischen Fließgrenze und Spannungskreis .....	7
3.1.4 Die Fließfähigkeit.....	8
3.2 Prinzip der Messungen der Schüttgutfestigkeiten mit Schergeräten .....	9
3.2.1 Das Prinzip des An- und Abscherens .....	9
3.2.2 Messprozedur eines Schergeräts .....	11
3.2.3 Stick-Slip-Effekt.....	13
3.2.4 Bestimmung der Fließeigenschaften aus Fließböten.....	14
3.3 Charakterisierung von Partikeln und die Einflüsse auf das Fließverhalten .....	16
3.3.1 Haftkräfte .....	16
3.3.2 Dichten von Schüttgütern .....	17
3.3.3 Partikelgrößenverteilung.....	18
3.3.4 Partikelform.....	22
3.3.5 Feuchte.....	22
3.4 Aufbereitungsmethoden .....	24
3.4.1 Feststoffmischen .....	24
3.4.2 Trocknung.....	25
3.4.3 Zerkleinerung.....	26
4 Material und Methoden.....	27
4.1 Experimentelle Voruntersuchung .....	27
4.2 Scherzelle.....	30
4.2.1 Beschreibung des Gerätes.....	30
4.2.2 Kalibrierung des Gerätes .....	31
4.2.3 Durchführung des Versuches .....	32
4.3 Mischer.....	34

4.4	Trockenofen.....	35
4.5	Wirbelschicht.....	35
5	Experimentelle Vorgehensweise .....	36
5.1	Reproduzierbarkeit der Scherversuche .....	36
5.2	Scherversuche mit feuchter Flugasche .....	36
6	Ergebnisse und Diskussion .....	39
6.1	Vorversuche.....	39
6.1.1	Dichten .....	39
6.1.2	Partikelgrößenverteilung.....	41
6.1.3	Partikelform.....	42
6.1.4	Grundfeuchte .....	44
6.2	Reproduzierbarkeitsmessungen.....	44
6.3	Scherversuche mit feuchter Flugasche .....	52
6.4	Fehlerbetrachtung.....	58
7	Zusammenfassung.....	60
	Eidesstattliche Erklärung.....	61
	Literatur.....	62
	Anhang .....	64

## Abbildungsverzeichnis

Abbildung 1: Steinkohleflugasche (links), Braunkohleflugasche (rechts) .....	2
Abbildung 2: Brückenbildung (links), Schachtbildung (rechts) [1, S. 366].....	4
Abbildung 3: Einachsiger Druckversuch [1, S. 54] .....	5
Abbildung 4: Schüttgutdichte in Abhängigkeit der Verfestigungsspannung (links); Druckfestigkeit in Abhängigkeit der Verfestigungsspannung (rechts) [1, S. 55].....	6
Abbildung 5: Veranschaulichung der Fließgrenze bei Reibung [1, S. 58].....	6
Abbildung 6: Messung der Druckfestigkeit im $\sigma, \tau$ -Diagramm [1, S. 59] .....	7
Abbildung 7: Charakterisierung der Fließfunktion [1, S. 88] .....	9
Abbildung 8: a) Erstbelastung der Schüttgutprobe mit vertikaler Normalspannung $\sigma$ ; b) Scherverformung [1, S. 61-62] .....	9
Abbildung 9: Schubspannung $\tau$ und Schüttgutdichte $\rho b$ bei gleicher Normalspannung $\sigma$ a) bei unterverfestigten und b) überverfestigten Probe [1, S. 63].....	10
Abbildung 10: Verlauf der Schubspannung $\tau$ und Schüttgutdichte $\rho b$ beim An- und Abscheren [1, S. 65] .....	11
Abbildung 11: An- und Abscherpunkt im $\sigma, \tau$ -Diagramm für a) kohäsives und b) kohäsionsloses Schüttgut [1, S. 66] .....	11
Abbildung 12: Darstellung von zwei Messungen mit der gleichen Anschernormalspannung und verschiedenen Abschernormalspannungen zur Ermittlung der Fließgrenze [1, S. 67].....	12
Abbildung 13: Sägezahnartiger Verlauf der Schubspannung über die Zeit durch den Stick-Slip-Effekt [1, S. 232].....	13
Abbildung 14: Verlauf der Schubspannung beim An- und Abscheren bei einem Stick-Slip-Verhalten [1, S. 237].....	14
Abbildung 15: Fließort und Mohrsche Spannungskreise für die Bestimmung der Druckfestigkeit und die Verfestigungsspannung [1, S. 70].....	15
Abbildung 16: wirkende Haftkräfte zwischen Feststoffpartikeln [13, S. 75].....	16
Abbildung 17: Darstellung der a) Verteilungssumme $Q(x)$ ; b) Verteilungsdichte $q(x)$ [1, S. 45].....	19
Abbildung 18: a) Verteilungssumme mit Medianwert und b) Verteilungsdichte mit Modalwert [1, S. 49] .....	20
Abbildung 19: a) Verteilungssummen und b) Verteilungsdichten in verschiedener Form mit den gleichen Kennwerten $x_{50}, r$ und $x_h, r$ der Partikelverteilung [1, S. 50].....	21
Abbildung 20: Prinzipieller Aufbau der Laserlichtbeugung für die Partikelgrößenanalyse [16, S. 203]	22
Abbildung 21: Partikel mit unterschiedlichen Flüssigkeitsmengen; a) einzelne Flüssigkeitsbrücken; b) Flüssigkeitsbrücken und lokale Sättigung; c) gesättigt [1, S. 245] .....	23
Abbildung 22: Fließfähigkeit in Abhängigkeit vom Flüssigkeitsgehalt [1, S. 245] .....	23
Abbildung 23: Mischzustände; a) völlig entmischter Zustand; b) ideal homogene Mischung; c) stochastisch homogene Mischung [13, S. 335-337].....	25

Abbildung 24: Prallvorgang zwischen a) Partikeln und Wand; b) Partikeln und anderen Agglomeraten [20, S. 48].....	26
Abbildung 25: Funktionsprinzip des Gaspyknometers [24] .....	28
Abbildung 26: Darstellung eines Stampfvolumeters zur Bestimmung der Stampfdichte [25] .....	28
Abbildung 28: Aufbau eines Ringschergerätes [1, S. 108].....	30
Abbildung 29: Ringschergerät RST-01.01 .....	31
Abbildung 30: Kalibrierung des Ringschergeräts.....	32
Abbildung 31: Spannungsverlauf durch An- und Abscheren mittels Ringschergerät bei Messung mehrerer Abscherpunkte einer Schüttgutprobe.....	33
Abbildung 32: Aufbau des Eirich-Intensivmischer Typ EL1 [28] .....	34
Abbildung 33: Strömungsbilder a) Werkzeug gleichläufig zum Behälter; b) Werkzeug gegenläufig zum Behälter [29].....	34
Abbildung 34: Schematischer Aufbau der Wirbelschicht.....	35
Abbildung 35: Steinkohleflugasche mit 3 % Feuchte nach dem Mischprozess .....	37
Abbildung 36: Bodenring mit feuchter Steinkohleflugasche vor dem Scherversuch.....	38
Abbildung 37: Steinkohleflugasche nach Trocknung .....	38
Abbildung 38: Schüttgutdichte der SKF in Abhängigkeit der Verfestigungsspannung aus Scherversuchen .....	40
Abbildung 39: Ermittelte Partikelgrößenverteilungen von Steinkohle- und Braunkohleflugasche .....	41
Abbildung 40: Digitalmikroskop-Aufnahme der Steinkohleflugasche (700-fache Vergrößerung) .....	42
Abbildung 41: Digitalmikroskop-Aufnahme von Steinkohleflugasche mit Abmessungen von Einzelpartikeln (700-fache Vergrößerung) .....	42
Abbildung 42: Digitalmikroskop-Aufnahme von Braunkohleflugasche (400-fache Vergrößerung) .....	43
Abbildung 43 Digitalmikroskop-Aufnahme von Braunkohleflugasche mit Abmessungen von Einzelpartikeln (600-fache Vergrößerung) .....	43
Abbildung 44: Verlauf der Spannung beim An- und Abscheren von Steinkohleflugasche .....	45
Abbildung 45: Verlauf der Spannung beim An- und Abscheren von Braunkohleflugasche.....	45
Abbildung 46: Ergebnisse der Scherversuche von Steinkohleflugasche .....	47
Abbildung 47: Fließorte der Steinkohleflugasche von Schwedes + Schulze Schüttguttechnik GmbH [32] .....	47
Abbildung 48: Fließfunktion und Vergleichswerte der Steinkohleflugasche .....	48
Abbildung 49: Ergebnisse der Scherversuche von Braunkohleflugasche.....	49
Abbildung 50: Fließorte der Braunkohleflugasche von Schwedes + Schulze Schüttguttechnik GmbH [32] .....	50
Abbildung 51: Einzelmessungen und Vergleichswerte der Braunkohleflugasche .....	51
Abbildung 52: Verlauf der Spannung der Steinkohleflugasche nach der Trocknung.....	52

Abbildung 53: Fließort der Steinkohleflugasche nach der Trocknung .....	53
Abbildung 54: Verlauf der Spannung beim An- und Abscheren der Steinkohleflugasche unter dem Einfluss der Materialfeuchte von 3,36 %.....	54
Abbildung 55: Fließorte der feuchten Steinkohleflugasche .....	55
Abbildung 56: Vergleich der Fließfunktionen von trockener und befeuchteter Steinkohleflugasche .	56
Abbildung 57: Vergleich der Schüttgutedichten der Steinkohleflugasche.....	56

## Tabellenverzeichnis

Tabelle 1: Chemische Zusammensetzung der Flugaschen .....	3
Tabelle 2: Einteilung der Schüttgüter nach der Fließfähigkeit [1, S. 88] .....	8
Tabelle 3: Ermittelter Umrechnungsfaktor aus der Kalibrierung des Ringschergeräts.....	32
Tabelle 4: An- und Abscherlasten zur Bestimmung der Fließorte.....	33
Tabelle 5: Versuchsparameter für den Mischprozess der Steinkohleflugasche .....	37
Tabelle 6: Ermittelte Schüttgutdichte, Stampfdichte und Feststoffdichte für die Stein- und Braunkohleflugasche .....	39
Tabelle 7: Schüttgutdichte der Steinkohleflugasche aus Scherversuchen.....	40
Tabelle 8: Kompressibilitätsindex $KI$ und Hausnerzahl $H$ der Steinkohle- und Braunkohleflugasche.	40
Tabelle 9: Kennwerte der Partikelgrößenverteilungen von Steinkohle- und Braunkohleflugasche.....	41
Tabelle 10: Ermittelte Ausgangsfeuchte von Steinkohle- und Braunkohleflugasche bei 120 °C und 200 °C .....	44
Tabelle 11: Scherkraft beim stationären Fließen der Steinkohleflugasche bei einer Anscherlast von 10 kg .....	45
Tabelle 12: Scherkraft beim stationären Fließen der Braunkohleflugasche bei einer Anscherlast von 10 kg .....	46
Tabelle 13: Fließorte der Steinkohleflugasche .....	49
Tabelle 14: Erreichte Feuchte in der Steinkohleflugasche nach dem Mischen.....	52
Tabelle 15: Vergleich der ermittelten Scherkräfte von trockener und feuchter SKF bei einer Anscherlast von 10 kg .....	54
Tabelle 16: Gemessene Feuchte mit relativem Fehler vor und nach dem Scherversuch .....	57
Tabelle 17: Fehler der Gewichtsstücke .....	58
Tabelle 18: Auswirkungen der fehlerhaften Gewichtsangabe auf den Fließort .....	59



## Symbolverzeichnis

Symbol	Beschreibung	Einheit
$A$	Fläche	$m^3$
$F_A$	Ausgleichskraft	$N$
$F_N$	Normalkraft	$N$
$F_S$	Scherkraft	$N$
$ff_c$	Fließfähigkeit	-
$H$	Hausnerzahl	-
$K_I$	Kompressibilitätsindex	%
$m_0$	Masse des leeren Messzylinders	$g$
$m_3$	Masse des gefüllten Messzylinders	$g$
$m_p$	Masse des Schüttgutes	$kg$
$m_T$	Trockenmasse	$kg$
$m_V$	Gewichtsverlust durch Trocknung	$kg$
$Q(x)$	Verteilungssumme	%
$q(x)$	Verteilungsdichte	%
$U$	Spannung	$V$
$w_{ist}$	Feuchte	%
$w_{soll}$	Zielfeuchte	%
$V_p$	Volumen der Partikel	$m^3$
$V_W$	Volumen des Wassers	$m^3$
$V_{ges}$	Volumen der Schüttgutprobe	$m^3$
$x$	Partikelgröße	$\mu m$
$x_{50,r}$	Medianwert	$\mu m$
$x_{h,r}$	Modalwert	$\mu m$
$x_{min}$	Minimale Partikelgröße	$\mu m$
$x_{max}$	Maximale Partikelgröße	$\mu m$

$\sigma$	Normalspannung	$Pa$
$\sigma_1$	Verfestigungsspannung	$Pa$
$\sigma_2$	Horizontalspannung	$Pa$
$\sigma_{an}$	Anschernormalspannung	$Pa$
$\sigma_c$	Druckfestigkeit	$Pa$
$\tau$	Schubspannung	$Pa$
$\tau_{an}$	Anscherschubspannung	$Pa$
$\tau_{ab}$	Abschernormalspannung	$Pa$
$\rho_b$	Schüttgutedichte	$\frac{kg}{m^3}$
$\rho_{b0}$	Schüttdichte	$\frac{kg}{m^3}$
$\rho_s$	Feststoffdichte	$\frac{kg}{m^3}$
$\rho_t$	Stampfdichte	$\frac{kg}{m^3}$

# 1 Einleitung und Aufgabenstellung

Pulver und Schüttgüter treten heutzutage in nahezu allen Bereichen der Industrie auf, wie z. B. in der Bauwirtschaft, der Lebensmittelindustrie oder der Chemie- und Pharmaindustrie. Schüttgüter reichen von Pulverlackierungen bis hin zu Lebensmittelprodukten, von Nanopulvern bis hin zu Massengütern wie Zement, Erz und Kohle. All diese Stoffe müssen je nach Verwendung und Verarbeitung gelagert, transportiert oder dosiert werden. [1, S. 1] Für eine korrekte Handhabung der Schüttgüter ist eine Bestimmung der Fließeigenschaften unerlässlich. Je nach Partikelgröße und -verteilung, Kornform, Materialfeuchte, Schüttgütdichte und Verdichtungszustand ergeben sich bei gleichem Schüttgut unter verschiedenen Bedingungen unterschiedliche Verhaltensweisen. [2, S. 1]

Diese Arbeit untersucht die Veränderung des Festigkeitsverhaltens von Braun- und Steinkohleflugasche unter dem Einfluss der Materialfeuchte. Die Feuchte im Schüttgut hat einen erheblichen Einfluss auf die Eigenschaften wie die Festigkeit, die Haftkräfte und damit auch das Fließverhalten. Das Ziel der Arbeit besteht darin, die Auswirkungen einer geringfügigen Erhöhung der Feuchte auf das Festigkeitsverhalten der Flugaschen zu verstehen, um daraus die optimalen Bedingungen für ein gutes Fließverhalten abzuleiten.

Im Verlauf der Bachelorarbeit wird nach der Vorstellung der Flugaschen ein Einblick in die Grundlagen der Festigkeit von Schüttgütern und deren Eigenschaften gegeben. Dabei wird besonders auf die Ermittlung der Fließeigenschaften mit einem Schergerät eingegangen. Dies dient zum Verständnis der Zusammenhänge zwischen Schüttgüteeigenschaften und ihrer Auswirkung auf das Fließverhalten. Im Rahmen dieser Arbeit werden die Fließeigenschaften der Flugaschen mit einem manuellen Ringschergerät bestimmt. Ein Überblick über den Aufbau und die Funktionsweise dieses Geräts ist wichtig, um die Ergebnisse der Versuche richtig zu interpretieren. Nach der Vorstellung der verwendeten Methoden und Materialien schließt sich die zweiteilige Beschreibung der Versuchsdurchführung an. Der erste Teil befasst sich mit den Scherversuchen der trockenen Flugaschen, um die Reproduzierbarkeit der Messungen zu prüfen und um die Fließfunktion zu konstruieren. Im zweiten Teil wird die Durchführung für eine homogene Befeuchtung, Trocknung und Zerkleinerung von Agglomeraten sowie Scherversuche der feuchten Flugaschen erläutert. Das Ziel ist die Bestimmung der Fließfunktion der Flugaschen bei einer Materialfeuchte von 3 %.

Mithilfe der Vorversuche werden innerhalb der experimentellen Untersuchung die Schüttgüteeigenschaften zur Einschätzung des Fließverhaltens bestimmt. Den Kern dieser Arbeit stellen die Scherversuche mit der trockenen und feuchten Flugasche dar, um die Fließeigenschaften miteinander zu vergleichen. Um die Zuverlässigkeit der Messung zu überprüfen, sind Vergleichsmessungen von der Firma Schwedes + Schulze Schüttguttechnik GmbH mit den trockenen Flugaschen durchgeführt worden. Die Vergleichsmessungen werden anschaulich dargestellt und mit den Ergebnissen der Scherversuche der trockenen Flugasche gegenübergestellt und diskutiert. Ebenso wird die Reproduzierbarkeit und die Genauigkeit der Scherversuche betrachtet und ausgewertet. Aus dem Vergleich der Fließfunktionen der trockenen und feuchten Flugasche werden Schlussfolgerungen bezüglich der Einschätzung des Fließverhaltens unter der Berücksichtigung der Schüttgüteeigenschaften und Genauigkeit der Messung gezogen.

## 2 Vorstellung der Flugaschen

In diesem Kapitel werden die Schüttgüter vorgestellt, deren Fließverhalten und die Schüttestabilität in Abhängigkeit der äußeren Feuchte untersucht werden. Bei den Schüttgütern handelt es sich um zwei verschiedene Flugaschen.

Flugasche im Allgemeinen ist feinkörniger und hauptsächlich aus kugelförmigen, glasigen Partikeln bestehender Staub und fällt bei der Verbrennung fein gemahlener Kohle an. Sie werden durch elektrostatische und mechanische Abscheidung aus Rauchgasen von Feuerungsanlagen gewonnen. [3, 4] Die aktuelle Verwendung von Flugaschen variiert weltweit und reicht von 3 % bis 57 % der insgesamt produzierten Menge. Durchschnittlich werden 16 % des Nebenproduktes weiterverarbeitet. Der größte Teil wird in der Zementindustrie verwendet. [5]

Nach der DIN 450-1 wird siliciumreiche Flugasche als Zusatzstoff Typ II für die Herstellung von Beton genutzt. Die Flugasche als Zusatzstoff II liegt als fein verteilter anorganischer, puzzolischer oder latent hydraulischer Stoff vor und wird dem Beton zugegeben, um bestimmte Eigenschaften zu verbessern oder besondere Eigenschaften zu erzielen. [3]

Für die vorliegende Arbeit wird die Braunkohleflugasche (BKF) und die Steinkohleflugasche (SKF) untersucht. Die Steinkohleflugasche stammt aus dem Kraftwerk Paiton aus Indonesien aus dem Jahr 2012 (Abbildung 1 links). Die Braunkohleflugasche wurde 2013 aus dem Kraftwerk Patnow aus Polen gewonnen (Abbildung 1 rechts).



Abbildung 1: Steinkohleflugasche (links); Braunkohleflugasche (rechts)

Durch die unterschiedliche Zusammensetzung der verbrannten Kohle und der Art der Verbrennungsanlage ergeben sich unterschiedliche Arten von Flugaschen mit unterschiedlichen Zusammensetzungen und Kornformen. Die verschiedenen chemischen Zusammensetzungen der Flugaschen aus den jeweiligen Herkunftsländern sind in Tabelle 1 als Literaturwerte dargestellt.

Tabelle 1: Chemische Zusammensetzung der Flugaschen

Komponenten	Steinkohleflugasche Anteil in M.-% [6]	Braunkohleflugasche Anteil in M.-% [7]
SiO <sub>2</sub>	50,6	41,6
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	23,6	4,7
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	10,9	4,5
CaO	5,1	29,3
MgO	3,8	4,5

Für die puzzolanische Reaktionsfähigkeit ist die chemische Zusammensetzung und der Glasgehalt der jeweiligen Flugasche von Bedeutung. Es wird zwischen kieselsäurereichen (CaO-Gehalt < 10 M.-%) und kalkreichen (CaO-Gehalt > 10 M.-%) Flugaschen unterschieden. Kieselsäurereiche Flugaschen, wie die Steinkohleflugasche, können als Zementhauptbestandteil [4] und als Betonzusatzstoff [3] verwendet werden. Kalkreiche Flugaschen können ebenfalls als Zementhauptbestandteil eingesetzt werden. In Deutschland ist allerdings nur kieselsäurereiche Flugasche üblich.

Flugaschen aus der Verbrennung von Braunkohle weisen häufig einen hohen CaO-Gehalt auf und zählen somit zu den kalkreichen Flugaschen.

Die Steinkohleflugasche besitzt puzzolanische Eigenschaften. Das bedeutet, dass es mit Zugabe von Wasser mit gelöstem Calciumhydroxid (Ca(OH)<sub>2</sub>) erhärten wird. [8, S. 28] Außerdem bestehen Puzzolane hauptsächlich aus Siliciumdioxid (SiO<sub>2</sub>) und Aluminiumoxid (Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) (Tabelle 1). Die restlichen Bestandteile sind Eisen(III)oxid (Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) und andere Oxide. Der Anteil des Calciumoxides (CaO) ist für die Erhärtung nicht von Bedeutung. [9]

### 3 Theoretische Grundlagen

In diesem Kapitel wird zunächst auf die theoretischen Grundlagen der Fließeigenschaften von Schüttgütern eingegangen. Dabei wird speziell die Messprozedur bei Schergeräten und Einflüsse auf das Fließverhalten thematisiert, um die Zusammenhänge in der Ergebnisdiskussion nachvollziehen zu können. Im Anschluss werden die Aufbereitungsmethoden vorgestellt, die im Rahmen dieser Arbeit verwendet werden.

#### 3.1 Festigkeit von Schüttgütern

Die Festigkeit von Schüttgütern beeinflusst das Fließverhalten und die Stabilität von Schüttgütern und wird bestimmt durch die Haftkräfte zwischen Partikeln.

Wird ein Schüttgut zum ‚Fließen‘ gebracht, wird ein Schüttgut aufgrund einer wirkenden Belastung plastisch verformt. Ein ‚gutes Fließverhalten‘ zeichnet sich dadurch aus, dass ein Schüttgut ohne äußere Belastungen zum Fließen gebracht wird. Es wurde zuvor nicht verfestigt und fließt allein aufgrund der Schwerkraft aus einem Silo oder einem Trichter. Das Fließverhalten von Schüttgütern wird durch folgende Parameter beeinflusst: [1, S. 53-55]

- Partikelgrößenverteilung
- Partikelform
- Chemische Zusammensetzung der Partikel
- Feuchtigkeit
- Temperatur

Schüttgüter, die sich während der Lagerung oder dem Transport verfestigen, neigen zu Auslaufstörungen in Silos oder Trichtern und werden als ‚schlecht fließend‘ bezeichnet. Beispielsweise kann es zu Brücken- oder Schachtbildung kommen (Abbildung 2). [1, S. 53-55]

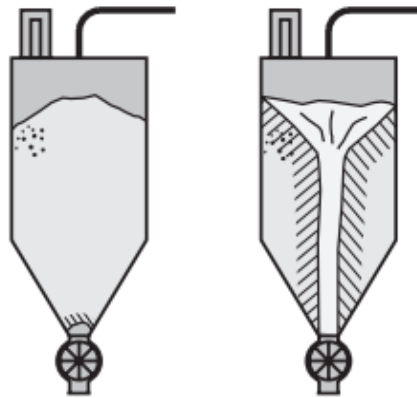


Abbildung 2: Brückenbildung (links); Schachtbildung (rechts) [1, S. 366]

Bei grobkörnigen Schüttgütern verkeilen sich Einzelpartikel oberhalb der Auslauföffnung und bilden ein Gewölbe, die das Ausströmen des Schüttgutes verhindert (Abbildung 2 links). Bei feinkörnigen Schüttgütern ist die Ursache eine höhere Schüttgutfestigkeit. Die Festigkeit ist auf die Haftkräfte zwischen den Einzelpartikeln und Partikeln und Wand zurückzuführen. [1, S. 366-367]

Um sicherzustellen, dass ein Schüttgut ohne Störungen fließt, ist es wichtig neben der Brückenbildung ebenso die Schachtbildung zu verhindern (Abbildung 2 rechts). Der sogenannte Schacht entsteht im Kernflusssilo, wenn das Schüttgut nur vertikal über der Auslauföffnung ausfließt. Das restliche Schüttgut in den toten Zonen bleibt aufgrund der Druckfestigkeit im Silo stehen und bilden die Wände des Schachts. Die Beschreibung der Druckfestigkeit erfolgt im Kapitel 3.1.1. Nur durch zusätzliche Bewegung kann das Schüttgut in den verfestigten Zonen aufgelockert und wieder zum Fließen gebracht

werden. Sowohl Brückenbildung als auch Schachtbildung können vermieden werden, indem beispielsweise eine hinreichend große Auslauföffnung verwendet wird. [1, S. 367]

Die Größe der notwendigen Belastung, um das Schüttgut zum Fließen zu bringen, ist ein Maß für die Fließfähigkeit und wird im folgenden Kapitel mithilfe des einachsigen Druckversuches beschrieben. [1, S. 54]

### 3.1.1 Modell des einachsigen Druckversuches

In Abbildung 3 ist ein Hohlzylinder zu sehen, der gefüllt ist mit feinkörnigem Schüttgut und die Querschnittsfläche  $A$  aufweist. Die Innenwand des Hohlzylinders wird als reibungsfrei angenommen. Das Schüttgut wird an der Oberseite durch die Verfestigungsspannung  $\sigma_1$  bzw. die größte Hauptspannung, belastet. Je nachdem wie stark sich das Schüttgut verdichten lässt, nimmt das Volumen durch die Belastung ab. Das Schüttgut wird durch die Verfestigungsspannung nicht nur verdichtet, auch die Festigkeit der Probe steigt dadurch an. [1, S. 54, 10, S. 1151]

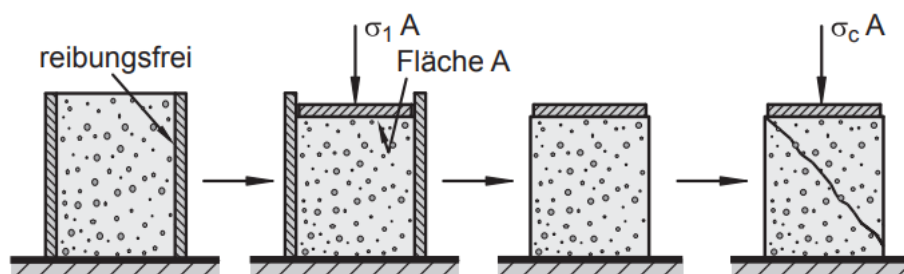


Abbildung 3: Einachsiger Druckversuch [1, S. 54]

Nachdem die Schüttgutprobe verfestigt wurde, wird die Verfestigungsspannung und der Hohlzylinder entfernt. Die Probe wird einer neuen zunehmenden vertikalen Druckspannung ausgesetzt bis es zum Bruch der Probe kommt. Die erforderliche Spannung, um einen Bruch zu erzielen, wird als Schüttgutfestigkeit oder Druckfestigkeit  $\sigma_c$  bezeichnet. In der Schüttguttechnik wird dieser Vorgang als ‚beginndes Fließen‘ bezeichnet, wenn eine anfangs verfestigte Probe in den Zustand des Fließens übergeht. Der Bruchvorgang tritt erst dann ein, wenn die vertikal anliegende Spannung der Druckfestigkeit entspricht. Dies bedeutet, dass eine schüttgutspezifische Fließgrenze existiert und das Schüttgut erst dann anfängt zu fließen, wenn die Fließgrenze erreicht wird. [1, S. 54, 10, S. 1151]

#### Fließgrenze und Fließfunktion

Die Fließgrenze ist nicht nur von dem Schüttgut abhängig, sondern wird auch von der vorangegangenen Verfestigung beeinflusst. Denn je größer die Verfestigungsspannung  $\sigma_1$  ist, umso größer sind auch Schüttgutdichte  $\rho_b$  und die Druckfestigkeit  $\sigma_c$ . Die Schüttgutdichte  $\rho_b$  beschreibt die Dichte eines Haufwerkes und beinhaltet das Volumen in den Poren der Partikel und die Hohlräume zwischen den Partikeln. [10, S. 63] In Abbildung 4 (links) sind mehrere Werte  $(\rho_b, \sigma_1)$  aus Versuchen in das Diagramm eingetragen und bilden die Funktion A. Die Werte  $(\sigma_c, \sigma_1)$  sind in Abbildung 4 (rechts) dargestellt.

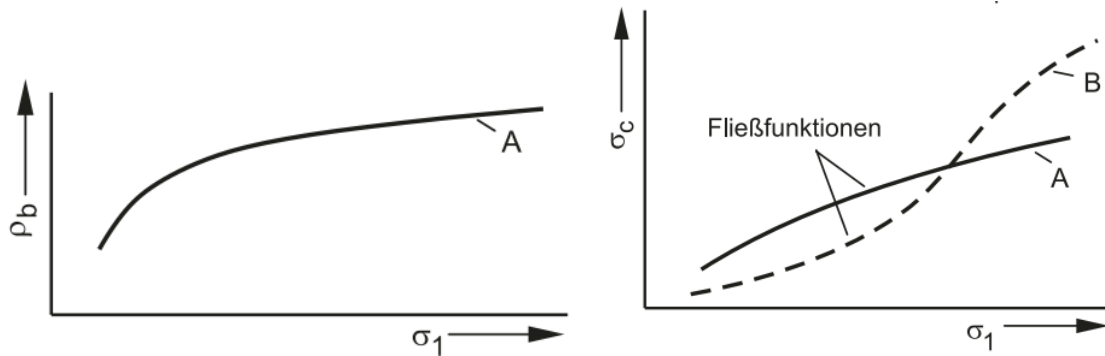


Abbildung 4: Schüttgutedichte in Abhängigkeit der Verfestigungsspannung (links); Druckfestigkeit in Abhängigkeit der Verfestigungsspannung (rechts) [1, S. 55]

Der Kurvenverlauf  $\sigma_c(\sigma_1)$  in Abbildung 4 (rechts) wird als sogenannte **Fließfunktion** bezeichnet und setzt sich aus mehreren Fließgrenzen zusammen, die bei unterschiedlichen Verfestigungsspannungen gemessen werden.

Die Fließfunktion A in Abbildung 4 zeigt einen typischen Verlauf für Schüttgüter, bei denen Schüttgutedichte und Druckfestigkeit mit der Verfestigungsspannung ansteigen. Fließfunktion B zeigt einen eher selten progressiv steigender Kurvenverlauf, der meist nur in einem bestimmten Spannungsbereich auftritt. [1, S. 55]

### 3.1.2 Vereinfachte Darstellung der Fließgrenze

Der Bruch einer Schüttgutprobe ergibt sich aus den in der Schüttgutprobe wirkenden Spannungen sowie der Festigkeit des Schüttgutes. Über die Fließgrenze kann die Festigkeit eines Materials veranschaulicht werden. Ein vereinfachtes Prinzip ist in Abbildung 5 dargestellt.

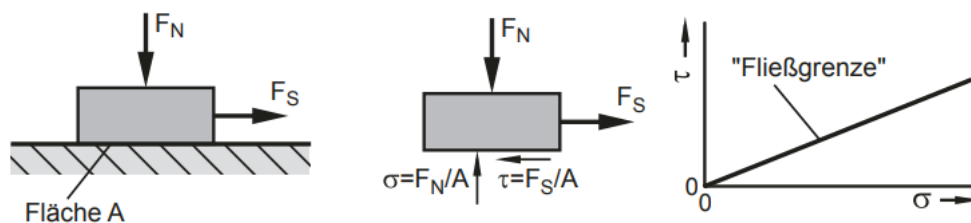


Abbildung 5: Veranschaulichung der Fließgrenze bei Reibung [1, S. 58]

In Abbildung 5 wird ein masseloser Feststoffquader von oben mit einer Kraft  $F_N$  belastet und anschließend mit der Kraft  $F_S$  horizontal über eine Unterlage bewegt. Auf der Unterseite des Quaders sind die wirkenden Spannungen gekennzeichnet. Die Normalspannung  $\sigma$  und die Schubspannung  $\tau$  werden wie folgt berechnet:

$$\sigma = \frac{F_N}{A} \quad (1)$$

$$\tau = \frac{F_S}{A} \quad (2)$$

Damit der Quader horizontal verschoben werden kann, muss die Kraft  $F_S$  und dementsprechend auch die Schubspannung  $\tau$  hinreichend groß sein, um die Reibung an der Unterseite zu überwinden. Die



resultierenden Wertpaare aus Normalspannung und Schubspannung ergeben im  $\sigma, \tau$ -Diagramm eine Gerade durch den Ursprung. Diese Gerade in Abbildung 5a wird als Fließgrenze bezeichnet und gibt für jede mögliche Normalspannung die Schubspannung an, die erreicht werden muss, um den Quader in Bewegung zu setzen. [1, S. 73]

### 3.1.3 Die Beziehung zwischen Fließgrenze und Spannungskreis

Das Prinzip des einachsigen Druckversuches wird nun, wie in Abbildung 6, in einem  $\sigma, \tau$ -Diagramm dargestellt. Es wird dabei angenommen, dass die Gewichtskraft des Schüttgutes vernachlässigt wird und zwischen Schüttgut und Hohlzylinderwand keine Reibung vorhanden ist. Damit sind sowohl die Vertikal- als auch Horizontalspannungen in der gesamten Probe konstant. Demzufolge herrscht an jeder Stelle der Schüttgutprobe der gleiche Spannungszustand, welcher mit den Mohrschen Spannungskreisen beschrieben werden kann.

Von oben wirkt während der Verfestigung auf die Schüttgutprobe die positive Normalspannung  $\sigma_1$ . Aufgrund dieser vertikalen Belastung stellt sich im Schüttgut durch die seitlichen Abstütungen der Wände eine kleinere senkrechte Horizontalspannung  $\sigma_2$  ein. Diese Spannungen sind die Hauptspannungen, da weder an der Ober- oder Unterseite noch an der reibungsfrei angenommenen Wand Schubspannungen ( $\tau = 0$ ) wirken. Die jeweiligen Wertpaare für die Hauptspannungen sind im  $\sigma, \tau$ -Diagramm eingetragen und liegen wegen  $\tau = 0$  auf der  $\sigma$ -Achse. Sie ergeben in Abbildung 6 den Spannungskreis A. [1, S. 59-60]

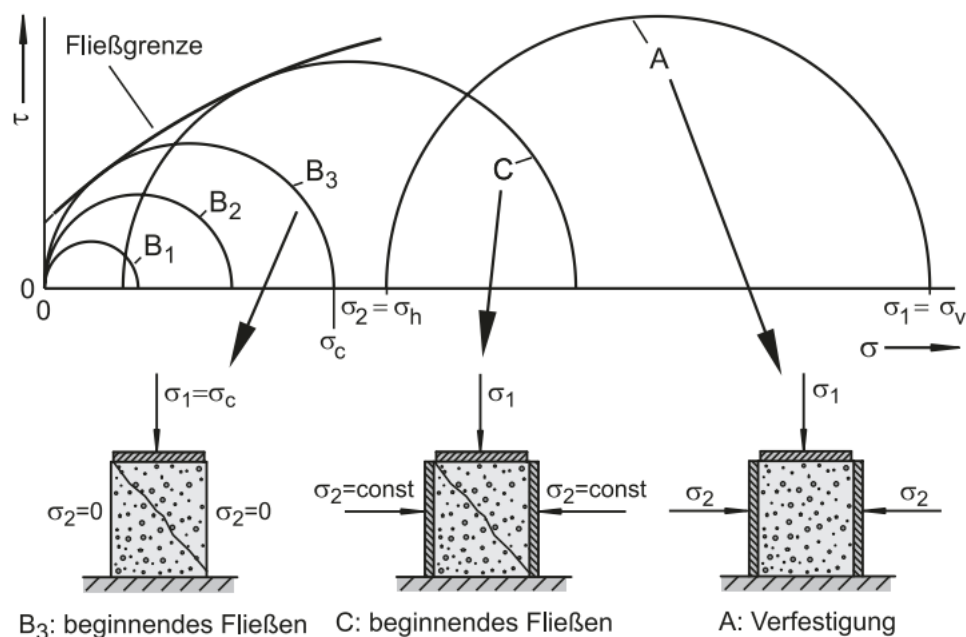


Abbildung 6: Messung der Druckfestigkeit im  $\sigma, \tau$ -Diagramm [1, S. 59]

Auch im nachfolgenden Teil des Versuches, das beginnende Fließen, sind ebenfalls die Horizontal- und Vertikalspannungen die Hauptspannungen. Nach der Wegnahme der Vertikalspannung und dem Entfernen des Hohlzylinders wird die Schüttgutprobe mit einer zunehmenden Vertikalspannung belastet. Mit steigender Vertikalspannung vergrößern sich die Durchmesser der Spannungskreise von  $B_1$  über  $B_2$  bis hin zu  $B_3$ , wobei die Horizontalspannungen jeweils gleich null sind, da die Probe keine seitliche Abstützung durch den Hohlzylinder hat. Aus diesem Grund verlaufen die Spannungskreise durch den Koordinatenursprung. Nachdem die Vertikalspannung die Druckfestigkeit erreicht hat, kommt es zum Bruch der Probe und das Schüttgut beginnt zu fließen. Dieser Vorgang zeigt sich auch darin, dass der

Spannungskreis  $B_3$  die Fließgrenze tangiert. Kleinere Spannungskreise, wie  $B_1$  und  $B_2$ , die unterhalb der Fließgrenze liegen, führen lediglich zu einer elastischen Verformung der Probe und verursachen keinen Bruch bzw. kein Fließen der Probe. Spannungskreise die größer als  $B_3$  sind, also über die Fließgrenze hinaus gehen, existieren nicht, da der Punkt des Fließens bereits erreicht wurde. [1, S. 60]

Der wesentliche Unterschied zwischen dem Spannungskreis  $B_3$  und einem beliebigen Spannungskreis C ist, dass neben der Vertikalspannung auch eine konstante Horizontalspannung anliegt, die größer als null ist. Demzufolge verschiebt sich der Spannungskreis auf der  $\sigma$ -Achse durch die anliegende Horizontalspannung nach rechts. Veranschaulicht wird dies in Abbildung 6: der Spannungskreis C tangiert die Fließgrenze und es kommt an diesem Punkt zum Bruch der Probe. [1, S. 60]

Der einachsige Druckversuch, als indirektes Schergerät, wird praktisch nur vereinzelt zum Messen der Fließfähigkeit von Schüttgütern angewendet, da sich die Reibung zwischen Schüttgut und Zylinderwand nur mit großem Aufwand verringern lässt. Das Entfernen des Hohlzylinders ist selten störungsfrei und es können nicht alle Fließeigenschaften bestimmt werden, die z. B. für eine Auslegung von Silos benötigt werden. [10, S. 1150-1152]

### 3.1.4 Die Fließfähigkeit

Die Fließfähigkeit  $ff_c$  ist eine dimensionslose Kennzahl, die aus der Druckfestigkeit  $\sigma_c$  in Abhängigkeit von der Verfestigungsspannung  $\sigma_1$  bestimmt wird. Um die Fließfähigkeit  $ff_c$  zu ermitteln, wird das Verhältnis von Verfestigungsspannung  $\sigma_1$  zu Druckfestigkeit  $\sigma_c$  gebildet:

$$ff_c = \frac{\sigma_1}{\sigma_c} \quad (3)$$

Umso kleiner die Druckfestigkeit ist, desto größer ist die Fließfähigkeit und desto leichter ist es, ein Schüttgut zum Fließen zu bringen. Zur Einschätzung der Fließfähigkeit ist folgende Einteilung gewählt worden [1, S. 87-88, 10, S. 1158, 11, S. 56]:

Tabelle 2: Einteilung der Schüttgüter nach der Fließfähigkeit [1, S. 88]

Fließfähigkeit	Schüttgutbewertung
$ff_c < 1$	nicht fließend
$1 \leq ff_c < 2$	sehr kohäsiv
$2 \leq ff_c < 4$	kohäsiv
$4 \leq ff_c < 10$	leicht fließend
$10 \leq ff_c$	frei fließend

In der Abbildung 7 ist der typische Verlauf der Fließfunktion A mit den Grenzen der obigen Einteilung nach  $ff_c$  dargestellt. Aus der Abbildung geht hervor, dass sich das Verhältnis  $ff_c$  mit steigender Verfestigungsspannung  $\sigma_1$  ändert. Dementsprechend ist die Fließfähigkeit abhängig vom Spannungsniveau und steigt mit zunehmender Verfestigungsspannung an. Im Umkehrschluss bedeutet dies, dass die Fließfähigkeit bei geringen Verfestigungsspannungen auch niedriger ist und das Schüttgut somit schlechter fließt. [1, S. 88]

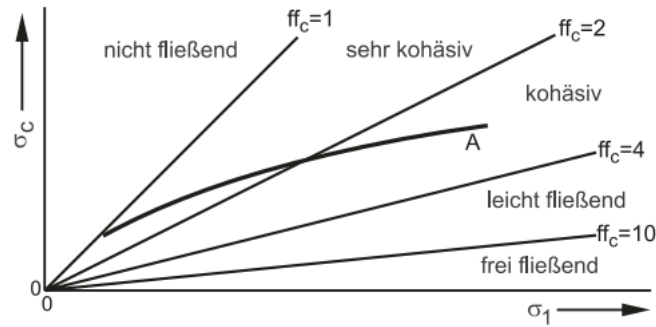


Abbildung 7: Charakterisierung der Fließfunktion [1, S. 88]

Aufgrund der Abhängigkeit von der Verfestigungsspannung  $\sigma_1$  ist es nicht möglich, Schüttgüter nur anhand der  $ff_c$ -Werten zu vergleichen, wenn sie bei unterschiedlichen Verfestigungsspannungen gemessen worden sind. Denn dadurch kann ein Schüttgut keinen konstanten  $ff_c$ -Wert besitzen. Nahezu jedes Schüttgut kann eine gute Fließfähigkeit erreichen, wenn es zuvor stark genug verfestigt wurde. Genauso kann ein scheinbar gut fließendes Schüttgut bei einer geringen Verfestigungsspannung einen kleinen  $ff_c$ -Wert annehmen. Deshalb ist es wichtig, dass neben der Fließfähigkeit auch die entsprechende Verfestigungsspannung angegeben wird. [1, S. 89]

### 3.2 Prinzip der Messungen der Schüttgutfestigkeiten mit Schergeräten

#### 3.2.1 Das Prinzip des An- und Abscherens

Das Prinzip der Messung erfolgt wie bei dem einachsigen Druckversuch in zwei Schritten. Zunächst wird die aufgelockerte Schüttgutprobe verfestigt, was als ‚Anscheren‘ bezeichnet wird. Anschließend wird ein Punkt auf der Fließgrenze ermittelt. Dieser Schritt wird als ‚Abscheren‘ bezeichnet. Dabei unterzieht sich die Probe einer Scherverformung. Das vereinfachte Prinzip wird in Abbildung 8 dargestellt. [1, S. 61-62]

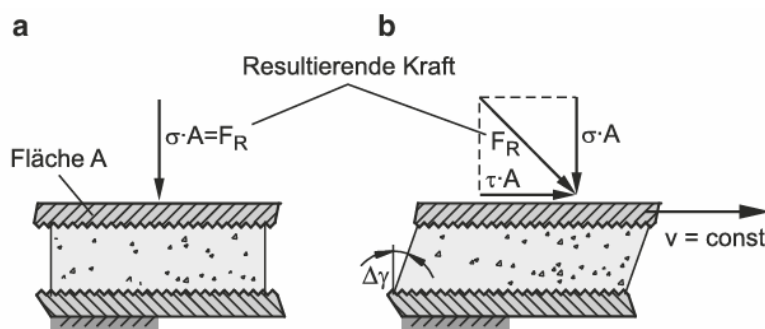


Abbildung 8: a) Erstbelastung der Schüttgutprobe mit vertikaler Normalspannung  $\sigma$ ; b) Scherverformung [1, S. 61-62]

Die Schüttgutprobe wird zuerst über die Querschnittsfläche  $A$  mit der Normalspannung  $\sigma$  vertikal belastet (Abbildung 8a) und anschließend einer Scherverformung unterzogen (Abbildung 8b). Dabei werden Ober- und Unterseite der Schüttgutprobe in dem Messsystem horizontal mit einer Geschwindigkeit  $v$  in entgegengesetzte Richtungen verschoben und die Schubspannung  $\tau$  wird gemessen. Aufgrund der Belastung durch die Normalspannung  $\sigma$  verdichtet sich das zuerst noch lockere Schüttgut und die Schüttgutdichte  $\rho_b$  steigt an. Durch die anschließende Scherverformung werden die Partikel gegeneinander bewegt. Da zu Beginn der Messung die Partikel noch nicht sehr dicht beieinander liegen, sind die Haftkräfte zwischen den Partikeln zunächst klein. Die Probe verformt sich zunächst elastisch, aber

mit wachsender Schubspannung verdichtet und verfestigt sich das Schüttgut immer stärker und die Haftkräfte zwischen den Partikeln nehmen zu. Demzufolge steigt mit der Schubspannung auch die Schüttgutedichte an und führt zu einer plastischen Verformung. Somit verschwindet bei Wegnahme der Belastung die Verformung nicht. Wird ein lockeres Schüttgut mit der Normalspannung  $\sigma$  belastet, sodass die Probe sich unter Volumenabnahme plastisch verformt, wird von einer **unterverfestigten Probe** gesprochen. Den Kurvenverlauf von  $\tau$  und  $\rho_b$  über die Zeit bei einer Scherverformung zeigt die Abbildung 9. [1, S. 62, 10, S. 1153-1154]

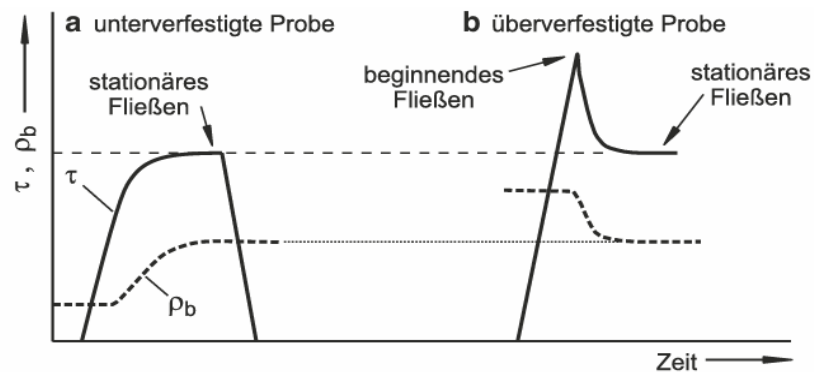


Abbildung 9: Schubspannung  $\tau$  und Schüttgutedichte  $\rho_b$  bei gleicher Normalspannung  $\sigma$ ; a) bei unterverfestigten und b) überverfestigten Probe [1, S. 63]

Die Schubspannung und die Schüttgutedichte steigen in Abbildung 9a immer weiter an bis sie trotz weiterer Scherverformung ein Plateau erreichen und nicht weiter ansteigen. Wird die Probe bei konstanter Normalspannung, Schüttgutedichte und Schubspannung geschert, so wird vom **stationären Fließen** gesprochen. Die Reibung zwischen den Partikeln hat nun den größten Wert erreicht und die Schüttgutedichte bleibt konstant. Wenn für die Normalspannung ein größerer Wert gewählt wird, so steigt auch die Schüttgutedichte und die Schubspannung bis zum stationären Fließens an. [1, S. 63, 10, S. 1153-1154]

Beim Abscheren wird der Schervorgang erneut durchgeführt, aber mit einer vorher sehr stark verfestigten Probe. Diese Probe wurde vorher mit einer größeren Normalspannung verfestigt und geschert. Durch die Verfestigung liegen die Partikel dicht zusammen, haben große Haftkräfte und die Probe hat dementsprechend eine größere Schüttgutedichte. In Abbildung 9b nimmt zu Beginn dieses Schervorganges die Schubspannung zu, was zu einer elastischen Verformung des Schüttgutes führt. Werden die Haftkräfte überwunden und es kommt zum Bruch der Probe, dann ist die Fließgrenze erreicht. Das Maximum der Schubspannung kennzeichnet diesen Punkt in Abbildung 9b und wird als **beginnendes Fließen** bezeichnet. [1, S. 63]

Im Regelfall beschränkt sich dieser Bruch nur auf eine Zone mit geringer Dicke (Scherzone). In der bewegen sich die Partikel gegeneinander und die Abstände zwischen den Partikeln nehmen zu. Infolgedessen nimmt die Schüttgutedichte in diesem Bereich des Bruches ab, die Haftkräfte zwischen den Partikeln verringern sich und die Schüttgutedichte sinkt. Die Auflockerung der Probe in der Bruchfläche heißt plastisches Fließen unter Dichteabnahme. Wenn die Probe weiter geschert wird, so lockert sie sich weiter auf, bis sich schließlich stationäres Fließen einstellt. Eine Probe, die während des Scherens an Festigkeit verliert und bei der demzufolge auch die Schüttgutedichte abnimmt, wird **überverfestigten Probe** genannt. In der Scherzone der überverfestigten Probe stellt sich eine Schüttgutedichte ein, die genau so groß ist wie die Schüttgutedichte beim stationären Fließen einer unterverfestigten Probe. Demzufolge ist der Prozess des stationären Fließens ein reproduzierbarer definierter Zustand in Bezug auf die Schüttgutedichte und der Festigkeit. Aus diesem Grund wird das stationäre Fließen zur definierten Verfestigung bei der Messung von Schüttguteigenschaften benutzt. Dieser Verfestigungszustand

dient der Beurteilung zur Wiederholbarkeit der Messung unter gleichen Bedingungen. [1, S. 63, 10, S. 1154-1155]

### 3.2.2 Messprozedur eines Schergeräts

Zum Bestimmen der Fließgrenze wird zuerst eine unterverfestigte Probe mit der Anschernormalspannung  $\sigma = \sigma_{an}$  belastet und anschließend geschert bis sich stationäres Fließen einstellt. Die resultierende Schüttgutdichte  $\rho_b$  und die Anscherschubspannung  $\tau_{an}$  können der Anschernormalspannung zugeordnet werden. Der Verfestigungszustand, der sich beim stationären Fließen einstellt, kann prinzipiell mit der gleichen Probe bei der gleichen Anschernormalspannung reproduziert werden. Ob ein solcher Zustand erreicht ist, kann durch den Kurvenverlauf des Anscherns beurteilt werden. Steigt die Schubspannung wie in Abbildung 10 nicht mehr an und verhält sich konstant, so ist der gewünschte Verfestigungszustand erreicht. [1, S. 64]

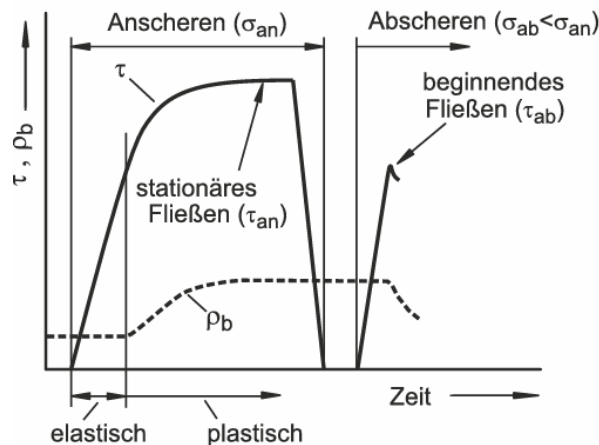


Abbildung 10: Verlauf der Schubspannung  $\tau$  und Schüttgutdichte  $\rho_b$  beim An- und Abscheren [1, S. 65]

Diese Kontrolle ist ein bedeutender Vorteil bei den Messungen mit Schergeräten im Gegensatz zu dem einachsigen Druckversuch. Befinden sich in der Schüttgutprobe Inhomogenitäten, wie z. B. Hohlräume, würde dies bei der einachsigen Verdichtung nicht bemerkt werden. Bei der Messung mit einer Scherzelle hingegen werden Inhomogenitäten mit der Scherverformung weitestgehend ausgeglichen und die Schubspannung wird erst dann konstant, wenn die Probe ausreichend homogen ist. Nach dem Anscheren wird die Probe entlastet und die Schubspannung sinkt auf null ab (Abbildung 10). [1, S. 63]

Das gemessene Wertepaar aus dem stationären Fließen  $\sigma_{an}$  und  $\tau_{an}$  wird für die Auswertung der Messung notiert und in ein  $\sigma, \tau$ -Diagramm übertragen. Der dadurch festgelegte Punkt wird als Ansheerpunkt bezeichnet und bildet in Abbildung 11 einen Punkt auf der möglichen Fließgrenze. [1, S. 66]

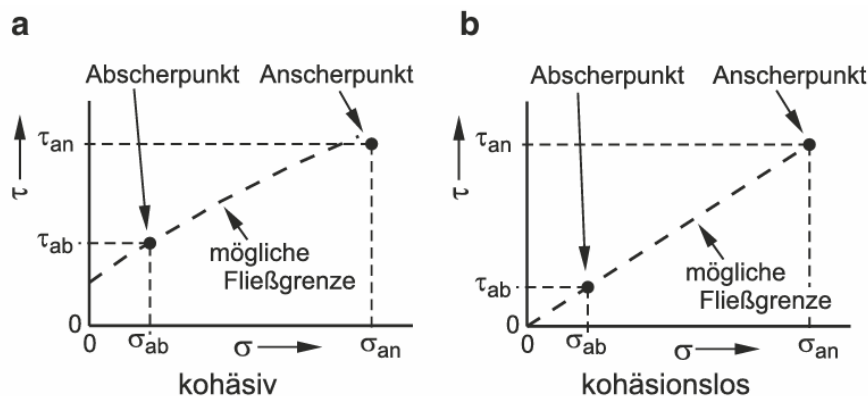


Abbildung 11: An- und Abscherpunkt im  $\sigma, \tau$ -Diagramm für a) kohäsives und b) kohäsionsloses Schüttgut [1, S. 66]

Im zweiten Teil folgt das Abscheren. Dazu wird die Schüttgutprobe mit einer geringeren Abschernormalspannung  $\sigma_{ab} < \sigma_{an}$  belastet als beim Anscheren. Beim Abscheren ist ein Verlauf der Schubspannung zu erwarten wie in Abbildung 10 dargestellt ist. Deutlich zu erkennen ist, dass im Laufe des Scherens die Schubspannung den Maximalwert erreicht, bei dem es zum Bruch der Probe kommt und beginnendes Fließen eintritt. Dieses Maximum legt das Wertpaar  $(\sigma_{ab}, \tau_{ab})$  fest und wird in ein  $\sigma, \tau$  - Diagramm als Abscherpunkt eingetragen (Abbildung 11). Der Abscherpunkt ist ebenfalls ein Punkt auf der Fließgrenze. [1, S. 66-67, 10, S. 1155]

In der Schüttguttechnik wird wegen des Einflusses von Haftkräften auf die Lage der Fließgrenze zwischen kohäsiven und kohäsionslosen Schüttgütern unterschieden. Kohäsive Schüttgüter sind Schüttgüter, bei denen sich die Festigkeit und damit auch die Haftkräfte unter der Aufbringung der Verfestigungsspannung erhöhen. Je stärker die Haftkräfte in dem Schüttgut wirken, umso mehr verschiebt sich der dargestellte Abscherpunkt in Abbildung 11a und der Schnittpunkt mit der Ordinate nach oben. Haben Haftkräfte keinen Einfluss auf das Schüttgut, so können diese nicht verfestigt werden und beim Abscheren wird das beginnende Fließen nicht erreicht. Bei solchen Schüttgütern handelt es sich um kohäsionslose Schüttgüter. Die Fließgrenze in Abbildung 11b ist in diesem Fall ein Gerade, die durch den Koordinatenursprung verläuft und auf dem An- und Abscherpunkt liegt. [1, S. 67]

Um den exakten Verlauf der Fließgrenze bestimmen zu können, muss der beschriebene Prozess des An- und Abscherens wiederholt werden. Dabei ist darauf zu achten, dass die Schüttgutprobe immer mit der gleichen Normalspannung erst verfestigt und angeschert wird und danach bei verschiedenen Normalspannungen abgeschert wird. Nach jedem Anscheren folgt ein Abscheren. Die Probe wird entnommen, woraufhin eine neue Probe erst mit einer Anschernormalspannung angeschert wird, damit mit einer neuen Abschernormalspannung geschert werden kann. In Abbildung 12 wird der Verlauf der Schubspannung über die Zeit mit den verschiedenen Abscherpunkten und den jeweils gleichen Anscherpunkt von zwei Messungen dargestellt. Um eine präzise Aussage über das Fließverhalten zu erlangen, sollten nach dem Anscheren nicht direkt mehrere Abscherpunkte gemessen werden. Der Zustand der Probe hat sich nach dem ersten Abscheren insoweit verändert, dass die Probe sich beim Abscheren aufgelockert hat und nicht mehr den definierten Verfestigungszustand entspricht, den es vor dem Abscheren haben sollte. Dieses fehlerhafte Aufnehmen von Abscherpunkten würde zu geringen Schubspannungen verursachen und das Messergebnis verfälschen. [1, S. 67-68, 10, S. 1155]

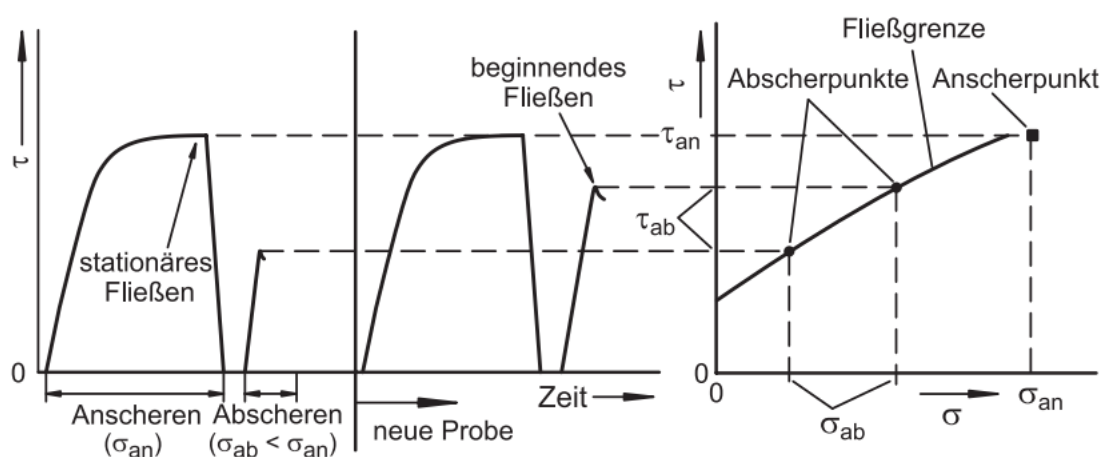


Abbildung 12: Darstellung von zwei Messungen mit der gleichen Anschernormalspannung und verschiedenen Abschernormalspannungen zur Ermittlung der Fließgrenze [1, S. 67]

Gemäß Abbildung 12 wird die Fließgrenze in einem  $\sigma, \tau$ -Diagramm dargestellt und ergibt sich aus den gemessenen Abscherpunkten und dem immer gleichen Anscherpunkt.

Ist für die Messung ein ausreichend langer Scherweg vorhanden, dann kann eine Probe für mehrere Abscherpunkte benutzt werden und muss nicht nach jeder Messung ausgetauscht werden. Die Probe wird zuerst mit der Normalspannung verfestigt, dann angeschert und anschließend unter einer kleineren Normalspannung abgeschert. Der Vorgang wird wiederholt bis alle Messpunkte für die Fließgrenze aufgenommen wurden. [1, S. 67-68]

### 3.2.3 Stick-Slip-Effekt

Der Stick-Slip-Effekt führt zu ruckartigen Bewegungen mit ungleichmäßig schwankender Frequenz. Dieser Effekt tritt auf, wenn zwei parallel zueinander bewegte Kontaktflächen abwechselnd haften (Stick) und gleiten (Slip). Er ist auf die Haftkräfte zwischen den Partikeln und zwischen Wand und Partikeln zurückzuführen. Die Schubspannung steigt in der Haftphase zunächst soweit an bis eine gewisse Haftreibung erreicht wird und fällt dann schlagartig ab, sobald eine geringere Gleitreibung eintritt und benachbarte Flächen plötzlich aufeinander gleiten. [1, S. 229-230]

Der Stick-Slip-Effekt kann sowohl durch Materialverhalten als auch durch das Systemverhalten hervorgerufen werden. Das bedeutet, auch wenn dieser Effekt in dem verwendeten Schergerät beobachtet wurde, muss es nicht bedeuten, dass der gleiche Effekt in einer anderen Situation auftreten kann, z. B. einem anderem Schergerät oder einem Silo.

Beim Scheren eines Schüttgutes in einem Schergerät führt der Effekt zu mehr oder weniger gleichmäßigen Schwingungen in der Schubspannung und zeichnet sich durch den typisch sägezahnartigen Verlauf der Schubspannung aus. In Abbildung 13 kennzeichnet sich der Effekt durch einen langsamen Anstieg und plötzlichen Abfall der Schubspannung. Die Frequenz der Schwingung wird durch die Schergeschwindigkeit beeinflusst. [1, S. 232-233]

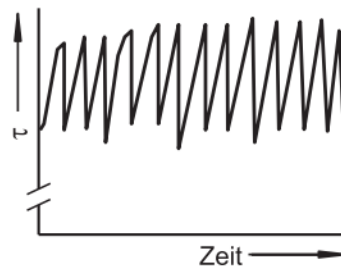


Abbildung 13: Sägezahnartiger Verlauf der Schubspannung über die Zeit durch den Stick-Slip-Effekt [1, S. 232]

Tritt der Stick-Slip-Effekt beim Messen von Fließgrenzen mit einem Ringschergerät auf, ist aufgrund der Schwankungen in der Schubspannung eine Verschlechterung der Reproduzierbarkeit zu erwarten. Durch eine Verringerung der Schergeschwindigkeit können die einzelnen Schwingungen besser aufgelöst werden, jedoch vergrößern sich dadurch die Amplituden der Schwingung. Beim Anschern werden die Schwingungen etwa gleich hohe Maximalwerte aufweisen. Um die Anscherschubspannung zu bestimmen, wird wie in Abbildung 14 die konstante maximale Schubspannung ermittelt. [1, S. 237]



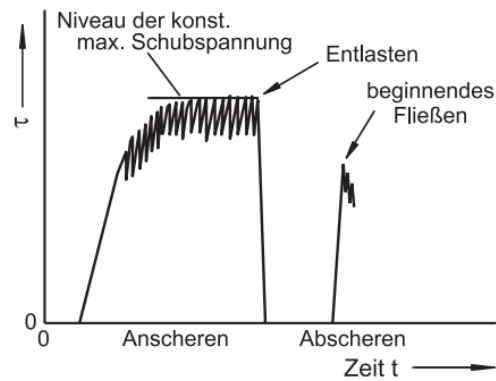


Abbildung 14: Verlauf der Schubspannung beim An- und Abscheren bei einem Stick-Slip-Verhalten [1, S. 237]

Aus Abbildung 14 geht hervor, dass auch beim nachfolgenden Abscheren ein schwingender Verlauf der Schubspannung auftritt. Um die Fließgrenze zu bestimmen, muss das Maximum der Schubspannung ermittelt werden. Da die Amplitude der Schwingung von der Schergeschwindigkeit abhängt, lassen sich in einigen Fällen durch das Erhöhen der Schergeschwindigkeit die Schwingungen so weit reduzieren, dass eine übliche Messung möglich ist. [1, S. 237-238]

### 3.2.4 Bestimmung der Fließeigenschaften aus Fließorten

Die Fließgrenze wird bei Schüttgütern Fließort genannt und gilt für ein Schüttgut für genau eine Ansheernormalspannung, also für genau einen definierten Verfestigungszustand. Für einen Fließort gibt es exakt eine Schüttgutdichte, nämlich die, welche sich bei Beginn des stationären Fließens beim Ansheeren einstellt. [1, S. 68-69]

#### Krümmung des Fließortes

Wie in den Abbildung 11a und Abbildung 12 deutlich wird, ist ein Fließort leicht konvex. Je kleiner die verwendete Normalspannungen ist, umso stärker ist die Ausprägung der Krümmung. Bei kohäsionslosen Schüttgütern entspricht der Fließort nahezu einer Geraden. [1, S. 67-68]

#### Ermittlung der Verfestigungsspannung und Druckfestigkeit

Um die Verfestigungsspannung  $\sigma_1$  und die Druckfestigkeit  $\sigma_c$  eines Scherversuches zu ermitteln, werden die Mohrschen Spannungskreise aus dem  $\sigma, \tau$ -Diagramm herangezogen. Zu jedem Fließort existiert ein Mohrschen Spannungskreis, der die Spannungsverhältnisse beim Verfestigen der Probe kennzeichnet. Das Wertepaar  $(\sigma_{an}, \tau_{an})$  für das stationäre Fließen bildet den Ansheerpunkt und ist gemäß Abbildung 15 ein Punkt auf dem Mohrschen Spannungskreis. Zur eindeutigen Bestimmung der Lage des Mohrschen Spannungskreises wird angenommen, dass der Spannungskreis den Fließort am Berührungspunkt e tangiert (Abbildung 15). Die Absheerpunkte liegen meistens links und der Ansheerpunkt rechts vom Berührungspunkt e. Der Berührungspunkt definiert auch das Ende des Fließortes. Der Mohrsche Spannungskreis für die Verfestigung kann außerdem unter den Bedingungen konstruiert werden, dass der Mittelpunkt auf der  $\sigma$ -Achse liegt und den Fließort bei  $\sigma < \sigma_{an}$  tangiert. Die gestrichelte Linie in Abbildung 15 zeigt die Extrapolation des Fließortes nach rechts, um als Tangente des Mohrschen Spannungskreises zu dienen. [1, S. 69, 10, S. 1156]



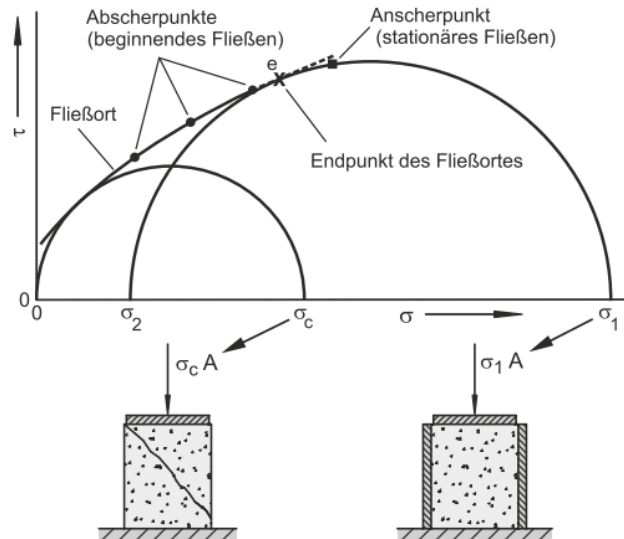


Abbildung 15: Fließort und Mohrsche Spannungskreise für die Bestimmung der Druckfestigkeit und die Verfestigungsspannung [1, S. 70]

Die Schnittpunkte des Spannungskreises mit der  $\sigma$ -Achse sind festgelegt durch die größte und kleinste Hauptspannung  $\sigma_1$  und  $\sigma_2$ . Die größte Hauptspannung  $\sigma_1$  ist die größte wirkende Normalspannung beim Ansheeren und entspricht der Verfestigungsspannung beim einachsigen Druckversuch. [1, S. 70]

Die Druckfestigkeit  $\sigma_c$  ist eine weitere wichtige Schüttguteigenschaft und kann beim einachsigen Druckversuch direkt gemessen werden. Die einachsige Druckbelastung kann jedoch bei einem Scherversuch nicht direkt gemessen werden, sondern lässt sich aus den Mohrschen Spannungskreis ermitteln. Bei der Messung der Druckfestigkeit beim einachsigen Druckversuch (Abbildung 15) wirkt beim beginnenden Fließen nur auf der Oberseite der Schüttgutprobe die Normalspannung ( $\sigma = \sigma_c$ ), während die Schubspannung  $\tau = 0$  ist. Auf den Seiten wirken unterdessen keine Spannungen ( $\sigma = 0, \tau = 0$ ). Wird nun der Mohrsche Spannungskreis im  $\sigma, \tau$ -Diagramm dargestellt, verläuft der Spannungskreis durch den Koordinatenursprung. Der zweite Schnittpunkt befindet sich bei der Normalspannung  $\sigma = \sigma_c$ . Der Spannungskreis tangiert den Fließort und der Mittelpunkt des Mohrschen Spannungskreises befindet sich auf der  $\sigma$ -Achse. In Abbildung 15 ist der Spannungskreis nach diesen Kriterien eingezeichnet. Aus den ermittelten Werten für die Druckfestigkeit und die Verfestigungsspannung kann nun die Fließfähigkeit  $ff_c$  errechnet werden. In der Abbildung 15 wurde unter dem Diagramm die Mess- und die Verfestigungsprozedur visualisiert. Dies soll verdeutlichen, dass mithilfe des Fließortes die Parameter Verfestigungsspannung und Druckfestigkeit den Größen des einachsigen Druckversuches entsprechen. [1, S. 71]

Die Druckfestigkeit sowie der Fließort beziehen sich auf den Verfestigungszustand der verfestigten Schüttgutprobe. Dementsprechend muss auch die Schüttgutdichte  $\rho_b$  in diesem Zustand ermittelt werden. Sie ergibt sich aus der Masse  $m_P$  und dem Volumen  $V_{ges}$  der verfestigten Schüttgutprobe: [1, S. 76]

$$\rho_b = \frac{m_P}{V_{ges}} \quad (4)$$

### 3.3 Charakterisierung von Partikeln und die Einflüsse auf das Fließverhalten

#### 3.3.1 Haftkräfte

Neben der Größe und der Form von Partikeln haben Haftkräfte zwischen den Partikeln und zwischen Partikeln und Wand in vielen Bereichen der mechanischen Verfahrenstechnik einen bedeutenden Einfluss auf die Eigenschaften von Schüttgütern. Aufgrund von Haftkräften können bei feinkörnigem Schüttgut unerwünschte Effekte wie beispielsweise schlechte Fließfähigkeit oder Anbackungen entstehen. Dies verschlechtert die Homogenität und kann zu Verstopfungen oder Brückenbildungen in Silos führen. [1, S. 34]

Es existieren diverse Haftkräfte, bei denen zwischen stofflicher Kraftübertragung über feste oder flüssige Materialbrücken und immateriellen Kraftübertragungen durch Felder unterschieden wird. Eine formschlüssige Verbindung von Partikeln aufgrund einer faserigen oder sehr flachen Partikelform, wodurch es zum Verhaken oder Verknäulen kommen kann, ist ebenfalls möglich. [12, S. 74, 13, S. 184]

Einen Überblick über die Einordnung der unterschiedlichen Haftkräfte zwischen Partikeln gibt Abbildung 16.

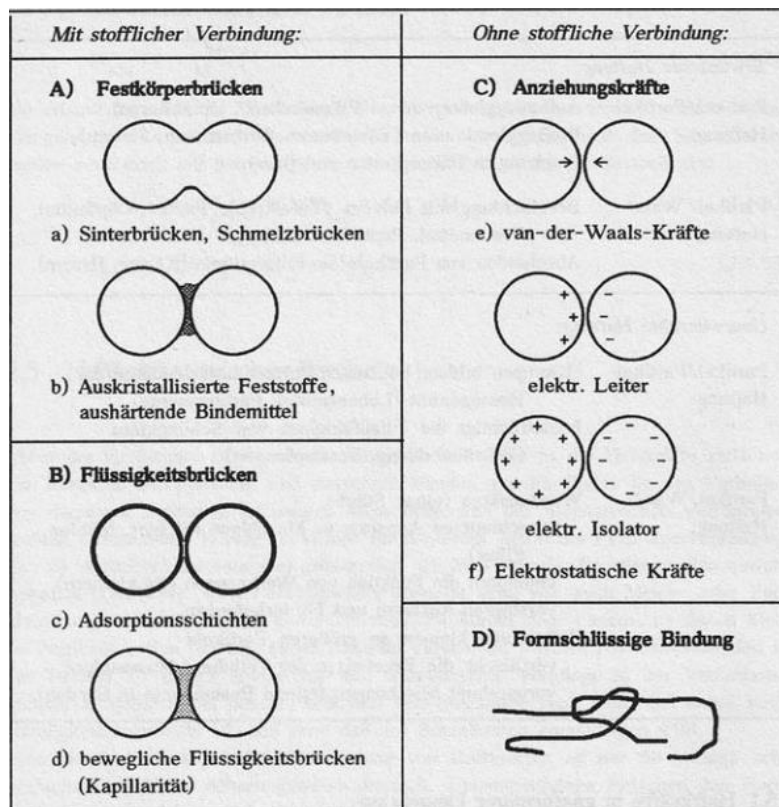


Abbildung 16: wirkende Haftkräfte zwischen Feststoffpartikeln [12, S. 75]

#### Van-der-Waals-Kräfte

Im Hinblick auf trockenes, feinkörniges Schüttgut spielen die van-der-Waals-Kräfte eine wesentliche Rolle. Die van-der-Waals-Kräfte haben eine geringe Reichweite und bilden sich aufgrund von Dipol-Wechselwirkungen zwischen den Atomen und Molekülen aus (Abbildung 16e). Die Stärke der Anziehungskraft hängt neben der Partikelgröße, -rauigkeit und -abstand auch von der stofflichen Zusammensetzung der Partikel ab. [12, S. 74-75]

### Elektrostatische Kräfte

Elektrostatische Kräfte entstehen zwischen gegenpolig aufgeladenen Oberflächen und können je nach Verteilung der Ladung anziehend oder abstoßend wirken (Abbildung 16f). Dabei wird wegen der unterschiedlichen Verteilung der Ladungen zwischen elektrischen Leitern und Isolatoren unterschieden. [1, S. 34, 12, S. 75, 13, S. 189]

### Festkörperbrücken

Festkörperbrücken können z. B. durch Sinterung, Rekristallisation, Kornwachstum und chemische Reaktion verursacht werden. Sinter- oder Schmelzbrücken (Abbildung 16a) entstehen durch Wärmezufuhr, wenn sich an den Kontaktstellen eine Temperatur von circa 60 % der absoluten Schmelztemperatur einstellt und die Kontaktzeit ausreichend lang ist. Auskristallisierte Feststoffe oder aushärtende Bindemittel (Abbildung 16b) entwickeln sich bei der Trocknung von feuchtem Schüttgut, wenn die verdampfte Flüssigkeit auskristallisierende Stoffe enthält. Die Substanz sammelt sich im Kontaktbereich an und erstarrt zu einer Feststoffbrücke. Beide Arten der Festkörperbrücken übertragen große Kräfte. Die Zerstörung von Feststoffbrücken ist irreversibel. [12, S. 74, 13, S. 184]

### Flüssigkeitsbrücken

Im Vergleich zu den bisherigen Haftkräften, die sich überwiegend in trockenem Schüttgut befinden, treten Flüssigkeitsbrücken zwischen Einzelpartikeln bei feuchtem Schüttgut auf (Abbildung 16B). Grundsätzlich wird zwischen Adsorptionsschichten und Flüssigkeitsbrücken unterschieden. Adsorptionsschichten bilden sich je nach Umgebungsbedingungen auf der gesamten Partikeloberfläche aus. Flüssigkeitsbrücken werden beschrieben als eine Ansammlung von niedrigviskoser Flüssigkeit im Kontaktbereich der Partikel. Die Oberflächenspannung der Flüssigkeit ist maßgeblich für die Anziehungskraft der Partikel. Diese Brücken sind leicht verformbar und können nach einer Trennung bei wiederholtem Kontakt erneut aufgebaut werden. [1, S. 35, 13, S. 185]

Die in dieser Arbeit beschriebenen Haftkräfte sind abhängig von dem jeweiligen Abstand zwischen den Einzelpartikeln. Besonders beeinflusst wird das Fließverhalten von trocknen und feinkörnigen Schüttgütern mit geringem Abstand zwischen den Partikeln von den van-der-Waals Haftkräften. Bei vergleichbarem feuchtem Schüttgut hingegen sind es die Flüssigkeitsbrücken. Bei beiden Kräften ist die Haftkraft dann am größten. [1, S. 35]

### 3.3.2 Dichten von Schüttgütern

#### Feststoffdichte

Die Feststoffdichte  $\rho_s$  ist definiert als die Dichte des Schüttgutes, aus dem die Partikel bestehen, und wird in  $kg/m^3$  angegeben. Dabei werden im Gegensatz zu der Schüttgutdichte  $\rho_b$  die Zwischenräume zwischen den Partikeln eines Schüttgutes nicht mit eingerechnet. Innerhalb der Partikel können sich ebenfalls Hohlräume befinden, die bei der Feststoffdichte nicht berücksichtigt werden. Daher ist die Feststoffdichte größer als die Schüttgutdichte. Sie berechnet sich aus dem Quotienten der Partikelmasse  $m_p$  und dem Volumen der Partikel  $V_p$ : [1, S. 24]

$$\rho_s = \frac{m_p}{V_p} \quad (5)$$

Experimentell wird die Feststoffdichte  $\rho_s$  mit dem Gaspyknometer bestimmt. Dies ist ein bewährtes Verfahren bei dem ein Messgas ungehindert in die Poren eindringen kann und über das Verdrängen

des Partikelvolumens die Feststoffdichte berechnet werden kann. Eine genaue Erläuterung des Messprinzips folgt in Kapitel 4.1.

### Schüttdichte

Die Schüttdichte  $\rho_{b0}$  beschreibt die Dichte einer unverdichteten Schüttung. Dabei werden sowohl die Zwischenräume zwischen den Partikeln als auch die Hohlräume innerhalb der Partikel berücksichtigt. Die Einheit der Schüttdichte  $\rho_{b0}$  ist  $kg/m^3$ . [1, S. 200]

$$\rho_{b0} = \frac{m_P}{V_{ges}} \quad (6)$$

### Stampfdichte

Die Stampfdichte  $\rho_t$  wird experimentell mithilfe eines Stampfvolumeters gemessen. Die Stampfdichte  $\rho_t$  bezeichnet die Dichte eines Schüttgutes nach der Verdichtung durch Stampfen oder Klopfen. Sie wird in  $kg/m^3$  angegeben. [1, S. 200]

$$\rho_t = \frac{m_P}{V_{ges}} \quad (7)$$

Aus der Schüttdichte  $\rho_{b0}$  und der Stampfdichte  $\rho_t$  lassen sich zwei Kennwerte bestimmen, die Aufschluss über das mögliche Fließverhalten geben: der Kompressibilitätsindex  $K_I$  und die Hausnerzahl  $H$ .

$$K_I = \frac{\rho_t - \rho_{b0}}{\rho_t} \cdot 100\% \quad (8)$$

$$H = \frac{\rho_t}{\rho_{b0}} \quad (9)$$

Ist der Kompressibilitätsindex  $K_I = 0$  und die Hausnerzahl bei  $H = 1$ , dann lässt sich das Schüttgut nicht verdichten und die Stampfdichte  $\rho_t$  entspricht der Schüttdichte  $\rho_{b0}$ . Damit besitzt das Schüttgut das bestmögliche Fließverhalten bzw. die bestmögliche Fließfähigkeit. Je größer  $K_I$  und  $H$  sind, desto schlechter ist das Fließverhalten zu bewerten. [1, S. 200-201]

### 3.3.3 Partikelgrößenverteilung

Schüttgüter bestehen aus Partikeln, die in den meisten Fällen unterschiedliche Partikeldurchmesser aufweisen. Zur Bestimmung der Verteilung der verschiedenen Partikelgrößen der Flugaschen werden die Verteilungssumme  $Q(x)$  und die Verteilungsdichte  $q(x)$  verwendet (Abbildung 17). Dazu wird das disperse Feststoffkollektiv mithilfe eines Partikelgrößenmerkmals  $r$  in Intervalle aufgeteilt. Es bestimmt den jeweiligen Mengenanteil des Intervalls. Die Verteilungssumme gibt den Mengenanteil der Partikel wieder, die bezogen auf die gesamte untersuchte Menge kleiner sind als die Partikelgröße  $x_i$ : [1, S. 44, 14, S. 16]

$$Q(x_i) = \frac{\text{Teilmenge } (x_{min} \dots x_i)}{\text{Gesamtmenge } (x_{min} \dots x_{max})} \quad (10)$$

Die Mengenangabe wird mit dem Index  $r$  angegeben und kann auf verschiedene Arten erfolgen, beispielsweise als Anzahl von Partikeln, Länge, Fläche oder als Masse bzw. Volumen. Für  $Q_r$  bzw.  $q_r$  gilt: [14, S. 16]

Anzahl	$r = 0$	$Q_0, q_0$
Länge	$r = 1$	$Q_1, q_1$
Fläche	$r = 2$	$Q_2, q_2$
Volumen, Masse	$r = 3$	$Q_3, q_3$

Zur Veranschaulichung ist die Verteilungssumme in Abbildung 17a mit einem typischen S-förmigen Verlauf dargestellt. Für jede Partikelgröße  $x$  der Gesamtmenge kann ein Wert für  $Q(x)$  bestimmt werden. Dieser Wert gibt an, wie groß der Anteil der Gesamtmenge ist, welcher kleiner als die Partikelgröße  $x$  ist. [1, S. 44]

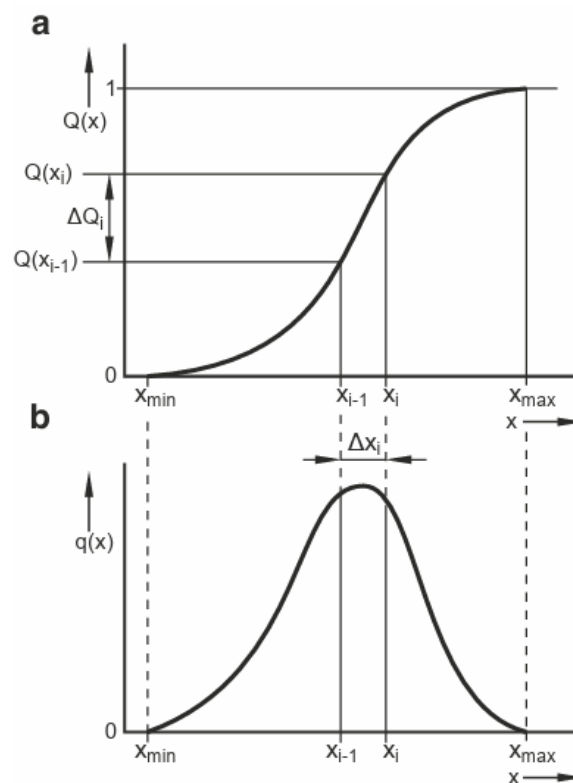


Abbildung 17: Darstellung der a) Verteilungssumme  $Q(x)$ ; b) Verteilungsdichte  $q(x)$  [1, S. 45]

Abbildung 17b zeigt die Verteilungsdichte  $q(x)$ . Sie ist die Ableitung der Verteilungssumme  $Q(x)$  nach der Partikelgröße  $x$ :

$$q(x) = \frac{dQ(x)}{dx} \quad (11)$$

Die Verteilungsdichte  $q(x)$  gibt den Mengenanteil im Intervall bezogen auf die Intervallbreite  $\Delta x_i$  an. In Abbildung 17b ist die Verteilungsdichte  $q(x)$  für die Funktion der Verteilungssumme  $Q(x)$  aufgetragen. Da die Verteilungsdichte die Ableitung der Verteilungssumme ist, ist die Verteilungsdichte die Steigung der Verteilungssumme.

$$q_i = \frac{\Delta Q_i(x_{i-1} \dots x_i)}{\Delta x_i} \quad (12)$$

Aus der Verteilungsdichte  $q(x)$  lassen sich die einzelnen Anhäufungen der jeweiligen Intervallklassen erkennen. [14, S. 18]

#### Kennwerte von Partikelgrößenverteilungen

Häufig kann die Partikelgrößenverteilung durch einen einzigen Wert gekennzeichnet werden, welcher aus der Darstellung der Verteilungssumme und der Verteilungsdichte hervorgeht. Hierzu müssen der Medianwert  $x_{50,r}$  und der Modalwert  $x_{h,r}$  herangezogen werden. [12, S. 32]

#### **Medianwert $x_{50,r}$**

Der Medianwert gibt die Partikelgröße an, bei der 50 % der Partikelmenge eine kleinere Partikelgröße aufweisen. Der Index  $r$  steht auch hier für die Mengenart und muss angegeben werden. Der Medianwert wird über den Schnittpunkt der Verteilungssummenkurve bei  $Q_r(x) = 0,5$  ermittelt (Abbildung 18a). [1, S. 48, 12, S. 32]

#### **Modalwert $x_{h,r}$**

Der Modalwert gibt die mengenreichste Partikelgröße in der Partikelmenge an und wird über das Maximum der Verteilungsdichtekurve abgelesen (Abbildung 18b). [1, S. 48, 12, S. 32]

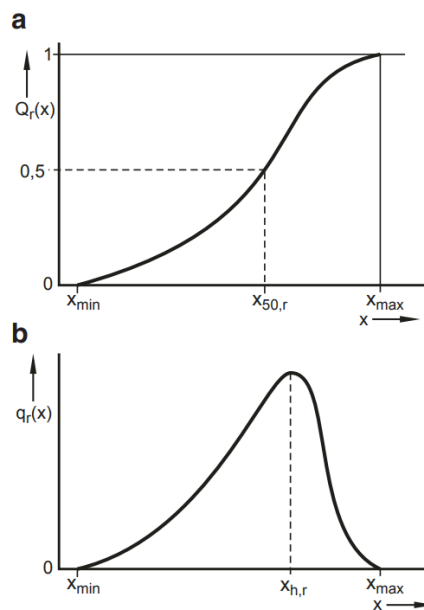


Abbildung 18: a) Verteilungssumme mit Medianwert und b) Verteilungsdichte mit Modalwert [1, S. 49]

Die Kennwerte sind Einzelwerte aus den Verteilungen und geben keine Auskunft über den Verteilungsverlauf. Beide Kennwerte sind außerdem abhängig von der Mengenart, weshalb die Angabe durch den Index  $r$  bei den Kennwerten wichtig ist. Denn je nachdem welche Mengenart vorliegt, verschiebt sich die Lage der Verteilungssumme und der Verteilungsdichte und es entstehen unterschiedliche Kenngrößen. [1, S. 49, 12, S. 32]

Abbildung 19 veranschaulicht die vielfältigen Verteilungen von Verteilungssummen und Verteilungsdichten, darunter eine breite und schmale Verteilung, ein bimodale und eine mehrmodale Verteilung. Alle weisen die gleichen  $x_{50,r}$  - und  $x_{h,r}$  -Werte auf.

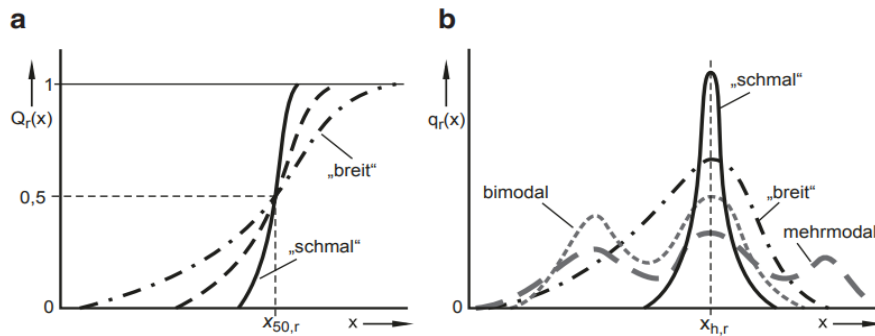


Abbildung 19: a) Verteilungssummen und b) Verteilungsdichten in verschiedener Form mit den gleichen Kennwerten  $x_{50,r}$  und  $x_{h,r}$  der Partikelverteilung [1, S. 50]

Eine Verteilungsdichte mit zwei Maxima (Abbildung 19b) wird bimodale Verteilung genannt. Gibt es mehrere Maxima, so wird von einer mehrmodalen oder multimodalen Verteilung gesprochen. Für die Ermittlung der Partikelgrößenverteilung wird das Messverfahren der Laserbeugung verwendet. [12, S. 32]

### Laserbeugung

Die Laserbeugung ist ein laser-optisches Messverfahren, bei der die Partikelgrößenverteilung schnell und zuverlässig bestimmt wird. Die Partikel können in die Messzone mit unterschiedlichen Dispergiersystemen zugeführt werden, sowohl in Luft als auch in Wasser sowie mit und ohne Ultraschall. [15, S. 203, 16, S. 79]

Das Grundprinzip der Laserbeugung ist in Abbildung 20 dargestellt. Die Lichtquelle bildet der HeNe-Laser, dessen Strahl aufgeweitet wird um als Messvolumen zu dienen. Das Partikelkollektiv wird durch den Strahlengang des Lasers transportiert. Der Strahl wird durch die Partikel abgeschwächt und gebeugt. In Abhängigkeit der Partikelgröße streuen die Partikel Licht in einem bestimmten Winkel, sobald sie elektromagnetischer Strahlung ausgesetzt sind. Dabei entsteht eine Beugungslichtverteilung, die sich aus der Summe der gebeugten Intensitäten aller Teilchen im Strahl bildet. Auf einer Linse wird das gebeugte Licht und der abgeschwächte Laserstrahl fokussiert und auf einem Detektor abgebildet. Die Linse ist dafür zuständig, dass gleiche Beugungswinkel auf gleichen Radien dargestellt werden.

Die erzeugte Intensitätsverteilung auf den Beugungsringen wird mit berechneten Intensitätsverteilungen für angenommene Partikelverteilungen verglichen. Mithilfe von Iteration werden die angenommenen Verteilungen so lange variiert bis die Abweichung zwischen gemessener und gerechneter Lichtintensitätsverteilung am geringsten ist. Das Ergebnis ist die angenommene Partikelgrößenverteilung mit der geringsten Abweichung zu der berechneten Partikelgrößenverteilung. Die Verteilung wird in einer volumengewichtete Summenfunktion  $Q_3(x)$  und Dichtefunktion  $q_3(x)$  visualisiert. [13, S. 55, 15, S. 204, 16, S. 79]

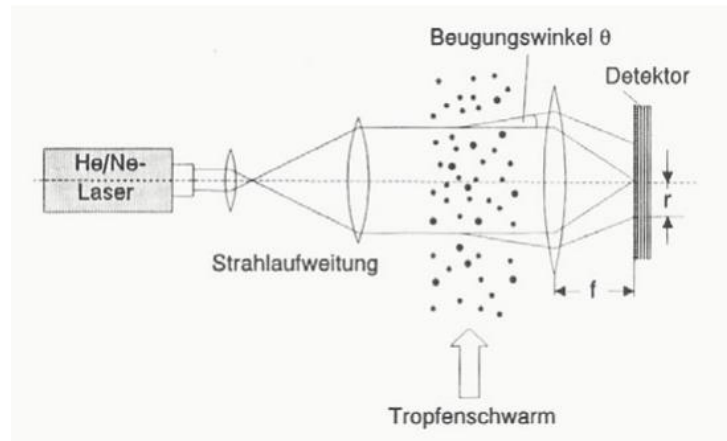


Abbildung 20: Prinzipieller Aufbau der Laserlichtbeugung für die Partikelgrößenanalyse [15, S. 203]

### Einfluss auf das Fließverhalten

Die Haftkräfte zwischen Partikeln bestimmen das Fließverhalten eines Schüttgutes. Wie im Kapitel 3.3.1 erläutert, sind vor allem die Flüssigkeitsbrücken und die van-der-Waals-Kräfte die dominierenden Haftkräfte. Daraus folgt: Je kleiner Partikel sind, umso mehr Partikelkontakte pro Fläche sind zu erwarten und umso größer ist damit die Festigkeit des Schüttgutes. Dies führt dann zu schlechten Fließeigenschaften. [1, S. 43]

Aussagen über das mögliche Fließverhalten können nicht ausschließlich anhand der Partikelgrößenverteilung getroffen werden. Eine genaue Messung der Fließfähigkeit ist unerlässlich. In den meisten Fällen ist jedoch zu erwarten, dass breite Verteilungen bei dem gleichen Medianwert  $x_{50,r}$  eine schlechtere Fließfähigkeit haben als schmale Verteilungen. [1, S. 240-241]

### 3.3.4 Partikelform

Die Partikelform ist ein wichtiger Einflussfaktor auf das Fließverhalten von Schüttgütern. Um die Auswirkungen der Partikelform der Flugaschen auf das Fließverhalten zu verstehen, wird eine mikroskopische Analyse durchgeführt. Es lassen sich kaum allgemeingültige Aussage treffen, da in den meisten Partikelkollektiven jedes einzelne Partikel eine andere Form hat. Grobe Partikel mit einer glatten und runden Partikelform weisen ein besseres Fließverhalten auf als raue und unförmige Partikel. Bei kohäsiven Schüttgütern wird das Fließverhalten durch die Haftkräfte bestimmt. Rauigkeiten an der Oberfläche von Partikeln können dazu führen, dass sich die Partikel im Kollektiv nicht so nahe kommen wie große platte Partikel. So entstehen weniger Haftkräfte und raue Partikel bekommen ein besseres Fließverhalten.

### 3.3.5 Feuchte

Die Bestimmung der Feuchte in den Flugaschen wird mit einer thermogravimetrischen Messung mit einem Halogen-Feuchtebestimmer durchgeführt. Die Probe wird mit einer Halogenlampe durch Infrarotstrahlung erwärmt und misst nach dem Prinzip der Thermogravimetrie. Während des Trocknungsprozesses dringt die Strahlung zum Großteil in die Probe ein und wandelt sich erst dort in Wärmeenergie um, wodurch sich die Probe sehr schnell erhitzen lässt. Ein geringer Teil der Strahlung wird von der Probe reflektiert oder durchgelassen, das ist überwiegend von der Helligkeit der Probe abhängig. Wie tief die Strahlung in die Partikel eindringen kann, hängt von der Durchlässigkeit und Wärmeleitfähigkeit



der Probe ab. Bei einer hohen Durchlässigkeit und Wärmeleitfähigkeit der Probe dringt die Infrarotstrahlung in tiefere Schichten der Probe ein und die Probe erwärmt sich schneller und homogener. [17]

### Einfluss auf das Fließverhalten

Durch den Feuchtigkeitsanteil im Schüttgut können Aussagen über das Fließverhalten des vorliegenden Schüttgutes getroffen werden. Wird einem trockenen Schüttgut eine geringe Menge Flüssigkeit zugeführt, sodass die Partikel benetzt werden, bilden sich zunächst Flüssigkeitsbrücken an den Kontaktstellen (Abbildung 21a).

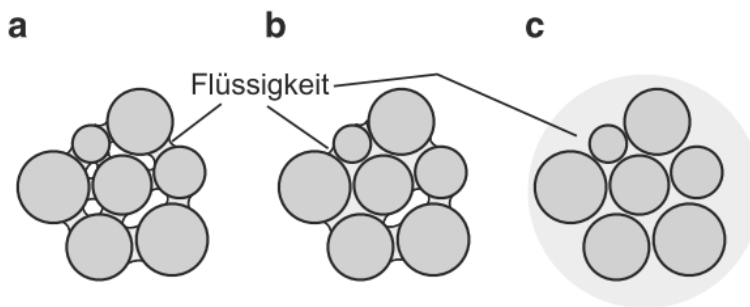


Abbildung 21: Partikel mit unterschiedlichen Flüssigkeitsmengen; a) einzelne Flüssigkeitsbrücken; b) Flüssigkeitsbrücken und lokale Sättigung; c) gesättigt [1, S. 245]

Sie führen aufgrund der Oberflächenspannung und des möglichen kapillaren Unterdrucks zu zusätzlichen Haftkräften und somit durch die erhöhte Druckfestigkeit zu einer Verschlechterung bzw. starken Abnahme der Fließfähigkeit (Abbildung 22).

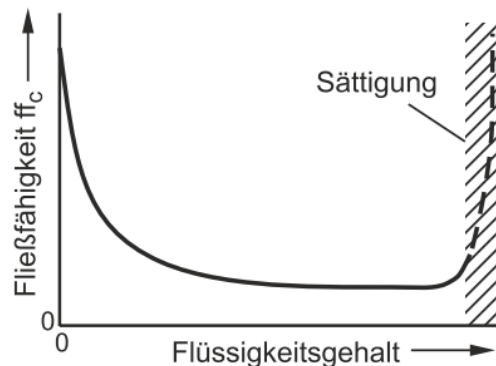


Abbildung 22: Fließfähigkeit in Abhängigkeit vom Flüssigkeitsgehalt [1, S. 245]

Aus der Abbildung 22 geht hervor, dass schon bei geringen Mengen an Flüssigkeit in dem Schüttgut die Fließfähigkeit rapide sinkt. Wird dem Schüttgut weiter Flüssigkeit zugeführt, so entstehen aus den Flüssigkeitsbrücken örtlich gesättigte Bereiche (Abbildung 21b). Die Fließfähigkeit nimmt weiter ab bis sie für einen bestimmten Bereich des Flüssigkeitsgehaltes nahezu konstant ist (Abbildung 22). Schließlich wird die Sättigung des Schüttgutes mit Flüssigkeit erreicht (Abbildung 21c) und die Fließfähigkeit steigt schlagartig an, da die Zwischenräume mit Flüssigkeit gefüllt sind und die Oberflächenspannungen verschwinden.

Beim Einfluss der Feuchte auf das Fließverhalten wird zwischen der inneren und äußeren Feuchte unterschieden. Die innere Feuchte bezeichnet die Flüssigkeit, die innerhalb der Partikel gebunden ist. Bei der äußeren Feuchte befindet sich die Flüssigkeit an der Partikeloberfläche, was sich entscheidend auf das Fließverhalten auswirkt. Einige Schüttgüter haben von Grund auf eine hohe innere Feuchtigkeit.

Wenn bei ihnen nach der Trocknung die gleiche Menge an Wasser zugeführt wird, wie beim Trocknen entfernt wurde, dann kann diese Menge nicht in gleichem Maße von den Partikeln aufgenommen werden. Somit steigt die äußere Feuchte, wodurch das Fließverhalten anders als noch vor der Trocknung ist. Aber nicht nur die Haftkräfte zwischen den Partikeln verändert sich, sondern auch die Haftkräfte zwischen Partikeln und Wand nehmen zu.

### 3.4 Aufbereitungsmethoden

Für die Durchführung der Scherversuche mit der feuchten Flugasche bedarf es einer Aneinanderreihung von Grundoperationen zur Aufbereitung. Sie werden in der mechanischen Verfahrenstechnik dazu verwendet, um die Eigenschaften oder deren Zusammensetzung zu verändern und werden in folgende Kategorien unterteilt: [12, S. 2]

- **Zerkleinern** durch Mahlen, Brechen, Schneiden oder Zerfasern
- **Trennen** durch Klassieren, Sieben, Abscheiden oder Sedimentieren
- **Agglomerieren** durch Granulieren, Pelletieren, Dragieren oder Tablettieren
- **Mischen** durch Homogenisieren, Feststoffmischen, Rühren oder Kneten

Abhängig von der Anforderung existieren unterschiedliche Verfahren, um die Eigenschaften eines Schüttguts zu variieren. Zum Befeuchten der Flugasche ist das Feststoffmischen unter Zugabe von Flüssigkeit eine geeignete Methode, um die Feuchte gleichmäßig zu erhöhen. Für weitere Prozessschritte wird auf das Trennverfahren von flüssigen und festen Komponenten durch thermische Trocknung zurückgegriffen. Zuletzt wird auf die Methode zur Zerkleinerung von Agglomeraten verwiesen.

#### 3.4.1 Feststoffmischen

Das Mischen beschreibt den Vorgang, bei dem zwei oder mehr Stoffe durch Bewegung so gegeneinander bewegt werden, dass sich die Bestandteile gleichmäßig in der Mischung verteilen. Diese Gegeneinanderbewegung geschieht durch Zwangsbewegung. Dabei wird im Mischraum durch bewegte Mischwerkzeuge diese Zwangsbewegung erzeugt, z. B. im Mischbehälter durch Schaufeln, Rührer oder Einbauten in bewegten Mischgefäßen. Eine gute Mischung ist homogen und bedeutet, dass die Zusammensetzung aller Komponenten über die gesamte Mischung weitgehend übereinstimmt. Bei zweiphasigen Mischprozessen wird in der mechanischen Verfahrenstechnik bei der Zugabe von Flüssigkeit zu einem Feststoff von ‚Befeuchtung‘ gesprochen.[12, S. 331-332]

Um die Qualität einer Mischung zu beurteilen, müssen mehrere Proben entnommen werden, um die jeweilige Zusammensetzung zu analysieren. Die Zusammensetzungen werden um einen Mittelwert schwanken. Je kleiner diese Schwankungen um den Mittelwert sind, desto besser ist die Mischung. Um den Mischungsfortschritt zu beschreiben, müssen zu verschiedenen Zeiten jeweils Proben an unterschiedlichen Stellen der Mischung entnommen und ausgewertet werden. Die Probenzusammensetzung verändert sich im Laufe des Mischprozesses und ist eine zufällig schwankende Größe. [12, S. 333]

Bei der Betrachtung der Mischzustände in Abbildung 23 wird zwischen drei Mischzuständen unterschieden: die vollständige Entmischung, die ideale Homogenität und die stochastische Homogenität (gleichmäßige Zufalls Mischung).

Bei der vollständigen Entmischung (Abbildung 23a) liegen die Komponenten getrennt voneinander im Mischbehälter. Jede gezogene Probe enthält entweder nur die eine oder nur die andere Komponente. Bei der idealen Homogenität weist jede Probe aus der Mischung die gleiche Zusammensetzung der Gesamtmischung auf (Abbildung 23b). Die stochastische Homogenität in Abbildung 23c kennzeichnet sich durch ihre gleichmäßige Zufalls Mischung und beschreibt eine reale bestmöglich erreichbare

Mischgüte, die durch Zufallsbewegungen in der Mischung entsteht. In einer stochastisch homogenen Mischung sind die Komponenten gleichmäßig verteilt. [12, S. 335-337]

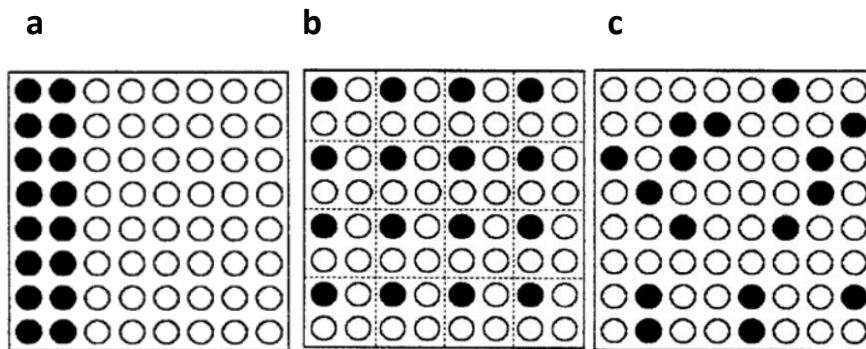


Abbildung 23: Mischzustände; a) völlig entmischter Zustand; b) ideal homogene Mischung; c) stochastisch homogene Mischung [12, S. 335-337]

Je nach Anwendungsfall gibt es verschiedene Varianten von Feststoffmischern, die nach Bewegungserzeugung eingeteilt werden:

- Mischer mit bewegten Mischbehälter, z. B. Trommelmischer
- Mischer mit bewegten Mischwerkzeugen in feststehenden Behältern, z. B. Schneckenmischer
- Mischer mit bewegten Mischwerkzeugen und bewegten Behältern, z. B. Intensivmischer
- Scherkraftmischer, z. B. Mischsilos und Rohre mit lenkenden Einbauten
- Pneumatische Mischer, z. B. Wirbelschichtmischer

Eine Unterscheidung kann ebenfalls nach der volumenbezogenen Leistung oder nach Chargen- und Duschlaufmischern erfolgen. Die Auswahl eines geeigneten Feststoffmischers ist abhängig von den zu mischenden Komponenten, der zu mischenden Feststoffmenge und dem gewünschten Mischergebnis. [12, S. 367-368]

Um die Komponenten Schüttgut und Wasser homogen zu vermischen, Bedarf es einen Feststoffmischer, der sich durch drehende Werkzeuge, drehende Behälter oder das Umwälzen mittels Luft auszeichnet. Bei dem Mischvorgang von feinem Schüttgut mit geringer Feuchte ist zu erwarten, dass aufgrund der erhöhten Haftkräfte zwischen den Partikeln, sich eine höhere Mischzeit und eine höhere Leistungsaufnahme ergeben. Außerdem darf der Feststoffmischer nur teilgefüllt sein, damit genügend Bewegungsspielraum für das mischende Schüttgut vorhanden ist. Eine schnelle und intensive Durchmischung der Flugasche mit Wasser wird mit einem Intensivmischer mit bewegten Mischwerkzeugen und bewegten Behältern für eine sehr gute Materialumwälzung erreicht. [13, S. 228-229]

### 3.4.2 Trocknung

Das thermische Grundverfahren der Trocknung wird eingesetzt, um Flüssigkeit von der Flugasche abzutrennen. Überwiegend handelt es sich um das Entfernen von Wasser. Beim Trocknen von festen Stoffen handelt es sich um den Übergang vom flüssigen in den gasförmigen Aggregatzustand der gebundenen Flüssigkeit. Dafür können zwei Methoden verwendet werden: Erhöhung der Temperatur oder die Senkung des Partialdrucks der feuchten Komponente in der Umgebung des Feststoffes. Für die Methode der Druckabsenkung wird eine Vakuum- oder Gefriertrocknung angewendet. Bei der Erhöhung der Temperatur wird Wärme zugeführt. Dies soll die Flüssigkeit in den dampfförmigen Zustand überführen und den Dampf vom getrockneten Schüttgut abführen.

Das Trocknen kennzeichnet sich durch den gleichzeitigen Ablauf der Wärme- und Stoffübertragung. Es liegt eine Oberflächenverdunstung vor, wenn bei größeren Feuchten viel Flüssigkeit in den Poren vorhanden ist. Die Kapillarwirkung zieht die Flüssigkeit an die Oberfläche des Feststoffs, wodurch die Oberfläche feucht gehalten wird und die Feuchtigkeit an der Oberfläche verdunstet. Bei geringeren Feuchten tritt dieser Prozess nicht mehr ein. Eine entscheidende Rolle spielen die Transportvorgänge der teils kondensiert, teils dampfförmig vorliegenden Flüssigkeit in den Poren des Feststoffes. Für die feuchte Flugasche wird eine Trocknung mittels Wärmezufuhr gewählt. [18, S. 533]

### 3.4.3 Zerkleinerung

Bei der Zerkleinerung wird gezielt die Größe der Partikeln, aus denen der Stoff besteht, verändert. Die von außen aufgebrachten Kräften bewirken im Inneren der Partikel so große Spannungen, dass der Zusammenhalt des Stoffes durch Brüche zerstört wird. Durch einen Zerkleinerungsvorgang wird das Ausgangsmaterial in eine feinere Körnung überführt. [12, S. 2]

Im Fall der getrockneten Flugasche werden die durch die Trocknung entstandenen Agglomerate aufgebrochen und zerkleinert. Die Agglomerate besitzen eine geringe Festigkeit und lassen sich durch geringe Belastungen zerstören. Zur Bestimmung der Beanspruchungsart wird zwischen folgenden Beanspruchungen differenziert: [19, S. 47-48]

- **Druckbeanspruchung:** Zerkleinerung durch Zerdrücken des Materials
- **Schneidbeanspruchung:** Material erfährt durch gegenläufige Messer eine Zerkleinerung
- **Schlagbeanspruchung:** Material wird durch zwei Festkörperflächen und hoher Beanspruchungsgeschwindigkeit zerkleinert
- **Reibbeanspruchung:** Material wird durch wirkende Druck- und Schubkräfte zerkleinert
- **Prallbeanspruchung:** Material erfährt eine Beschleunigung und kollidiert mit einer ruhenden oder bewegten Arbeitsfläche oder anderen Partikeln

Die genannten Beanspruchungsarten bewirken auf unterschiedliche Weise ein Bruch des Aufgabeguts. Für die Zerkleinerung der Agglomerate mit geringer Festigkeit ist die Prallbeanspruchung ein bewährtes Verfahren und wird vereinfacht mit der Wirbelschicht erzeugt.

Die Wirbelschicht beruht auf dem Verfahrensprinzip der Fluidisation und besteht darin, dass ein Schüttgut von einem aufwärtsgerichteten Fluidstrom von unten durchströmt wird. Dadurch wird das Schüttgut in einen flüssigkeitsähnlichen Zustand versetzt, sofern der Volumenstrom des Fluides einen bestimmten Grenzwert erreicht hat. Dieser Mechanismus sorgt für eine konstante Umwälzung und Durchmischung des Partikelkollektives. [13, S. 92, 20, S. 637]

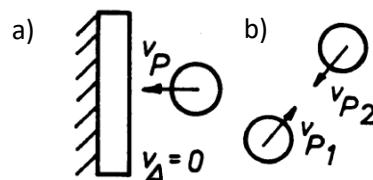


Abbildung 24: Prallvorgang zwischen a) Partikeln und Wand; b) Partikeln und anderen Agglomeraten [19, S. 48]

Die Agglomerate in der Flugasche werden durch die hohe Gasgeschwindigkeit mitgerissen und durch den Zusammenprall mit anderen Agglomeraten, Partikeln oder der Wirbelschichtwand aufgebrochen. Die Prallbeanspruchung ist in Abbildung 24 vereinfacht dargestellt. Diese Kollisionen entstehen durch die turbulente Strömung in der Wirbelschicht.

## 4 Material und Methoden

In diesem Kapitel werden die Methoden und Messgeräte, die im Rahmen dieser Arbeit zum Einsatz kommen, beschrieben. Die Bestimmung der Schüttguteigenschaften dient der Charakterisierung und Abschätzung der Einflüsse auf das Fließverhalten der Flugaschen. Sie werden in dieser Arbeit als Vorversuche bezeichnet. Die verwendeten Messgeräte und die entsprechende Messprozedur der Vorversuche werden zuerst vorgestellt. Im Anschluss folgen detaillierte Beschreibungen des Aufbaus, der Kalibrierung und der Durchführung des Ringschergerätes zur Messung von Fließorten. Schließlich werden weitere verwendeten Geräte für den Hauptversuch beschrieben. Dazu zählt zum einen der Intensivmischer zum Mischen von Flugasche und Wasser. Zum anderen der Trockenschrank, um die Feuchte aus der Flugasche zu entfernen und genügend Ausgangsmaterial für den letzten Scherversuch bereit zu stellen und die Wirbelschicht, zum Auflösen der Agglomerate.

### 4.1 Experimentelle Voruntersuchung

#### Schüttdichtemessung

Um die Schüttdichte  $\rho_{b0}$  zu ermitteln, wird zuerst die Masse des leeren Messzylinders  $m_0$  ermittelt und die Flugasche wird hineingegeben, ohne sie dabei zu verdichten. Die Masse des mit Flugasche gefüllten Messzylinder  $m_3$  wird bestimmt. Aus dem Volumen der Schüttung  $V_{ges}$  und der Differenz aus der Masse des gefüllten Messzylinders  $m_3$  und der Masse des leeren Messzylinders  $m_0$  wird die Schüttdichte  $\rho_{b0}$  berechnet: [21]

$$\rho_{b0} = \frac{m_3 - m_0}{V_{ges}} \quad (13)$$

#### Gaspyknometer

Die Bestimmung der Feststoffdichte erfolgt mit dem Gaspyknometer von POROTEC. Die Abbildung 25 stellt das Funktionsprinzip des Gaspyknometers dar.

Zu Beginn der Messung werden die Referenzkammern  $V_r 1$ ,  $V_r 2$  und die Probekammer  $V_k$  mit dem Messgas Stickstoff durchströmt, damit die Luft aus den Kammern verdrängt wird. Über das Eingangsventil 1 werden die Referenzkammern mit dem Messgas befüllt. Anschließend wird der Druck auf 2 bar erhöht. Aufgrund der Druckerhöhung kann das Messgas in die Hohlräume der Probe eindringen. Über einen Vergleich mit den zwei Referenzkammern kann das reale Volumen der Probe durch die allgemeine Gasgleichung errechnet werden. Das Messgas darf weder mit dem Schüttgut reagieren noch an diesem adsorbiert werden. Für die meisten Anwendungsfälle wird Helium als Messgas verwendet. Die Masse der Probe wird vor oder nach der Volumenmessung mit einer Analysewaage bestimmt. Zur Ermittlung der Feststoffmasse wird die Analysewaage von Ohaus Adventure Scale verwendet. [22, 23]

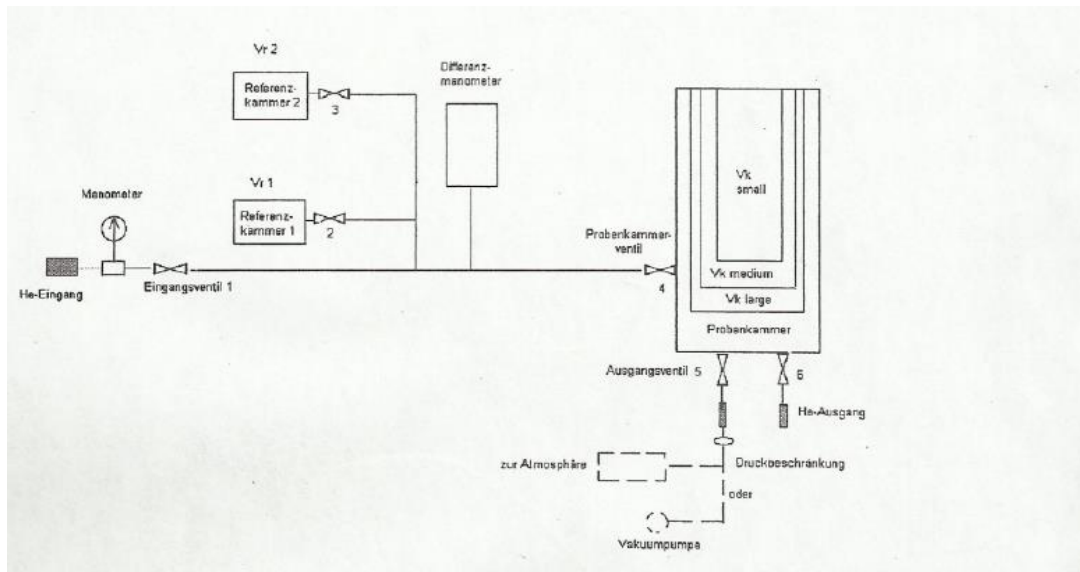


Abbildung 25: Funktionsprinzip des Gaspiknometers [23]

### Stampfvolumeter

Die Stampfdichte  $\rho_t$  bzw. das Stampfvolumen wird mithilfe des Stampfvolumeters STAV II der Firma J. Engelsmann AG bestimmt. Das Stampfvolumeter in Abbildung 26 besteht im Wesentlichen aus einer Nockenwelle, einem Messzylinder und einer in axialer Richtung beweglichen Plattform. Mit der elektronischen Steuereinheit lassen sich vorprogrammierte Standardprogramme oder individuelle Klopfzahlen einstellen. Zu Beginn der Messung rotiert die Nockenwelle und der Führungsstempel hebt sich um etwa 3 mm. Nach einer Umdrehung der Nockenwelle wird der Führungsstempel auf den Amboss fallen gelassen und erzeugt somit einen ‚Stampfer‘.

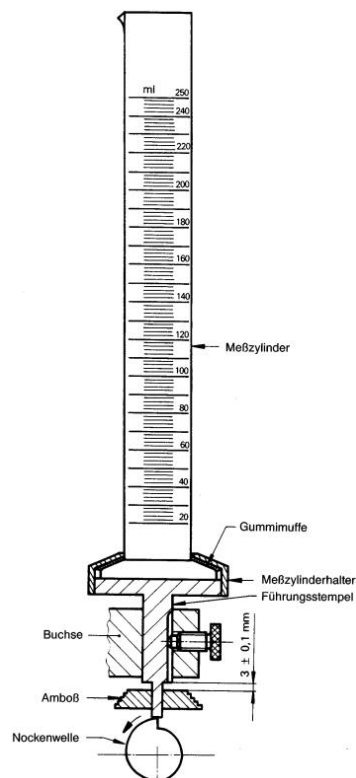


Abbildung 26: Darstellung eines Stampfvolumeters zur Bestimmung der Stampfdichte [24]

Vor der Messung wird die Leermasse des Messzylinders  $m_0$  bestimmt. Für die Messung wird die Flugasche in den Messzylinder gefüllt und die Masse des gefüllten Messzylinders  $m_3$  wird gemessen. Anschließend wird der Messzylinder befestigt und die Nockenwelle wird in Bewegung gesetzt. Nach den eingestellten 1250 Umdrehungen kann das Volumen  $V_{ges}$  abgelesen werden. Der Vorgang wird wiederholt bis sich das Volumen nicht weiter verringert. [24]

$$\rho_t = \frac{m_3 - m_0}{V_{ges}} \quad (14)$$

#### Digitalmikroskop

Die Partikelform des Schüttgutes wird mit einem Digitalmikroskop VHX-7000 von KEYENCE untersucht. Das Digitalmikroskop ermöglicht eine hochauflösende 4K-Mikroskopie und ist mit einem Schatteneffekt-Modus ausgestattet. Dieser Modus basiert auf einer Kombination aus speziell entwickelten, hochauflösenden Objektiven und einer leistungsstarken Beleuchtung. Dadurch ist es möglich die Partikel der Flugasche in Farbe zu betrachten und sie durch Beleuchtungsvarianten aus verschiedenen Richtungen zu analysieren. Das Mikroskop kann eine Probe von 20-facher bis 6000-facher Vergrößerungen untersuchen. [25] Für die Untersuchung werden die Flugaschen fein verteilt auf einen Glasträger aufgetragen und unter dem Mikroskop untersucht. Die Auswertung der Aufnahmen erfolgt über einen Computer mit der jeweiligen Software.

#### Laserbeuger

Die Partikelgrößenverteilung der Flugaschen wird durch die Laserbeugung bestimmt (Kapitel 3.3.3). Dazu wird das Messgerät BECKMAN COULTER LS 13 320 eingesetzt. Die Bestimmung der Partikelgrößenverteilung erfolgt über zwei verschiedene Dispergiersysteme und wird in Luft und Wasser und mit und ohne Ultraschall gemessen. Dafür werden Proben aus beiden Flugaschen entnommen und der jeweiligen Messzone zugeführt. Für jede Partikelgrößenverteilung werden je drei Messungen durchgeführt. Die Daten werden anschließend mit einem Computer ausgewertet. Die zugehörige Analysesoftware berechnet anschließend die Partikelgrößenverteilung. Gemessen werden die Partikelgrößen von 0,375 bis 2000  $\mu\text{m}$ .

#### Feuchtebestimmer

Mithilfe einer thermogravimetrischen Messung mittels Halogen-Feuchtebestimmer von KERN wird die Feuchte in den Flugaschen ermittelt.

Für die Messung werden Proben von je 2 bis 3 g aus den Flugaschen entnommen und gleichmäßig und dünn auf der Waagschale verteilt. Die Probe wird mit der integrierten Waage gewogen und erwärmt. Das aktuelle Gewicht wird kontinuierlich gemessen und die Trocknung wird beendet, wenn keine Gewichtsveränderung verzeichnet wird. Die Feuchte  $w$  berechnet sich dann aus dem Quotienten des Gewichtsverlustes  $m_V$  und dem Gewicht vor der Trocknung  $m$ .

$$w = \frac{m_V}{m} \cdot 100 \quad (15)$$

Für die Ermittlung der Grundfeuchte der Flugaschen werden je drei Messungen mit einer Trocknungstemperatur von 120 °C und 200°C durchgeführt.

## 4.2 Scherzelle

### 4.2.1 Beschreibung des Gerätes

Zum Messen der Fließfähigkeit und weiteren Fließeigenschaften wird auf das manuelle Ringschergerät RST-01.01 zurückgegriffen. Das Ringschergerät gehört zu der Gruppe der Rotationsschergeräte und bietet den Vorteil, dass der Scherweg nicht begrenzt ist. Die folgende Abbildung 27 verdeutlicht den Aufbau des Ringschergerätes.

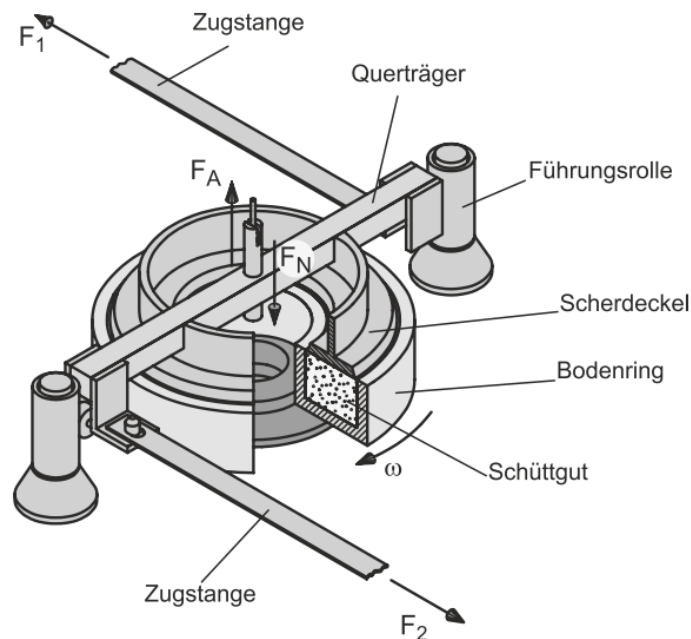


Abbildung 27: Aufbau eines Ringschergerätes [1, S. 108]

Das Schüttgut befindet sich im Unterteil des Ringschergerätes im sogenannten Bodenring. Dieser kann ein Probenvolumen von  $900 \text{ cm}^3$  aufnehmen. Auf dem Schüttgut liegt der Scherdeckel, welcher mit einem Querträger verbunden ist. An diesem Querträger befinden sich wiederum parallele Zugstangen, die mit je einem Kraftaufnehmer verbunden sind. Zum Scheren der Schüttgutprobe dreht sich der Bodenring langsam mit einer Winkelgeschwindigkeit  $\omega$ . Der Scherdeckel wird durch die Zugstangen am Drehen gehindert. Damit sichergestellt werden kann, dass die Scherverformung nicht zwischen Scherdeckel und Schüttgut oder zwischen Bodenring und Schüttgut stattfindet, ist der Scherdeckel auf der Unterseite sowie der Boden des Bodenrings rau. Der Scherdeckel hat auf der Unterseite ins Schüttgut ragende Stege, sogenannte Mitnehmer und der Boden am Bodenring hat kleine Aussparungen. Die wirkenden Kräfte in den Zugstangen  $F_1$  und  $F_2$ , die das Mitdrehen verhindern, werden gemessen. Die Summe der beiden Kräfte ist die Scherkraft  $F_S$  und wird als Spannung  $U$  in  $V$  aufgezeichnet. Der aufgenommene Spannungsverlauf stellt repräsentativ den Verlauf der Schubspannung dar. Durch die zwei seitlichen Führungsrollen und die zwei Führungsstangen wird der Scherdeckel in der horizontalen Position gehalten. [1, S. 108, 10, S. 1162]

Vorteilhaft bei dieser Konstruktion ist, dass der Scherdeckel bei ungleichmäßiger Füllung des Bodenringes leicht aus der horizontalen Lage kippen kann und dafür sorgt, dass die Probe gleichmäßig belastet wird. Ein weiterer Vorteil bietet die Entnahme des Bodenringes mit Deckel, was das Befüllen der Scherzelle vereinfacht.

Der mit dem Deckel verbundene Querträger wird von einer vertikal nach unten gerichteten Normalkraft  $F_N$  belastet und gleichmäßig auf das Schüttgut verteilt. Abbildung 28 zeigt unterhalb der Scherzelle der mit dem Querträger verbundene Hänger (1). Zum Einstellen der Normalkraft werden die Ge-



wichtsstücke auf den Hänger gelegt. Die Gewichtskräfte von Scherdeckel, Hänger, Querträger und Zugstangen müssen über eine nach oben gerichtete Ausgleichskraft  $F_A$  durch ein Gegengewicht kompensiert werden.

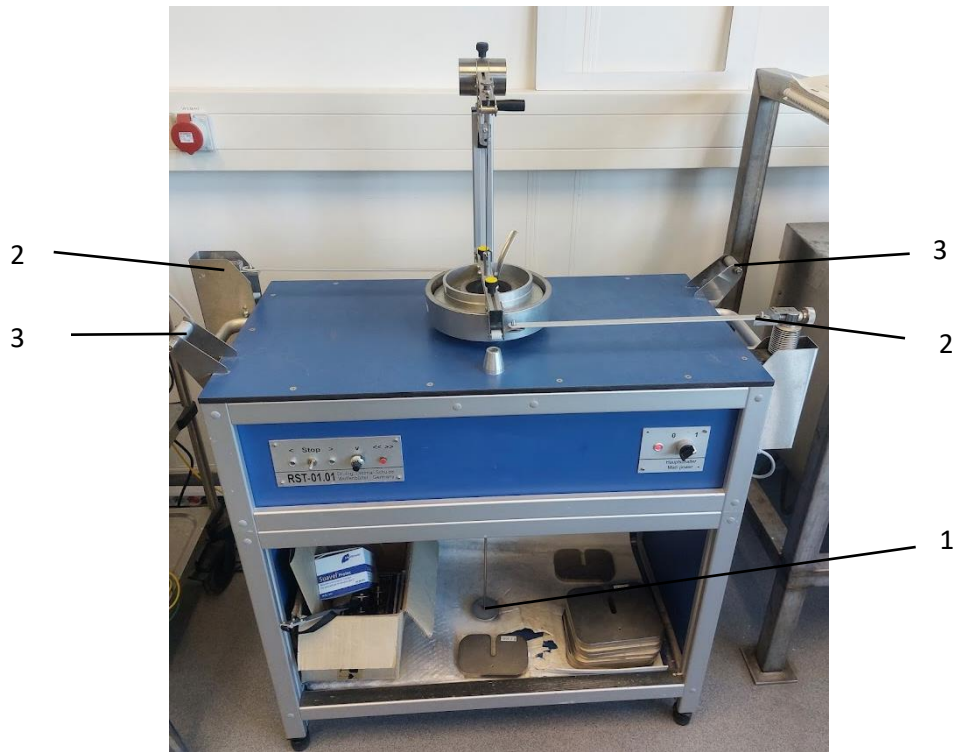


Abbildung 28: Ringschergerät RST-01.01

Die gemessene Spannung wird kontinuierlich über die Zeit mittels einer Messwerterfassungsanlage aufgenommen. Die vertikale Position des Scherdeckels wird mit der digitalen Messuhr Mitutoyo Absolute bestimmt. Über die Absenkung des Deckels kann somit aus dem Probenvolumen und der bekannten Masse des eingefüllten Schüttgutes die mittlere Schüttgutdichte  $\rho_b$  ermittelt werden. Die Schüttgutdichte ist nach dem Ansicheren wichtig für die Auswertung des Fließortes, denn sie kann der Verfestigungsspannung beim stationären Fließen zugeordnet werden. [1, S. 109, 10, S. 1162]

#### 4.2.2 Kalibrierung des Gerätes

Für die Bestimmung des Umrechnungsfaktors der gemessenen Spannung  $U$  in V in die Scherkraft  $F_S$  in kg für die Konstruktion der Fließorte mit der Software RSV 95 wird eine Kalibrierung des Ringschergeräts durchgeführt. Die gesetzliche Einheit für Kräfte sind N. Dennoch werden mit Waagen in der Regel Massen in kg und nicht Gewichtskräfte in N ermittelt. Kraftaufnehmer sind meistens so kalibriert, dass die Werte in kg gemessen werden. Folglich wird die Einheit in kg oft als ein Maß für eine Kraft verwendet. [26]

Die Kalibrierung der Kraftaufnehmer in die Krafrichtung wird nacheinander durchgeführt. An dem seitlichen Kraftaufnehmer (2) wird eine einseitige Vorrichtung angehängen und über die Führungsrolle (3) an der gegenüberliegenden Seite am Messtisch übergelegt (Abbildung 28). Der Kraftaufnehmer wird über die Vorrichtung mit 4 kg belastet und die Spannungsaufnahme startet. Nach der Kalibrierung beider Kraftaufnehmer resultiert die folgende Spannungsaufnahme in Abbildung 29:

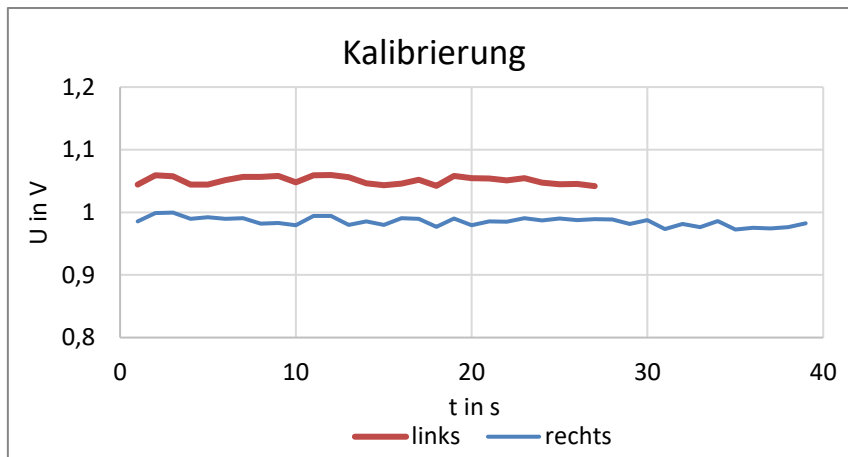


Abbildung 29: Kalibrierung des Ringschergeräts

Die aufgenommene Spannung der Kraftaufnehmer und die Umrechnung von 1 V in die entsprechende Scherkraft in kg wird in Tabelle 3 dargestellt:

Tabelle 3: Ermittelter Umrechnungsfaktor aus der Kalibrierung des Ringschergeräts

	Spannung U in V	Kalibrierungslast in kg
<b>links</b>	1,0510	4
<b>rechts</b>	0,9906	4
<b>Mittelwert</b>	1,0208	4
<b>Umrechnung</b>	1	3,9184

Aus der Kalibrierung des Ringschergerätes geht hervor, dass jede gemessene Spannung von 1 V einem Gewicht von 3,92 kg entspricht, das an den Halterungen der Querträger hängt. Demzufolge werden die Scherkräfte  $F_S$  mit folgender Gleichung berechnet:

$$F_S = 3,92 \cdot U \quad (16)$$

#### 4.2.3 Durchführung des Versuches

Zur Versuchsvorbereitung wird das Schüttgut locker in den Bodenring bis zur Oberkante eingefüllt. Überschüssiges Schüttgut wird vorsichtig mit einem Spachtel entfernt indem die Probe ebenmäßig glattgestrichen wird. Darauf folgt die Ermittlung der Masse des mit Schüttgut gefüllten Bodenringes mit der Waage Sartorius CP4201. Die Scherzelle wird anschließend auf das Ringschergerät aufgesetzt. Der Scherdeckel wird auf die Schüttgutprobe gelegt und der Hänger für die Normalkraft (Auflegen der Gewichtsstücke) und der Hänger der Gewichtskraft werden an dem Scherdeckel eingehakt. Nun werden die Zugstände am Scherdeckel angebracht. Die Absenkung des Scherdeckels wird mit der digitalen Messuhr gemessen. Zur Kontrolle wird ein Gewichtsstück mit 1 oder 2 kg, je nach Normalkraft zum Anscheren, auf die Scheibe des Hängers gelegt und die Absenkung des Scherdeckels erneut abgelesen. Ist die Absenkung größer als 10 mm, so wird die komplette Versuchsvorbereitung abgebrochen und wiederholt. Zusätzliche Gewichtsstücke auf dem Hänger erzeugen die gewünschte Normalkraft  $F_N$  zum Anscheren.

Die Tabelle 4 zeigt die selbst gewählten An- und Abscherlasten zur Bestimmung von vier Fließorten und der daraus resultierenden Fließfunktion:

Tabelle 4: An- und Abscherlasten zur Bestimmung der Fließorte

Fließort Nr.	Anscherlast in kg	Abscherlast 1 in kg	Abscherlast 2 in kg	Abscherlast 3 in kg
1	5	1	2	3
2	10	2	5	8
3	15	6	9	12
4	20	8	12	16

Nun wird die Absenkung des Scherdeckels durch die aufgebrauchte Normalspannung erneut gemessen. Aus der Differenz der Absenkung von der unbelasteten Probe und der durch die Normalspannung belastete Probe wird später das Volumen für die Schüttgutdichte berechnet. Somit ist die Scherzelle vollständig vorbereitet und die Messung kann beginnen. [1, S. 108-109, 10, S. 1162-1163]

Zunächst wird das Schergerät eingeschaltet und der Bodenring dreht sich mit konstanter Geschwindigkeit mit  $v = 1 \text{ mm/min}$  im Uhrzeigersinn, während die Zugstangen den Deckel am Drehen hindern. Die Spannung  $U$  resultiert aus den gemessenen Kräften  $F_1$  und  $F_2$  in den Zugstangen und wird über die Zeit aufgezeichnet. Da die Schüttgutprobe vor der Messung keiner Belastung ausgesetzt war, handelt es sich um eine unterverfestigte Probe. Mit dem Anstieg der Spannung verfestigt sich das Schüttgut weiter, was mit einer Abnahme der Höhe der Schüttgutprobe zusammenhängt. Der Verlauf der Spannung über die Zeit bestätigt den bekannten Verlauf aus Abbildung 30 mit einer zunächst elastischen Verformung, der Verfestigung und dem stationären Fließen bei einer plastischen Verformung. Nachdem der Zustand des stationären Fließens erreicht wurde, wird die Rotation der Scherzelle ausgeschaltet und die Gewichtsstücke werden entnommen, sodass die Spannung wieder auf null absinkt. [1, S. 109, 10, S. 1163]

Nun kann der erste Abschervorgang beginnen, indem entsprechende Gewichtsstücke auf die Scheibe des Hängers platziert werden. Die Rotation der Scherzelle wird eingeschaltet und es wird abgeschert bis das Maximum im Verlauf der Spannung erkennbar ist (beginnendes Fließen in Abbildung 30). Das Maximum ist der erste Abscherpunkt und ist ein Punkt des Fließortes. Bei diesem Ringschergerät ist der Scherweg nicht begrenzt, deshalb kann das An- und Abschieren mit der gleichen Probe weitere zwei Mal wiederholt werden, bis alle gewählten Punkte des Fließortes bestimmt sind.

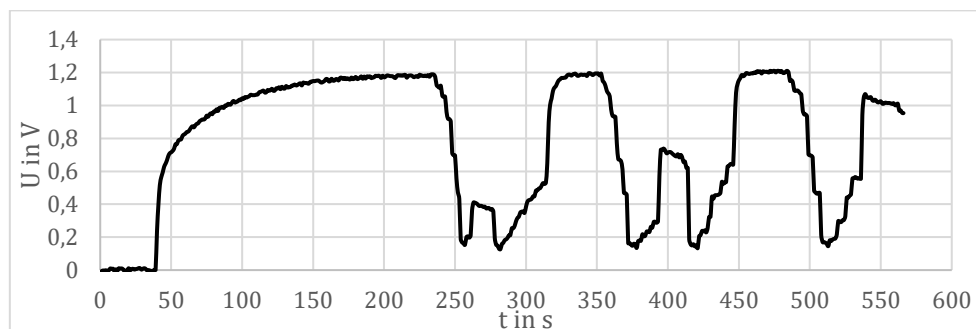


Abbildung 30: Spannungsverlauf durch An- und Abschieren mittels Ringschergerät bei Messung mehrerer Abscherpunkte einer Schüttgutprobe

### 4.3 Mischer

Zur Befeuchtung der Flugaschen wird der Intensivmischer von Eirich Typ EL1 genutzt (Abbildung 31). Der Intensivmischer besteht aus einem drehenden Mischbehälter (1) mit einem Fassungsvermögen von 1 l, der zum Befüllen und Entleeren entnommen werden kann. Einen rotierendes Wirblerwerkzeug (2) und einem feststehenden Wandabstreifer (3) befinden sich am Deckel des Mixers. Der Wandabstreifer sorgt dafür, dass die Flugasche von der Wand abgestreift wird. Das Wasser wird über den am Deckel angebrachten Schacht (4) zugegeben. Das Mischsystem kann zwischen 0°, 10°, 20° und 30° in der Neigung verstellt werden. Der Intensivmischer besitzt eine Touchscreen-Bedienung mit Anzeige der Drehzahl vom Mischwerkzeug, welche stufenlos in beide Drehrichtung von 2 bis 30 m/s regelbar ist, der Drehzahl des Mischbehälters, der Leistung des Mischwerkzeugs, der Temperatur und der Zeit. [27]



Abbildung 31: Aufbau des Eirich-Intensivmischer Typ EL1 [27]

Das Mischwerkzeug kann entweder gleichläufig oder gegenläufig zum Behälter eingestellt werden. Es ergeben sich die in Abbildung 32 dargestellten Strömungsbilder:

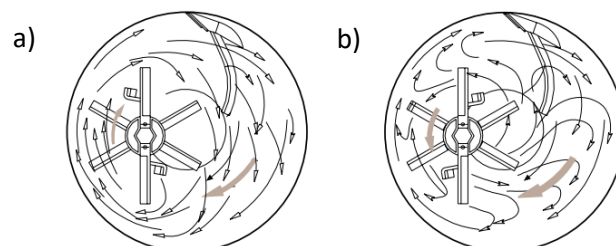


Abbildung 32: Strömungsbilder a) Werkzeug gleichläufig zum Behälter; b) Werkzeug gegenläufig zum Behälter [28]

Zum Erzielen einer hohen Mischgüte wird der Intensivmischer um 20° geneigt und Wirblerwerkzeug und Mischbehälter rotieren gegenläufig. Die Drehzahl des Mischbehälters beträgt 900 1/min.

## 4.4 Trockenofen

Zur Trocknung der Flugasche wird der Trockenschrank IKA OVEN 125 control-dry verwendet. Er kann bis zu einer Temperatur von 300 °C aufheizen. Der aus Edelstahl bestehende Innenraum hat sechs herausnehmbare Einschubböden. Die Belüftung wird über eine elektrisch verstellbare Lüftungsklappe gesteuert. Zusätzlich verfügt der Trockenschrank über 2 Displays über die alle wichtigen Prozessparameter, wie Soll- und Istwert der Temperatur, Timer, Entlüftungsklappenöffnung oder die Drehzahl des Gebläses angezeigt und eingestellt werden können. [29] Für die Trocknung wird die Flugasche gleichmäßig in einer dünnen Schicht auf einem Blech ausgebreitet. Die Trocknung erfolgt bei 105 °C für 24 Stunden.

## 4.5 Wirbelschicht

Die Wirbelschicht in Abbildung 33 besteht aus einer Druckluftquelle, die über das Handventil reguliert wird. Die Luft wird über einen Schwebekörper-Durchflussmesser von unten in den Fluidisiertopf geleitet. Am unteren Ende des Fluidisiertopfes befindet sich ein halbdurchlässiges Gewebe, welches dem Fluid ermöglicht, das Gewebe zu durchströmen ohne, dass das Schüttgut nach unten gelangt. Über dem Fluidisiertopf saugt eine Absaugung die freiwerdenden Stäube direkt ab. [30]

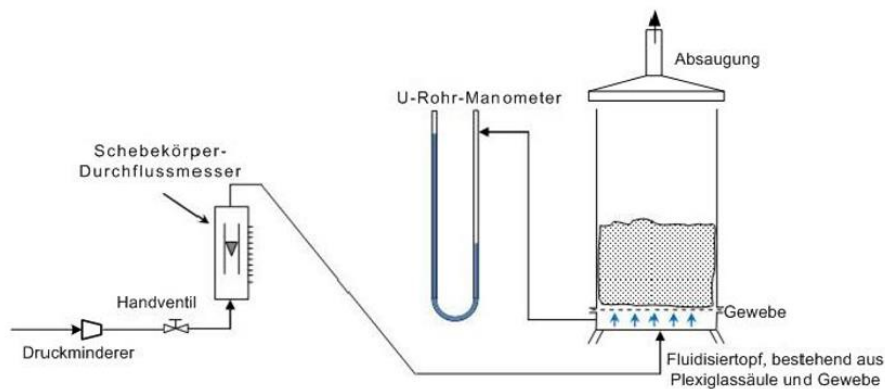


Abbildung 33: Schematischer Aufbau der Wirbelschicht [30]

Die Wirbelschicht wird mit der getrockneten Flugasche gefüllt. Anschließend wird der Volumenstrom über die Zufuhr der Druckluft erhöht, sodass die Flugasche eine Durchmischung erfährt. Durch die Gasströmung prallen die die Partikel gegen benachbarte Kontaktflächen und Agglomerate zerbrechen. Die Zufuhr der Druckluft wird nach einer Sichtkontrolle, bei der keine Agglomerate zu erkennen sind, reduziert.

## 5 Experimentelle Vorgehensweise

In diesem Kapitel wird die Versuchsdurchführung des Hauptversuches beschrieben und gliedert sich in zwei Abschnitte. Der erste Abschnitt beschreibt die Vorgehensweise zur Reproduzierbarkeitsmessung der Scherversuche durch wiederholtes Bestimmen von Fließorten bei gleicher Anscherlast. Im zweiten Abschnitt folgt die Beschreibung der Durchführung der homogenen Befeuchtung durch Mischprozesse, die Trocknung und das Auflösen der Agglomerate durch die Wirbelschicht. Das Ziel ist das Konstruieren der Fließfunktionen der trockenen und feuchten Flugaschen. Aus dem Vergleich der Fließfunktionen können Aussagen bezüglich des Fließverhaltens unter Einfluss der Feuchte getroffen werden. Die ursprünglich vorgesehene BKF erwies sich für die Konstruktion der Fließfunktionen als nicht geeignet. Die Ursache hierfür wird im Kapitel 6.2 näher erläutert.

### 5.1 Reproduzierbarkeit der Scherversuche

In dem ersten Teil werden Scherversuche mit den trockenen Flugaschen mit einer Anscherlast von 10 kg und den entsprechenden Abscherlasten aus Tabelle 4 durchgeführt, um die Reproduzierbarkeit der Ergebnisse zu prüfen. Danach werden drei weitere Punkte der Fließfunktion bestimmt, indem für jeden Punkt der Fließfunktion drei Scherversuche mit den entsprechenden An- und Abscherlasten aus Tabelle 4 ausgeführt werden. Aus den drei Fließorten mit der jeweiligen Anscherlast wird die mittlere Verfestigungsspannung und die mittlere Druckfestigkeit gebildet, um so einen Punkt der Fließfunktion zu konstruieren. Die Scherversuche werden wie in Kapitel 4.2.3 beschrieben durchgeführt.

Die aufgenommene Spannung wird über die Zeit während des Scherversuches über eine Messwerterfassungsanlage aufgezeichnet. Aus dem  $U, t$ -Diagramm werden die Spannungen für die An- und Abscherkräfte ermittelt. Die Spannung beim Anscheren wird aus den drei Mittelwerten der konstanten Spannung berechnet. Für die Abscherkraft wird jeweils das Maximum der Spannung bestimmt. Die ermittelten Spannungen der An- und Abschervorgänge werden mit dem erfassten Umrechnungsfaktor aus der Kalibrierung in die Scherkraft umgerechnet.

Diese Werte werden zusammen mit der Masse des mit Schüttgut gefüllten Bodenringes, die Absenkung des Scherdeckels beim Anlegen der Anscherlast und die An- und Abscherlasten in die Software RSV 95 übertragen. Diese Software konstruiert aus diesen Angaben den Fließort in Abhängigkeit der Verfestigungsspannung mit den zugehörigen Mohrschen Spannungskreisen. Aus den Mehrfachmessungen bei gleicher Anscherlast kann auf die Reproduzierbarkeit der Scherversuche geschlossen werden.

### 5.2 Scherversuche mit feuchter Flugasche

Im zweiten Teil des Hauptversuches wird die Vorgehensweise zur Bestimmung der Fließfunktion der SKF bei einer äußeren Feuchte von 3 % beschrieben. Dafür werden vier Fließorte bei verschiedenen Verfestigungsspannungen mit der feuchten Flugasche gemessen.

Um die Feuchte im Schüttgut auf 3 % zu erhöhen, muss zuerst die Grundfeuchte  $w_{ist}$  in der SKF bestimmt werden. Die Feuchte wird bei einer Trocknungstemperatur von 120 °C und 200 °C bestimmt. Anhand der Grundfeuchte  $w_{ist}$  und der bekannten Masse  $m$  der Flugasche, die im Intensivmischer gemischt werden soll, kann die Trockenmasse  $m_T$  und die Wassermasse bzw. das Volumen  $V_W$  berechnet werden, welche zugeführt werden muss, um eine Endfeuchte von  $w_{soll} = 3\%$  zu erhalten.

$$m_T = m \cdot (1 - w_{ist}) \quad (17)$$

$$V_W = m_T \cdot w_{soll} - m_T \cdot w_{ist} \quad (18)$$

Über den am Deckel angebrachten Schacht wird mit einer Spritzflasche die berechnete Wassermenge der Flugasche während des Mischvorgangs zugeführt. Die entsprechenden Versuchsparameter für den Mischprozess sind in der Tabelle 5 aufgelistet.

Tabelle 5: Versuchsparameter für den Mischprozess der Steinkohleflugasche

Hauptversuch Nr.	Masse in g	Mischzeit in s	Wassermasse in ml	
			berechnet	tatsächlich
1	1151,0	900	24	26
2	1150,6	900	24	24
3	1151,0	1500	24	30
4	1128,6	1200	23	28

Nach einem Mischvorgang von 300 s werden der Flugasche drei repräsentative Proben entnommen, um die mittlere Feuchte zu bestimmen. Liegt die Feuchte unter 3 % so wird die fehlende Menge an Wasser erneut berechnet und während des Mischens zugegeben. Die tatsächlich zugeführte Wassermasse ist teilweise größer als die berechnete. Die Ursache für die Abweichung liegt in der Verdunstung einer geringfügigen Wassermenge während des Mischprozesses sowie geringe Wassermengen, die bei der Zugabe nicht vollständig in den Mischbehälter bzw. in die Flugasche gelangen. Abbildung 34 zeigt die angefeuchtete Steinkohleflugasche nach dem Mischprozess:



Abbildung 34: Steinkohleflugasche mit 3 % Feuchte nach dem Mischprozess

Abbildung 35 verdeutlicht, dass sich aufgrund der erhöhten Feuchte vermehrt Agglomerate bilden und die Festigkeit in der SKF dadurch deutlich zunimmt. Zur Bestimmung der Fließeigenschaften wird die feuchte Flugasche locker in die Scherzelle gefüllt und der Scherversuch wird wie in Kapitel 4.2.3 beschrieben durchgeführt (Abbildung 35).



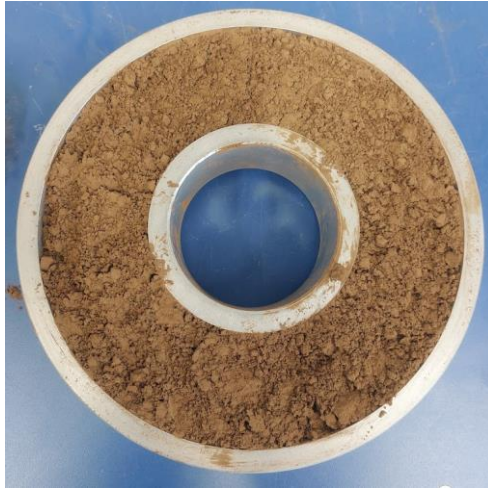


Abbildung 35: Bodenring mit feuchter Steinkohleflugasche vor dem Scherversuch

Wie in Kapitel 5.1 werden aus dem  $U, t$ -Diagramm die Werte für die An- und Abscherkräfte ermittelt und mit den weiteren Parametern in die Software RSV 95 übertragen. Nach dem Scherversuch werden erneut drei Proben zur Bestimmung der Feuchte entnommen. Die Ergebnisse werden mit den Feuchten vor dem Scherversuch verglichen, um die Auswirkungen des Scherversuches auf die Feuchte zu identifizieren. Nach dem dritten Scherversuch wird die feuchte Flugasche ebenmäßig auf einem Blech verteilt, um sie dann bei 105 °C für 24 h im Trockenschrank zu trocknen. Die folgende Abbildung 36 zeigt die Steinkohleflugasche nach der Trocknung im Trockenofen:



Abbildung 36: Steinkohleflugasche nach Trocknung

Nach der Trocknung wird die Flugasche in die Wirbelschicht gegeben und mit einem Volumenstrom von 3000 l/h durchströmt, um die durch die Trocknung entstandenen Agglomerate zu zerkleinern. Die Abschaltung der Wirbelschicht erfolgt durch Sichtkontrolle und ist als beendet anzusehen, sobald keine Agglomerate mehr vorhanden sind. Nach der Probenentnahme zur Bestimmung der Feuchte in der Flugasche wird ein Scherversuch mit der getrockneten Flugasche durchgeführt, um die Auswirkungen der Trocknung auf die Fließeigenschaften zu ermitteln. Die Versuchsdurchführung für den vierten Fließort erfolgt mit der getrockneten Flugasche.



## 6 Ergebnisse und Diskussion

In diesem Kapitel werden anhand der Versuchsdurchführungen erzielte Ergebnisse vorgestellt und bewertet. Die Werte und Parameter werden graphisch und tabellarisch dargestellt, um sie visuell vergleichen zu können. Für die Nachvollziehbarkeit folgen anschließend die Auswertungen der Ergebnisse. Aus den Erkenntnissen der Vorversuche können Rückschlüsse auf das mögliche Fließverhalten der Flugaschen gezogen werden, weshalb sie ebenfalls berücksichtigt werden. Über die Ergebnisse der Reproduzierbarkeitsmessungen kann die Wiederholbarkeit der Messungen unter gleichen Bedingungen abgeleitet werden. Schließlich folgt ein Vergleich der Fließfunktionen, um das tatsächliche Fließverhalten bei unterschiedlichen Feuchten zu bewerten.

### 6.1 Vorversuche

#### 6.1.1 Dichten

Die Schütt-, Stampf- und Feststoffdichte der SKF und BKF wurden jeweils drei Mal bestimmt. Die Ergebnisse der Einzelmessungen sind in Anhang A aufgeführt. Tabelle 6 zeigt die Mittelwerte der Einzelmessungen, welche mit dem relativen Fehler angegeben werden.

Tabelle 6: Ermittelte Schüttgutedichten, Stampfdichte und Feststoffdichte für die Stein- und Braunkohleflugasche

	Steinkohleflugasche	Braunkohleflugasche
$\rho_s$ in $kg/m^3$	$2736,5 \pm 0,004$	$2459,6 \pm 0,004$
$\rho_t$ in $kg/m^3$	$1608,4 \pm 0,4$	$1197,1 \pm 0,4$
$\rho_{b0}$ in $kg/m^3$	$1124,1 \pm 0,8$	$853,1 \pm 1,0$

Aus den Ergebnissen der Stampf- und Schüttdichten sind die Messungen als genau zu betrachten. Die Messung der Feststoffdichte ist anhand des sehr geringen relativen Fehlers als sehr genau zu bewerten.

Die Feststoffdichte der SKF liegt im Vergleich zum Literaturwert leicht höher als der angegebene Bereich von  $2000 - 2500 kg/m^3$ . [8] Allerdings bezieht sich dieser Literaturwert nur auf die Untersuchung der SKF von deutschen Kraftwerken. Die Feststoffdichte der BKF ist niedriger als der Literaturwert von  $2650 kg/m^3$ . [7]

Diese Abweichungen resultieren daraus, dass nicht jede Flugasche die gleiche Zusammensetzung aufweist und je nach Ausgangsmaterial und Verbrennungsanlage variiert. Es ist anzunehmen, dass die Variation auf die Hauptbestandteile  $SiO_2$  und  $Al_2O_3$  zurückgeht.

Um die ermittelten Schüttdichten der SKF und der BKF zu vergleichen, werden die Schüttdichten aus dem Scherversuch herangezogen. In der Abbildung 37 ist die Funktion der Schüttdichte der SKF in Abhängigkeit der Verfestigungsspannung visualisiert.

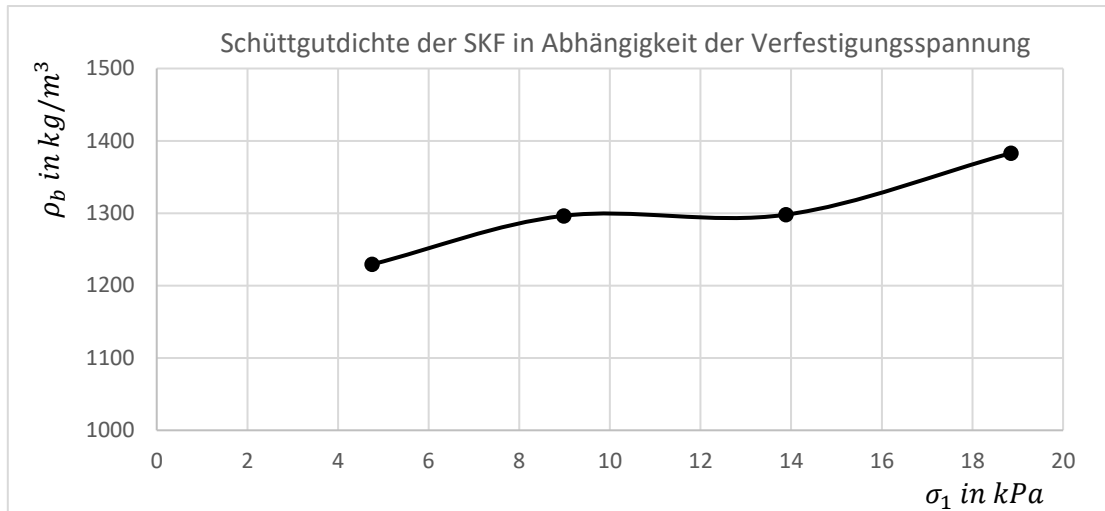


Abbildung 37: Schüttgutedichte der Steinkohleflugasche in Abhängigkeit der Verfestigungsspannung aus Scherversuchen

Aus Abbildung 37 geht hervor, dass mit zunehmender Verfestigungsspannung die Schüttgutedichte ansteigt. Je größer die Verfestigungsspannung ist, um das Schüttgut zu verdichten, desto mehr werden die Partikel aneinandergedrückt und es entstehen mehr Partikelkontakte pro Volumen. Dadurch steigt die innere Reibung und die Schüttgutedichte an. Die Verdichtbarkeit der SKF in Abhängigkeit der Verfestigungsspannung ist in Tabelle 7 dargestellt.

Tabelle 7: Schüttgutedichte der Steinkohleflugasche aus Scherversuchen

Fließort Nr.	1	2	3	4
$\sigma_1$ in kPa	4,75	8,98	13,89	18,85
$\rho_b$ in kg/m <sup>3</sup>	1229	1297	1298	1383
Verdichtbarkeit in %	9,3	15,3	15,5	23,0

Die Verdichtbarkeit ist ausgehend von der Schüttdichte  $\rho_{b0}$  berechnet. Die SKF verzeichnet einen Anstieg der Verdichtbarkeit über die Verfestigungsspannung.

Die Werte der Schüttdichten aus den Scherversuchen (Tabelle 7) sind im Vergleich zu der Stampfdichte der SKF (Tabelle 6) geringer. Das liegt daran, dass die Schüttdichte durch die Verfestigung bestimmt wird und die Stampfdichte die Masse eines bestimmten Volumens beschreibt, das durch Stampfen maximal verdichtet wurde.

Aus den gemittelten Werten der Schüttdichte und der Stampfdichte kann der Kompressibilitätsindex  $K_I$  und die Hausnerzahl  $H$  bestimmt werden. Für die SKF und BKF gelten:

Tabelle 8: Kompressibilitätsindex  $K_I$  und Hausnerzahl  $H$  der Steinkohle- und Braunkohleflugasche

	Steinkohleflugasche	Braunkohleflugasche
$K_I$ in %	30,1	28,7
$H$	1,43	1,40

Beide Flugaschen weisen ein ähnlichen Kompressibilitätsindex auf und lassen sich ausgehend von einer lockeren Schüttung nahezu gleich stark verdichten. Das Volumen der SKF und der BKF verringert sich durch das Stampfen um 30,1 % bzw. 28,7 %. Das Fließverhalten ist sowohl nach dem Kompressibilitätsindex als auch nach der Hausnerzahl als schlecht einzustufen. [31]

### 6.1.2 Partikelgrößenverteilung

Die Partikelgrößenverteilungen sind sowohl trocken als auch in Wasser mit und ohne Ultraschall gemessen worden (Anhang B). Für die Auswertung wurden nur Partikelgrößenverteilungen in Wasser mit Ultraschall herangezogen, da durch den Ultraschall kleine Agglomerate auftrennt werden und dadurch die Messung am präzisesten ist. Die in Abbildung 38 erkennbaren mittleren Partikelgrößenverteilungen der SKF und BKF basieren auf drei Messungen mit Ultraschall in Wasser. Auf der Primärachse ist die Verteilungsdichte  $q_3(x)$  in % und auf der Sekundärachse die Verteilungssumme  $Q_3(x)$  in % dargestellt.

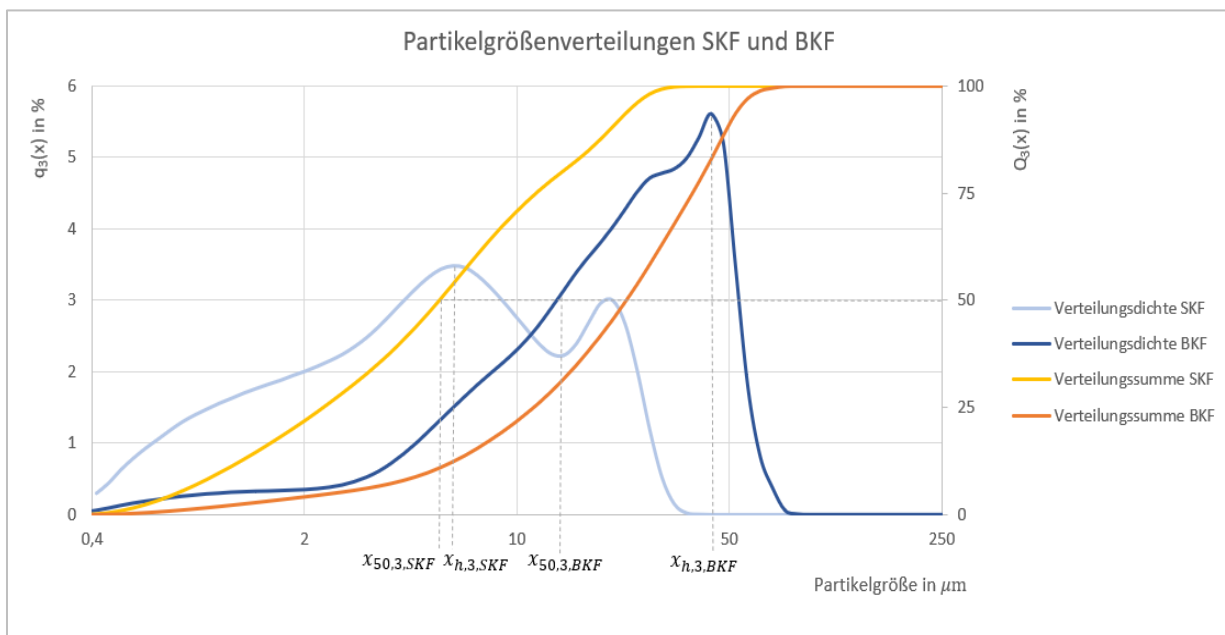


Abbildung 38: Ermittelte Partikelgrößenverteilungen von Steinkohle- und Braunkohleflugasche

Die Partikelgrößen der SKF bewegen sich zwischen 0,375 und 39,78  $\mu\text{m}$ . Die Verteilung weist 2 Maxima auf, damit ist die Verteilung bimodal. Die monomodale Verteilung der BKF erstreckt sich über den Partikelgrößenbereich 0,375 bis 83,9  $\mu\text{m}$ . Die Kennwerte der Verteilungen sind in der Tabelle 9 aufgelistet:

Tabelle 9: Kennwerte der Partikelgrößenverteilungen von Steinkohle- und Braunkohleflugasche

	Steinkohleflugasche	Braunkohleflugasche
<b>Medianwert <math>x_{50,3}</math> in <math>\mu\text{m}</math></b>	5,580	23,023
<b>Modalwert <math>x_{h,3}</math> in <math>\mu\text{m}</math></b>	6,663	44,667

Die Modalwerte zeigen, dass die meisten Partikel der BKF mehr als das 6-fache größer sind als die von der SKF. Auch das Größtkorn der BKF liegt ebenfalls deutlich über dem der SKF.

Die enge Verteilung der Kennwerte, die geringe Partikelgröße und die breite Verteilung der SKF weisen auf ein schlechtes Fließverhalten und eine höhere Festigkeit hin. Die schmalere Verteilung und die deutlich größeren Partikel der BKF sind ein Indiz für ein besseres Fließverhalten.

### 6.1.3 Partikelform

Ein weiterer Aspekt, der das Fließverhalten der beiden Flugaschen beeinflusst, ist die Partikelform und die Oberflächenstruktur. Die mikroskopische Aufnahme der Partikel der SKF in Abbildung 39 zeigt, dass die meisten Partikel kugelförmig und glasig sind. Die hellen Reflexionen auf einigen Partikeln deuten auf den Glasanteil in der SKF hin.

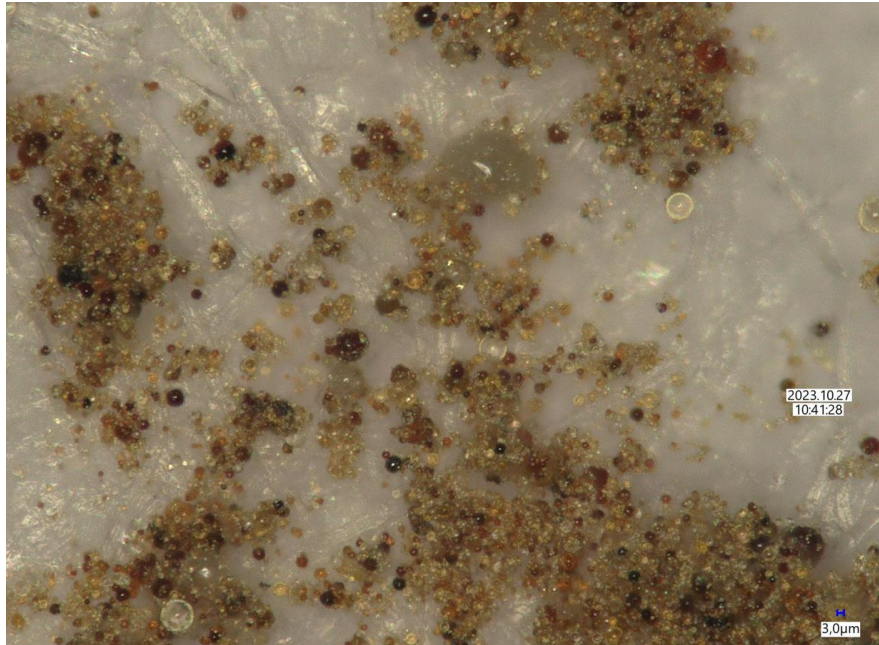


Abbildung 39: Digitalmikroskop-Aufnahme der Steinkohleflugasche (700-fache Vergrößerung)

Die Abmessungen der Einzelpartikel in Abbildung 40 verdeutlichen die Anhäufung der Partikel im Bereich zwischen 5 und 9  $\mu\text{m}$ . Diese Anhäufung entspricht dem Ergebnis der Partikelgrößenverteilung aus Kapitel 6.1.2.

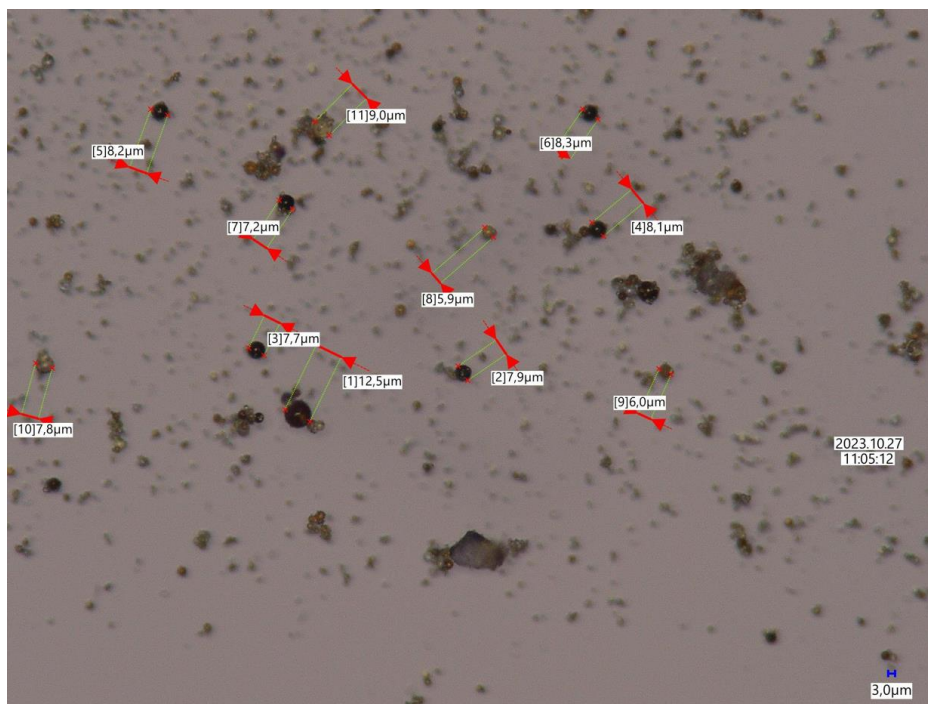


Abbildung 40: Digitalmikroskop-Aufnahme von Steinkohleflugasche mit Abmessungen von Einzelpartikeln (700-fache Vergrößerung)



In Abbildung 41 ist eine mikroskopische Aufnahme der Partikel der BKF zu sehen. Die Partikel haben im Vergleich zu der SKF eine deutlich unregelmäßigere Partikelform.

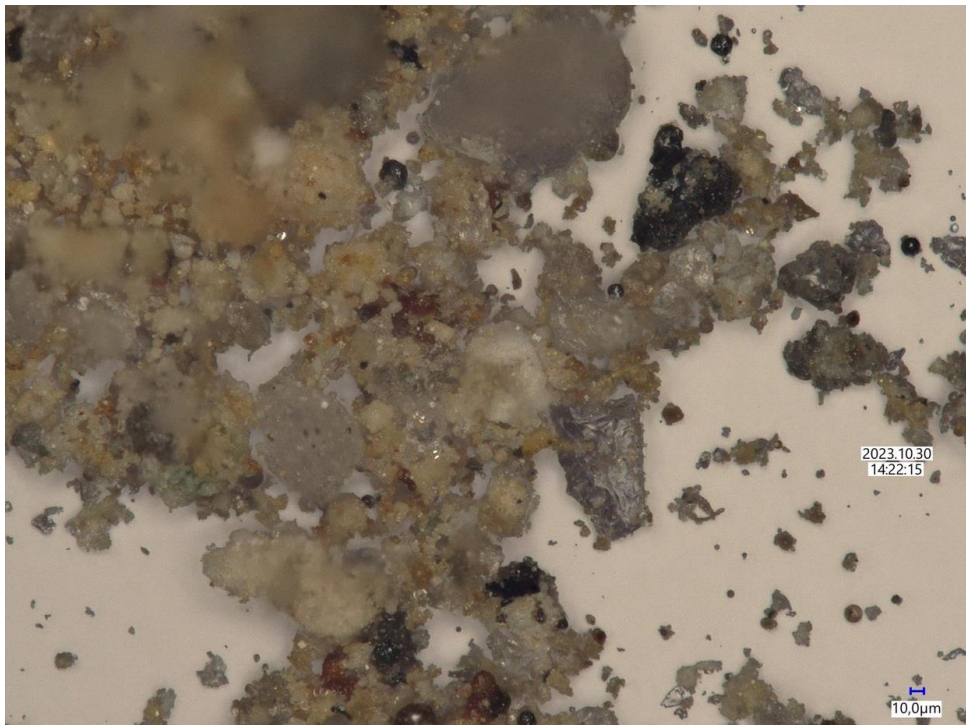


Abbildung 41: Digitalmikroskop-Aufnahme von Braunkohleflugasche (400-fache Vergrößerung)

In der Abbildung 42 ist erkennbar, dass neben den rauen und unregelmäßigen Partikeln auch wenige glatte und runde Partikel existieren, ähnlich wie bei dem Partikel mit der Bemaßung [1]. Die Aufnahme zeigt außerdem eine breitere Streuung der Partikelgrößen. Es sind Einzelpartikel von 7,4 bis 52 µm bemaßt.

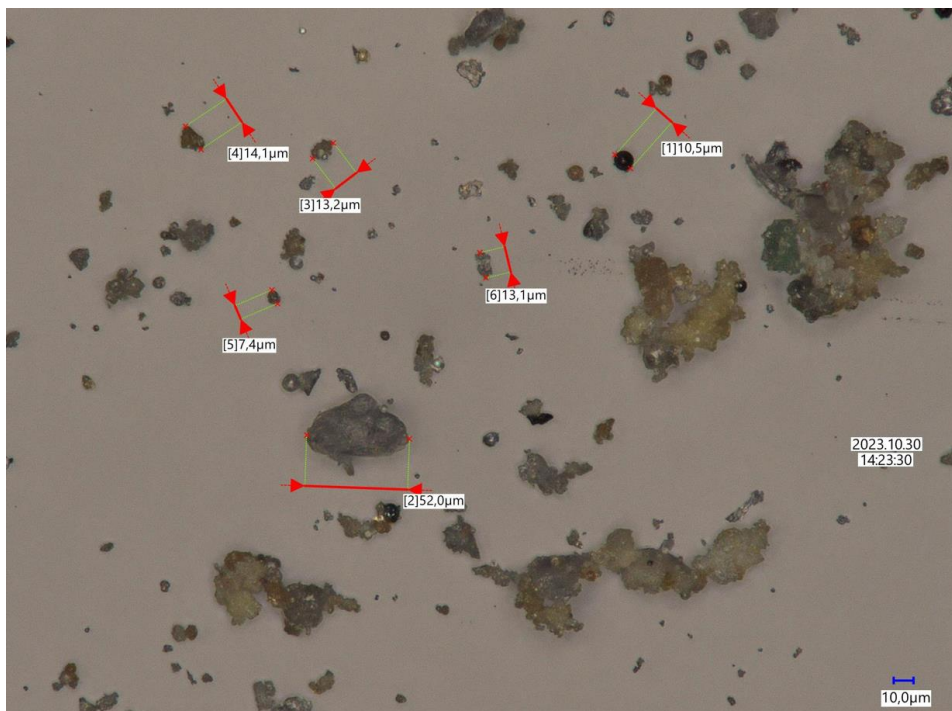


Abbildung 42 Digitalmikroskop-Aufnahme von Braunkohleflugasche mit Abmessungen von Einzelpartikeln (600-fache Vergrößerung)

Die Aufnahmen zeigen, dass die Kornform der Flugaschen durch die unterschiedliche Entstehungsbedingungen, d. h. verbranntes Ausgangsmaterial und Art der Feuerungsanlage, beeinflusst wird. Eine raue, kantige und ungleichmäßige Partikelform führt zu weniger Partikelkontakten, wodurch weniger Haftkräfte entstehen. Das Fließverhalten wird maßgeblich durch Haftkräfte geprägt. In Bezug auf die Partikelform weist die BKF ein theoretisch besseres Fließverhalten auf als die SKF.

#### 6.1.4 Grundfeuchte

Die gebundene Feuchte und die Trockenmasse der SKF und BKF wird mittels Feuchtebestimmer bestimmt. Die Feuchte ist bei 120 °C und 200 °C jeweils drei Mal gemessen worden. Daraus bilden sich die Mittelwerte als Endergebnis (Anhang C-1 und C-2). Die Ergebnisse der Messungen sind in der Tabelle 10 aufgelistet.

Tabelle 10: Ermittelte Grundfeuchte von Steinkohle- und Braunkohleflugasche bei 120 °C und 200 °C

	T = 120 °C		T = 200 °C	
	Feuchte in %	Trockenmasse in %	Feuchte in %	Trockenmasse in %
<b>Steinkohleflugasche</b>	0,61 ± 4,94	99,39	0,91 ± 5,03	99,09
<b>Braunkohleflugasche</b>	0,90 ± 5,58	99,10	1,24 ± 6,59	98,76

Bei der SKF und der BKF nimmt die gemessene Feuchte mit steigender Trocknungstemperatur zu. Dies kann darin begründet werden, dass bei einer höheren Temperatur, sprich 200 °C, die Wassermoleküle schneller verdunsten als bei 120 °C. Demnach ist bei einer Feuchtemessung von 120 °C immer noch eine ungewisse Restfeuchte in der Flugasche vorhanden. Daher wird für weitere Feuchtemessungen eine Trocknungstemperatur von 200 °C gewählt.

Die relativen Fehler sind bei so geringen Feuchten als gering zu bewerten. Die auftretenden Schwankungen der Feuchte innerhalb der Flugaschen gelten als gering.

Die Grundfeuchte 0,91 % in der SKF und 1,24 % in der BKF können auf verschiedene Ursachen zurückzuführen sein. Zum einen können sie durch die Verbrennung der Kohle entstehen, wodurch Wasserdampf freigesetzt wird und sich in den Aschepartikeln anlagert. Zum anderen sind diese Flugaschen über 10 Jahre alt und können über die Zeit Feuchtigkeit aus der Luft aufgenommen haben. Beide Grundfeuchten sind als gering zu bewerten.

## 6.2 Reproduzierbarkeitsmessungen

### Auswertung des Spannungsverläufe

Zunächst wird der Verlauf der Spannung beim An- und Abscheren der SKF betrachtet. Der gezeigte Spannungsverlauf in Abbildung 43 von Versuch 4 steht repräsentativ für die anderen drei Spannungsverläufe mit der Anscherlast von 10 kg (Anhang D-1 bis D-3).

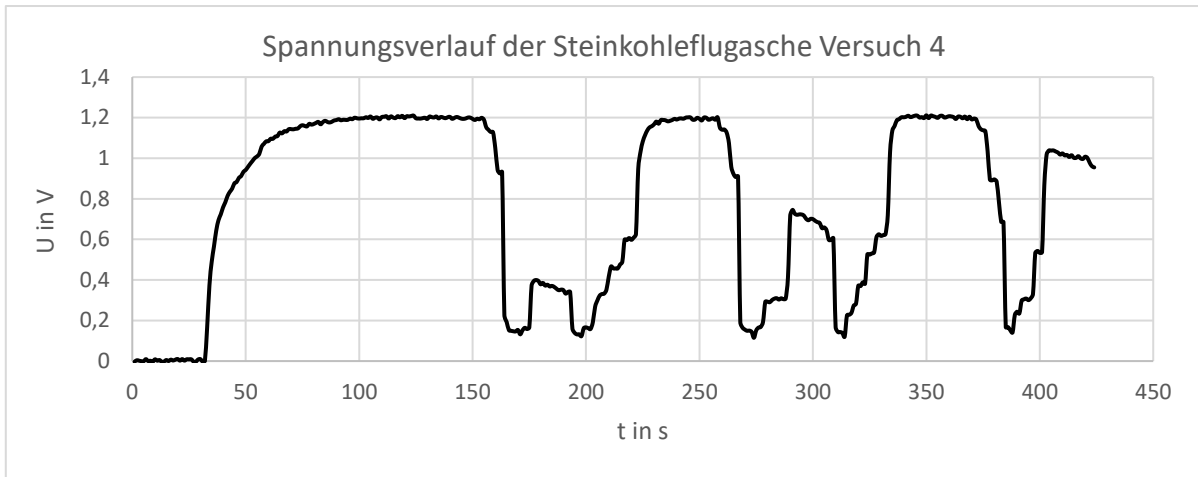


Abbildung 43: Verlauf der Spannung beim An- und Abscheren von Steinkohleflugasche

Diese Versuchsaufzeichnung zeigt, dass bei allen drei Anschervorgängen die gleiche Spannung erreicht wird und auch über die Zeit konstant bleibt, womit das stationäre Fließen repräsentiert wird. Anhand der Abbildung 43 und Anhang D-1 bis D-3 wird auch deutlich, dass der Verfestigungszustand sehr gut reproduzierbar ist, da bei jedem Anschervorgang die gleiche Spannung erreicht wird. Zur Veranschaulichung zeigt Tabelle 11 die resultierenden Scherkräfte beim stationären Fließen:

Tabelle 11: Scherkraft beim stationären Fließen der Steinkohleflugasche bei einer Anscherlast von 10 kg

Versuch	$F_{S,an}$ in kg
1	4,7774
2	4,7593
3	4,6780
4	4,7940

Mit einem relativen Fehler von  $\pm 0,78\%$  ist die SKF bezüglich des Verfestigungszustandes sehr gut reproduzierbar. Die zugehörigen Abscherkräfte der Versuche befinden sich in Anhang G-1.

Im Vergleich dazu wird in Abbildung 44 der Verlauf der Spannung beim An- und Abscheren der BKF von Versuch 3 dargestellt. Die weiteren acht Spannungsverläufe der BKF sind dem Anhang E zu entnehmen.

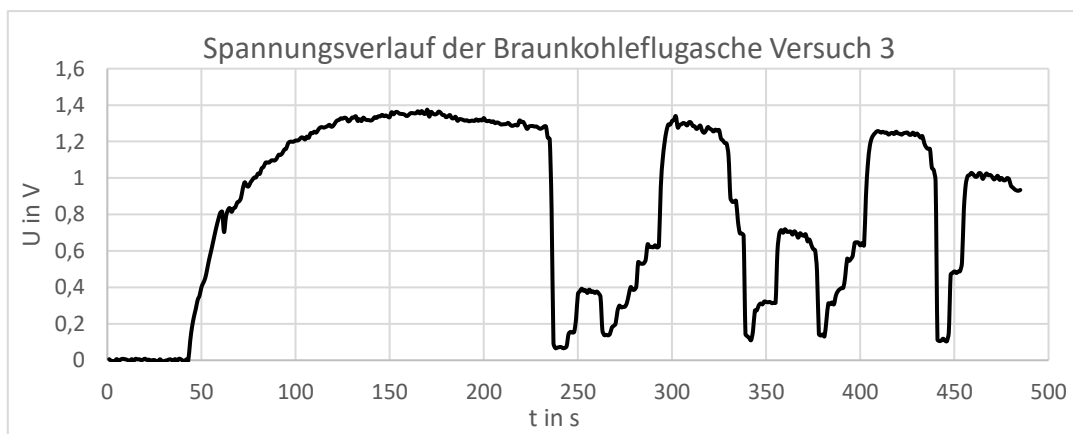


Abbildung 44: Verlauf der Spannung beim An- und Abscheren von Braunkohleflugasche

Die aufgenommene Spannung hat einen sehr ungleichmäßigen Verlauf und ist auf den Stick-Slip-Effekt zurückzuführen. Zu erkennen ist dieser Effekt an dem sägezahnartigen Verlauf der Spannung.

Besonders beim Anscheren wird das korrekte Ermitteln der Scherkraft durch den Effekt erschwert, was Messunsicherheiten mit sich bringt. Als Scherkraft für das Anscheren wird es als sinnvoll erachtet die maximale konstante Spannung der Schwingung zu verwenden. Da die Amplitude der Spannung klein ist und die Spannung während des Anscherens abfällt, kann das Niveau der konstanten maximalen Spannung nicht genau ermittelt werden. Deshalb ist für die Scherkraft beim Anscheren über die drei Anschervorgänge der Mittelwert gebildet worden.

Da die Spannung bei dem ersten und zweiten Anschervorgang über die Zeit absinkt und damit auch kein Plateau erreicht werden kann, stellt sich kein stationäres Fließen ein. Dies ist in diesem und in den Versuchen 4, 8 und 9 der Fall (Anhang E-3, E-7, E-8). Tabelle 12 listet die Scherkräfte beim stationären Fließen aus 9 Versuchen:

*Tabelle 12: Scherkraft beim stationären Fließen der Braunkohleflugasche bei einer Anscherlast von 10 kg*

Versuch	$F_{S,an}$ in kg
1	4,8863
2	4,8357
3	5,1010
4	4,9954
5	4,8165
6	4,7685
7	4,8350
8	4,9574
9	5,0336

Aus den ermittelten Scherkräften beim Anscheren ist ein relativer Fehler von  $\pm 1,94$  % verzeichnet worden. Dieser ist größer als bei der SKF, wodurch der Verfestigungszustand schlechter reproduzierbar ist. Die jeweiligen Abscherkräfte zu den Versuchen können Anhang G-2 entnommen werden.

Sowohl in Abbildung 43 als auch in Abbildung 44 ist durch das Auflegen von Gewichtsstücken vor den An- und Abschervorgängen ein treppenartiger Verlauf der Spannung zu beobachten. Dies hat keinen direkten Einfluss auf das Ermitteln der An- und Abscherspannung. Bei den Abschervorgängen ist das Einsetzen des beginnenden Fließens bei der SKF besser zu lokalisieren als bei der BKF, was erneut auf den Stick-Slip-Effekt zurückzuführen ist.

#### Auswertung der Fließorte und der Fließfunktion

Die Fließorte der SKF mit einer Anscherlast von 10 kg sind in der Abbildung 45 dargestellt.



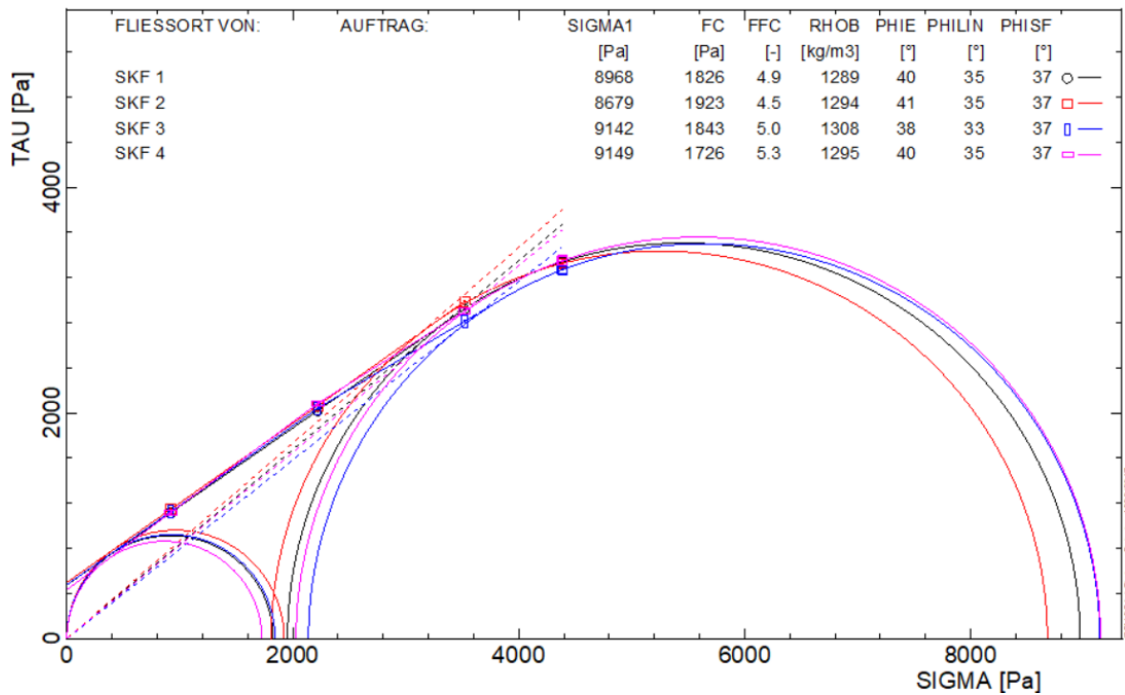


Abbildung 45: Ergebnisse der Scherversuche von Steinkohleflugasche

Werden die vier Messungen aus Abbildung 45 hinsichtlich der Fließfähigkeit miteinander verglichen, dann bewegen sich die  $f f_c$ -Werte im Bereich von 4,51 bis 5,30 und ergeben eine mittlere Fließfähigkeit von  $f f_c = 4,92 \pm 4,28 \%$  bei einer mittleren Verfestigungsspannung von  $\sigma_1 = 9 \text{ kPa}$ . Der relative Fehler von  $\pm 4,28 \%$  ist als gering einzuschätzen. Damit ist die Reproduzierbarkeit der Scherversuche von SKF gewährleistet. Um die Zuverlässigkeit der Messungen zu überprüfen, werden nun die Ergebnisse aus Abbildung 46 von Schwedes + Schulze Schüttguttechnik GmbH herangezogen.

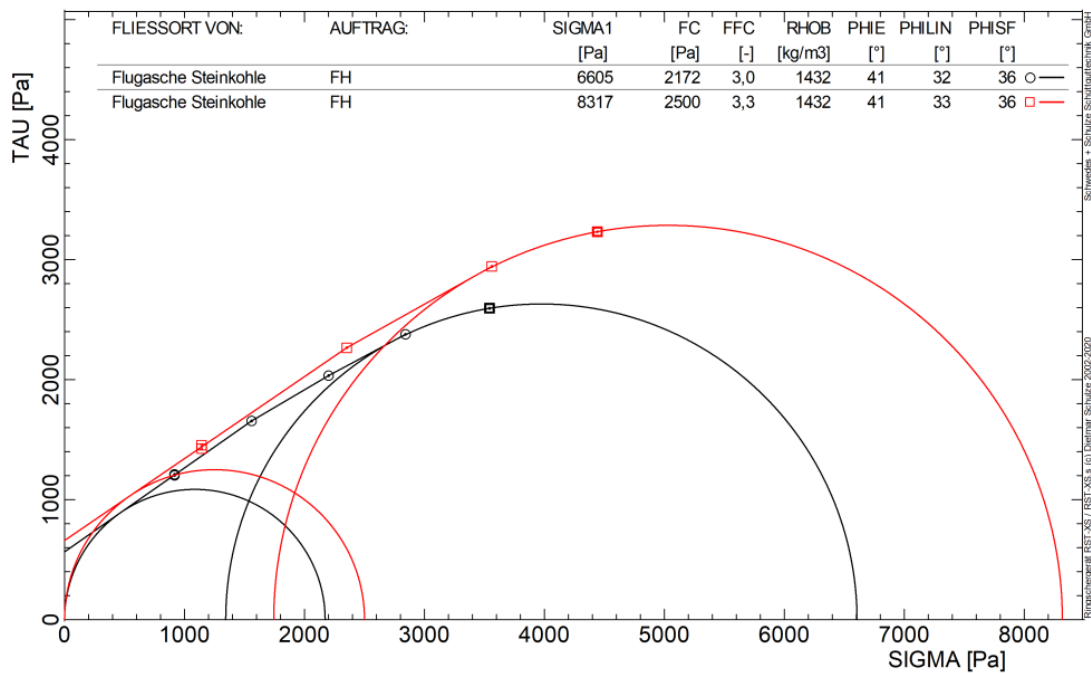


Abbildung 46: Fließorte der Steinkohleflugasche von Schwedes + Schulze Schüttguttechnik GmbH [32]

In der Abbildung 46 sind zwei Messungen dargestellt, die mit dem Ringschergerät RST-XS.s durchgeführt wurden. Aufgrund dessen, dass die Fließfähigkeit keine Konstante ist, sondern aus dem Verhältnis der Verfestigungsspannung  $\sigma_1$  zu der Druckfestigkeit  $\sigma_c$  gebildet wird, wird für einen Vergleich das  $\sigma_c, \sigma_1$ -Diagramm genutzt. Wie in Kapitel 3.1.4 erläutert, wird dieses Diagramm für das Konstruieren der Fließfunktion verwendet. Die Fließfunktion der SKF wird mit vier Fließorten aus je drei Messungen mit den An- und Abscherlasten aus Tabelle 4 ermittelt. Dargestellt ist sie in Abbildung 47 (Anhang H-1 bis H-3). Die Spannungsverläufe zu den jeweiligen Fließorten finden sich in Anhang D. Um die Lage der Fließfunktion besser zu lokalisieren sind zusätzlich Bereiche mit unterschiedlichen Fließfähigkeiten eingezeichnet. Die Vergleichswerte 1 und 2 sind die Messergebnisse von Schwedes + Schulze Schüttguttechnik GmbH.

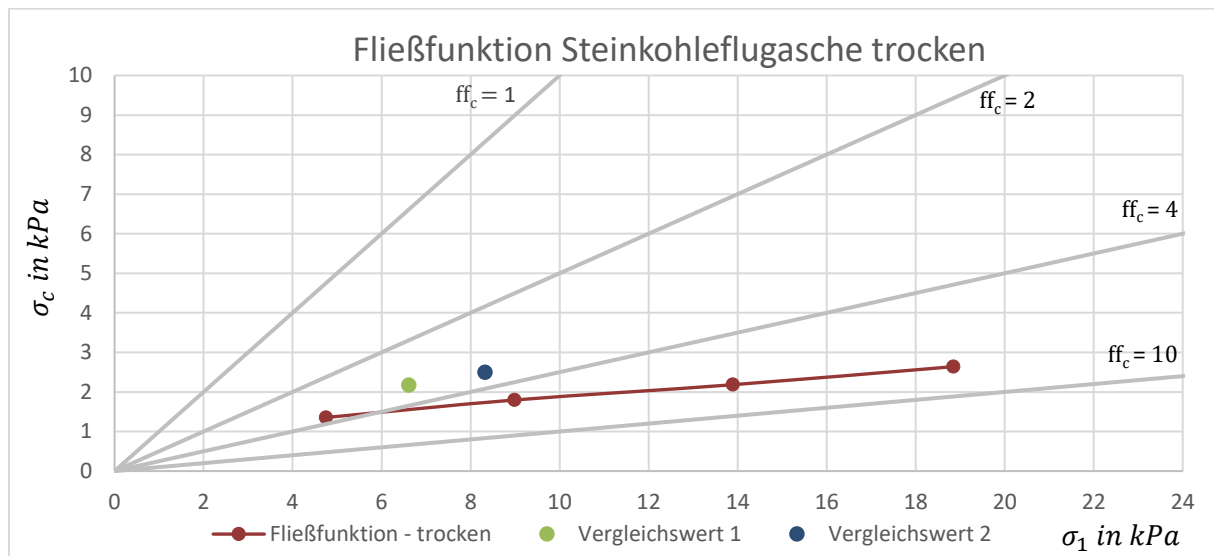


Abbildung 47: Fließfunktion und Vergleichswerte der Steinkohleflugasche

Die Abbildung 47 bestätigt, dass beide Vergleichswerte wegen der erhöhten Druckfestigkeit bei der jeweiligen Verfestigungsspannung oberhalb der Fließfunktion liegen. Die Druckfestigkeit von Vergleichswert 1 ist um 40 % größer und von Vergleichswert 2 um 47 % größer als die entsprechenden Punkte auf der Fließfunktion. Diese Abweichungen sind als hoch zu bewerten, was in verschiedenen Ursachen begründet sein kann. Zum einen wurden die Vergleichswerte mit einem automatischen Ringschergerät aufgenommen, wodurch die Ergebnisse besonders präzise sind. Es entstehen keine Erschütterungen oder Vibrationen durch das Auflegen der Gewichtsstücke, da ein rechengesteuertes System die Normalkraft einstellt. Je nach Empfindlichkeit des Gerätes oder verschiedener Instrumente kann es bei kleinen Unterschieden in der Materialbeschaffenheit oder der Probenvorbereitung zu verschiedenen Ergebnissen kommen. Auch die Absenkung des Scherdeckels wird mit einem induktiven Wegaufnehmer gemessen, wodurch Messfehler minimiert werden. Zum anderen werden die Spannungskreise nach der Messung direkt ausgegeben und müssen nicht über externe Programme ausgewertet werden. Auch das untersuchte Probenvolumen liegt bei  $73 \text{ cm}^3$  und ist wesentlich geringer als bei der manuellen Messung mit dem RST-01.01. [32, 33] Demzufolge wird angenommen, dass die Messung mit einem automatischen Ringschergerät genauer ist. Auf weitere mögliche Messfehler die einen Einfluss auf die Ergebnisse haben wird in Kapitel 6.4 eingegangen.

Die Fließfunktion der SKF in Abbildung 47 gleicht nahezu einer Geraden mit einem leichten Anstieg der Druckfestigkeit über die steigende Verfestigungsspannung. Durch die Geraden mit konstanter Fließfähigkeit wird deutlich, dass mit zunehmender Verfestigungsspannung die Fließfähigkeit ansteigt und

die SKF somit ein besseres Fließverhalten zeigt. Nach der Einteilung der Fließfähigkeit verläuft die Fließfunktion von kohäsiv ( $2 < ff_c < 4$ ) zu leicht fließend ( $4 < ff_c < 10$ ). Zur Verdeutlichung werden nun die einzelnen Messpunkte der Fließfunktion mit den mittleren Fließfähigkeiten und den relativen Fehlern in Tabelle 13 dargestellt.

Tabelle 13: Fließorte der Steinkohleflugasche

Fließort Nr.	$\sigma_1$ in kPa	$\sigma_c$ in kPa	$ff_c$	Relativer Fehler in %
1	4,75	1,35	3,52	$\pm 7,76$
2	8,98	1,80	4,92	$\pm 4,28$
3	13,89	2,18	5,26	$\pm 2,11$
4	18,85	2,64	6,05	$\pm 7,75$

Die in Tabelle 13 dargestellten mittleren Fließfähigkeiten verdeutlichen, dass sich die  $ff_c$ -Werte mit steigender Verfestigungsspannung erhöhen, was für den Verlauf einer Fließfunktion typisch ist. Auf den ersten Blick wirkt eine Zunahme der Fließfähigkeit mit steigender Verfestigungsspannung widersprüchlich, zumal mit der Verfestigungsspannung auch die Druckfestigkeit ansteigt. Jedoch liegt die Antwort in der Definition der Fließfähigkeit nach Gl. (1). Die Fließfähigkeit bildet sich aus dem Verhältnis aus Verfestigungsspannung zur Druckfestigkeit. Dieses Verhältnis wird mit zunehmender Verfestigungsspannung immer größer, da die Druckfestigkeit sich zwar auch erhöht, aber nicht im gleichen Maß ansteigt wie die Verfestigungsspannung. Demzufolge könnte die SKF ein besseres Fließverhalten aufweisen, wenn eine noch höhere Verfestigungsspannung gewählt werden würde.

Der relative Fehler von Fließort 3 mit  $\pm 2,11$  % ist bei Scherversuchen als sehr gering einzuschätzen. Bei den Fließorten 1 und 4 mit  $\pm 7,76$  % und  $\pm 7,75$  % ist die Abweichung höher. Die relativen Fehler resultieren aus je drei Messungen und werden bei einer geringen Anzahl an Messungen leicht durch Ausreißer, wie bei Fließort 1 Versuch 6, beeinflusst (Anhang H-1).

Die Fließorte der BKF sind in Abbildung 48 dargestellt.

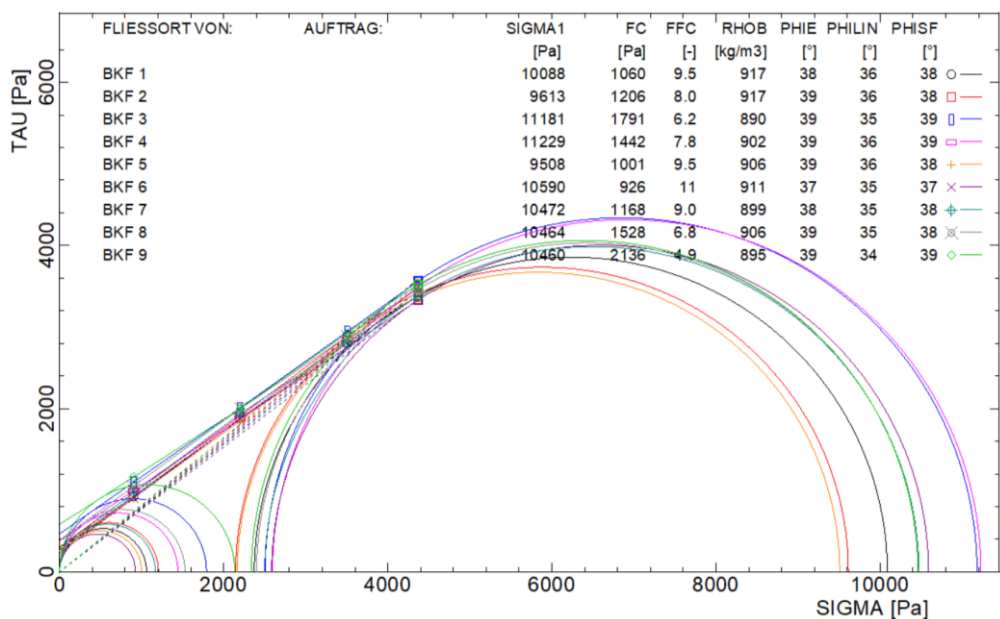


Abbildung 48: Ergebnisse der Scherversuche von Braunkohleflugasche

Aufgrund der größeren Abweichungen der Fließfähigkeit bei der BKF trotz gleicher An- und Abscherlast wurden 9 Messungen durchgeführt.

Da es durch lokale Variationen in der chemischen Zusammensetzung, Partikelgröße und -verteilung zu Schwankungen kommen kann, sind die Versuche 7, 8 und 9 mit der gleichen Probe durchgeführt worden. Dadurch werden Variationen innerhalb der BKF vermieden. Zu beobachten ist, dass mit jedem Scherversuch die Fließfähigkeit weiter sinkt. Dies geht darauf zurück, dass innerhalb der Probe vereinzelte Bereiche stärker verdichtet sind und die Probe beim Neubefüllen nicht genügend aufgelockert wurde.

Die  $ff_c$ -Werte befinden sich bei der BKF bei einer mittleren Verfestigungsspannung  $\sigma_1 = 10,4$  kPa im Bereich von 4,90 bis 11,44. Daraus ergibt sich eine mittlere Fließfähigkeit von  $ff_c = 8,13 \pm 18,86$  %. Der relative Fehler von  $\pm 18,86$  % ist im Vergleich zur SKF sehr hoch einzustufen. Für die Messungen der Fließfähigkeit sind mehrere Werte aufgenommen, sodass der relative Fehler nicht durch einzelne Ausreißer beeinflusst worden ist. Die Messungen sind daher als stabil zu bewerten.

Zum Vergleich werden nun die Fließorte der Scherversuche von Schwedes + Schulze Schüttguttechnik GmbH in Abbildung 49 betrachtet.

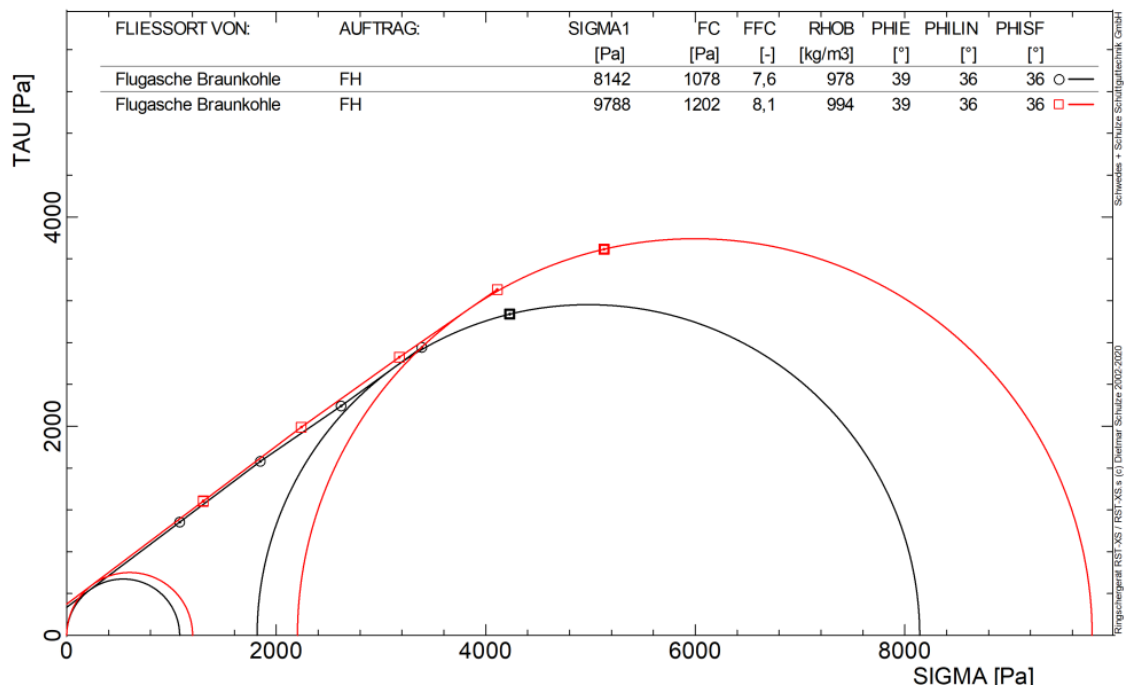


Abbildung 49: Fließorte der Braunkohleflugasche von Schwedes + Schulze Schüttguttechnik GmbH [32]

Für eine qualitative Gegenüberstellung werden die Vergleichswerte zusammen mit den Einzelmessungen aus den Scherversuchen in ein  $\sigma_c, \sigma_1$ -Diagramm überführt (Abbildung 50). Aus der Darstellung der Einzelmessungen geht hervor, wie stark sich die Messpunkte bei gleichen An- und Abscherlasten voneinander unterscheiden.

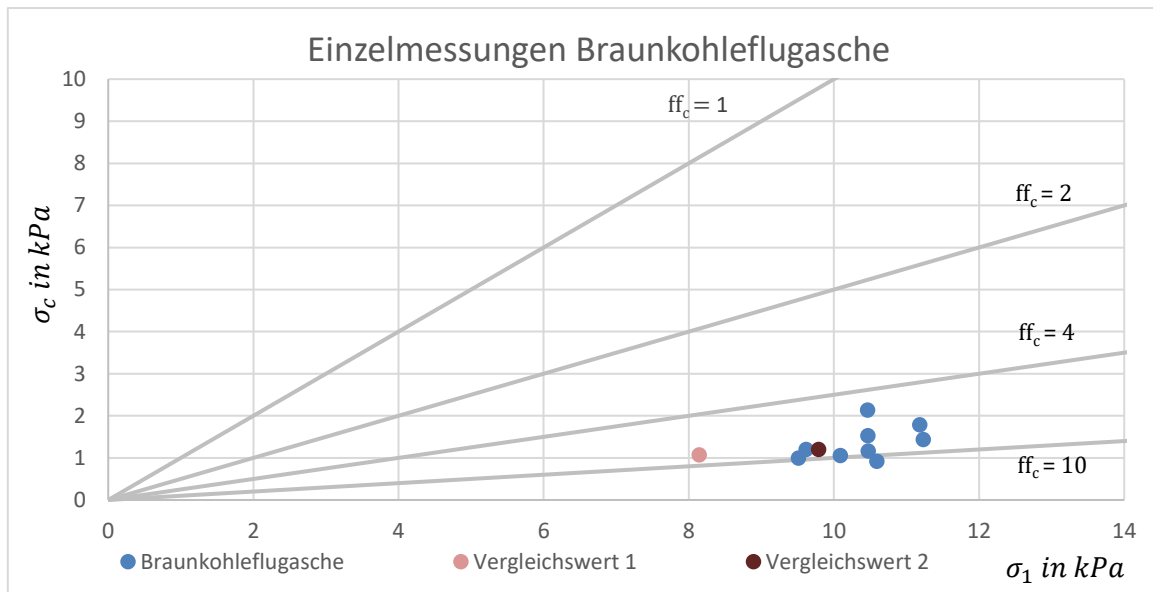


Abbildung 50: Einzelmessungen und Vergleichswerte der Braunkohleflugasche

Aufgrund der Verteilung der Messpunkte und dem daraus resultierenden relativen Fehler  $\pm 18,86\%$  ist eine qualitative Fließfunktion für die BKF nicht konstruierbar. Auch ein Abgleich mit den Vergleichswerten von Schwedes + Schulze Schüttguttechnik GmbH ist wegen der fehlenden Fließfunktion und der Verteilung der Einzelmessungen nicht möglich. Nur Vergleichswert 2 liegt nahezu mittig von drei Messpunkten. Die Vergleichswerte gelten als sehr genau und deshalb sind diese drei Messpunkte (Versuch 1, 2, 5) nah am tatsächlichen Ergebnis und können als realistisch eingeschätzt werden.

Die BKF gilt als leicht fließend, da die Vergleichswerte sowie 8 von 9 Einzelmessungen im Bereich von  $4 < ff_c < 10$  liegen.

Die Auswertung der Scherversuche unterstreicht, dass die SKF schlechtere Fließeigenschaften aufweist als die BKF. Der Einfluss der Verdichtbarkeit, resultierend aus Schütt- und Stampfdichte, der kleinen Partikelgröße, der breiten Partikelgrößenverteilung und der hauptsächlich runden Partikelform, ist maßgeblich für das schlechte Fließverhalten. Die Scherversuche sind aufgrund des Spannungsverlaufes besser reproduzierbar und führen zu geringeren Fehlern.

Die BKF mit ihrer größeren Partikelgröße, ihrer schmalen Partikelgrößenverteilung und der ungleichmäßigen Partikelform hat im Allgemeinen ein besseres Fließverhalten. Die Abnahme der Spannung beim Anscheren und der Stick-Slip-Effekt lassen das stationäre Fließen schlecht reproduzieren und verursachen ungenaue Anscherkräfte. Daraus resultiert eine hohe Varianz der Messergebnisse und der hohe relative Fehler. Die Scherversuche mit der BKF sind dementsprechend ebenfalls schlecht reproduzierbar und führen zu teils ungenauen Messergebnissen. Aufgrund dieser Tatsachen wird die BKF für den Hauptversuch nicht weiter in Betracht gezogen und nur das Festigkeitsverhalten der SKF wird untersucht.

### 6.3 Scherversuche mit feuchter Flugasche

In der Versuchsvorbereitung wird die Feuchte auf einen Sollwert von 3 % erhöht. Dabei ist bei vier Versuchsdurchführungen eine mittlere Feuchte von 3,26 % mit einem relativen Fehler von  $\pm 2,40$  % erreicht worden. Die Feuchten der vier Versuche sind in Tabelle 14 aufgelistet. Die Einzelmessungen können dem Anhang C-3 bis C-6 entnommen werden.

Tabelle 14: Erreichte Feuchte in der Steinkohleflugasche nach dem Mischen

Hauptversuch Nr.	1	2	3	4
Erzielte Feuchte in %	$3,32 \pm 0,92$	$3,36 \pm 3,15$	$3,16 \pm 4,97$	$3,21 \pm 1,90$

Die relativen Fehler sind bei den Versuchen 1 und 4 als sehr gering zu bewerten, weshalb die Verteilung der Feuchte in der SKF als homogen betrachtet werden kann. Die Abweichungen bei den Versuchen 2 und 3 sind höher. Bei diesen drei Feuchtemessungen treten größere Schwankungen auf und die Feuchte ist weniger homogen in der SKF verteilt. Für Versuch 2 kann diese Abweichung durch eine zu geringe Mischzeit von 900 s entstanden sein. Bei dem Hauptversuch 3 hingegen war die Mischzeit mit 1500 s am größten. Doch auch bei einer geringen Stichprobenanzahl wie in Versuch 3 kann ein einzelner Messwert die Abweichung beeinflussen (Anhang C-5). Gleichwohl sind alle Abweichung als gering zu bewerten, da eine stochastisch homogene Mischung vorliegt.

#### Auswertung der Trocknung

Nach dem dritten Scherversuch wird die feuchte SKF in Vorbereitung auf den vierten Versuch im Trockenschrank getrocknet. Nach der Trocknung und Zerkleinerung der Agglomerate beträgt die mittlere Feuchte 1,19 % (Anhang C-7) und ist 31 % höher als die Grundfeuchte (Die gebundene Feuchte und die Trockenmasse der SKF und BKF wird mittels Feuchtebestimmer bestimmt. Die Feuchte ist bei 120 °C und 200 °C jeweils drei Mal gemessen worden. Daraus bilden sich die Mittelwerte als Endergebnis (Anhang C-1 und C-2). Die Ergebnisse der Messungen sind in der Tabelle 10 aufgelistet.

Tabelle 10). Um zu prüfen, ob die Fließeigenschaften der SKF sich durch die Trocknung verändert haben, wird ein Scherversuch mit der Anscherlast von 10 kg und den entsprechenden Abscherlasten durchgeführt. Der Spannungsverlauf ist in der folgenden Abbildung 51 dargestellt. Aufgrund der leicht erhöhten Feuchte weist die aufgenommene Schubspannung einen teilweise zackigen Verlauf auf.

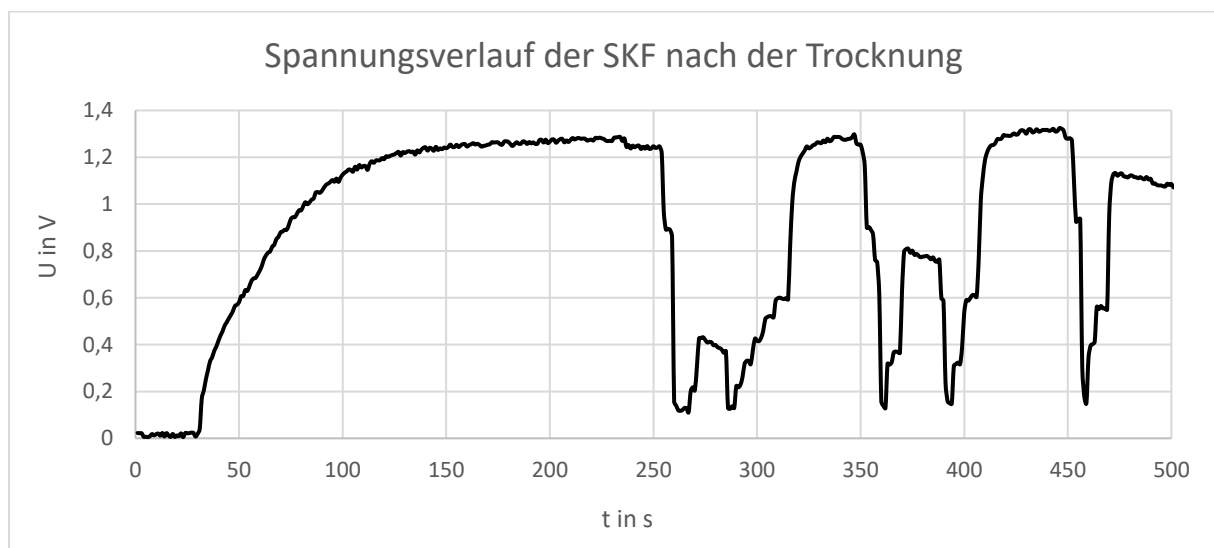


Abbildung 51: Verlauf der Spannung der Steinkohleflugasche nach der Trocknung

Beim Scherversuch ist beim Anscheren ein leichter Stick-Slip-Effekt zu beobachten. Da die Amplituden sehr klein sind, kann bei diesem Versuch auf das konstante maximale Spannungsniveau zum Ermitteln der Scherkraft beim Anscheren verzichtet werden. Bei dem zweiten und dritten Anschervorgang kommt es zu einer geringen Zunahme der Spannung im Vergleich zum ersten Anschervorgang. Dies deutet darauf hin, dass die Flugasche beim ersten Anscheren noch nicht vollständig verdichtet war. Eine weitere Verdichtung findet durch die weiteren Anschervorgänge statt, wodurch sich die Spannung erhöht. Die Abstände zwischen den Abscherpunkten sind größer als bei der feuchten SKF und lassen vermuten, dass die Steigung des Fließortes steiler ist. Somit kann auch mit einer höheren Fließfähigkeit gerechnet werden. Der Fließort inklusive seiner Spannungskreise ist in der Abbildung 52 abgebildet.

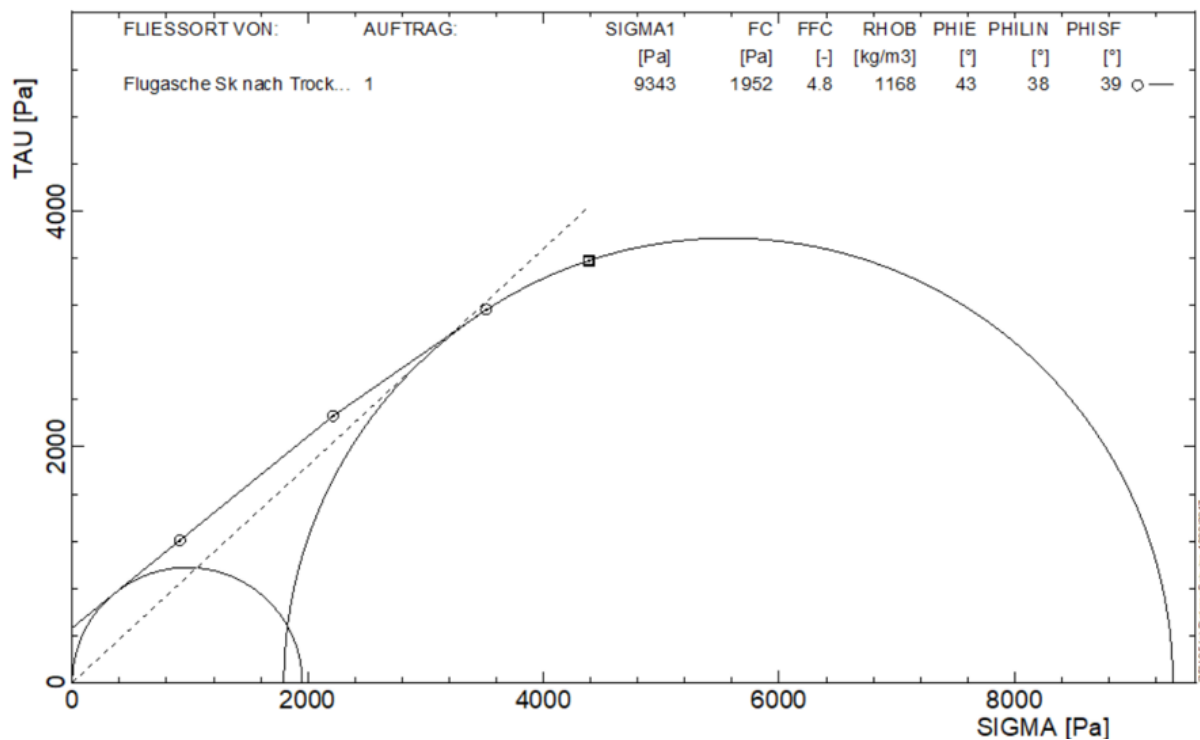


Abbildung 52: Fließort der Steinkohleflugasche nach der Trocknung

Die Fließfähigkeit  $ff_c = 4,79$  bei  $\sigma_1 = 9,3$  kPa liegt in dem erwarteten Bereich von 4,51 bis 5,30. Im Vergleich zu den Ergebnissen der trockenen SKF ist die Verfestigungsspannung leicht größer. Dies geht auf die größere Spannung bei den Anschervorgängen zurück. Somit haben sich die Fließeigenschaften durch die Trocknung nicht geändert und die SKF kann für den vierten Hauptversuch verwendet werden.

#### Auswertung der Spannungsverläufe

Gleichnamig zu der Auswertung des Spannungsverlaufes der SKF aus Kapitel 6.2 wird in Abbildung 53 der Spannungsverlauf mit einer Ancherlast von 10 kg und den entsprechenden Abscherlasten dargestellt. Dementsprechend wird hier der Spannungsverlauf vom Hauptversuch 2 betrachtet. Die Spannungsverläufe der Hauptversuche 1, 3 und 4 sind dem Anhang F-1 bis F-3 zu entnehmen. Die Feuchte der SKF bei diesem Scherversuch beträgt 3,36 %.

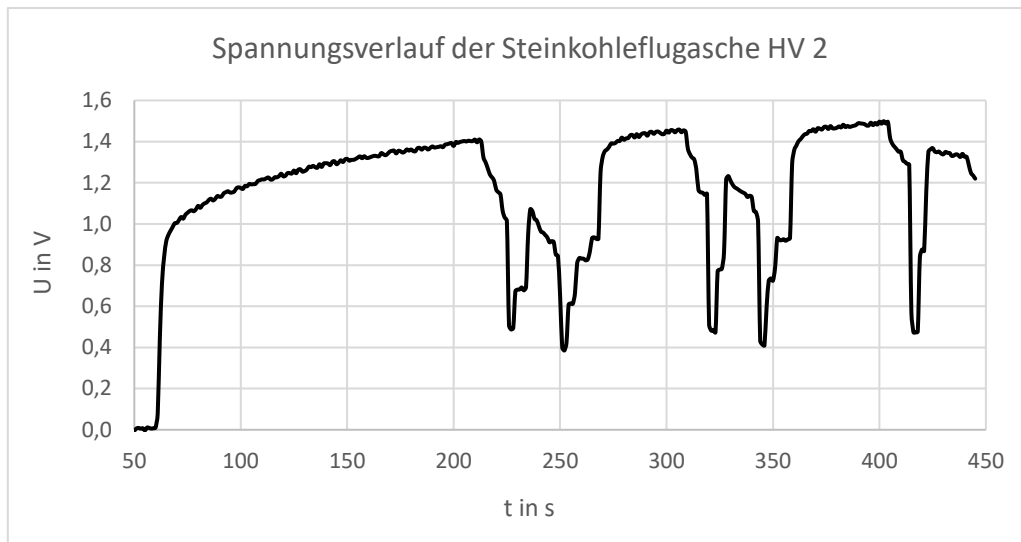


Abbildung 53: Verlauf der Spannung beim An- und Abschern der Steinkohleflugasche unter dem Einfluss der Materialfeuchte von 3,36 %

Aus dem Verlauf wird sichtbar, dass bei den drei Anschervorgängen im Vergleich zu der trockenen SKF länger angeschert werden muss bis die Spannung ein konstantes Niveau erreicht (Abbildung 43). Außerdem hat sich die Spannung beim zweiten und dritten Anschervorgang im Vergleich zum ersten Anschervorgang jeweils um 3 % und um 5 % erhöht. Die Beobachtung deutet darauf hin, dass die SKF nach dem ersten Anschern noch nicht vollständig verdichtet war. Die weiteren Anschervorgänge führen zu einer weiteren Verdichtung und somit zu einer höheren Spannung.

Der Spannungsverlauf aus Abbildung 53 zeigt verglichen mit dem Spannungsverlauf der trockenen SKF in Abbildung 43 einen etwas zackigeren Verlauf, was auf einen leichten Stick-Slip-Effekt hindeutet, der wiederum auf die Erhöhung der Feuchte in der SKF zurückzuführen ist. Die Erhöhung der Feuchte bedeutet auch, dass sich die Haftkräfte zwischen Partikeln und Partikel und Wand aufgrund der Flüssigkeitsbrücken erhöhen. Da die Amplituden sehr gering sind wird hier beim Ermitteln der Anscherkraft auf das konstante maximale Spannungsniveau verzichtet.

Um das stationäre Fließen zu erreichen, ist die Spannung der feuchten SKF 20 % größer als bei der trockenen SKF. Auch bei den Abschervorgängen sind die Spannungen der feuchten SKF um ein Vielfaches höher ist als bei der trockenen SKF.

Tabelle 15: Vergleich der ermittelten Scherkräfte von trockener und feuchter SKF bei einer Anscherlast von 10 kg

Versuch Nr.	$F_{S,an}$ in kg	$F_{S,ab,1}$ in kg	$F_{S,ab,2}$ in kg	$F_{S,ab,3}$ in kg
4	4,7940	1,5972	2,9810	4,1245
HV 2	5,7589	4,2834	4,9308	5,4737
Anstieg in %	20	168	65	32

Weitere An- und Abscherkräfte sowie die Versuchsparameter für die Konstruktion eines Fließorts können dem Anhang G-1 entnommen werden.

Bei den An- und Abschervorgängen muss aufgrund der erhöhten Feuchte und der dadurch erhöhten Festigkeit eine größere Scherkraft aufgewendet werden, um die Haftkräfte zu überwinden und die SKF zum Fließen zu bringen.



Der Spannungsverlauf in Abbildung 53 und die Tabelle 15 verdeutlichen, dass die Steigung des Fließorts flacher sein wird als bei der trockenen Flugasche. Die Steigung des Fließorts wird durch die Differenzen der einzelnen Abscherpunkte bestimmt. Das bedeutet, wenn wie in Abbildung 53 die Abscherpunkte dichter beieinander liegen, wird die Steigung des Fließorts geringer werden. Dadurch gibt es größere Überschneidungen der Mohrschen Spannungskreise und die Druckfestigkeit nähert sich der Verfestigungsspannung. Wenn sich die Druckfestigkeit im Verhältnis zu der Verfestigungsspannung vergrößert, dann hat das eine geringere Fließfähigkeit nach Gleichung (1) zur Folge.

### Auswertung der Fließorte

Abbildung 54 zeigt die vier Fließorte, mit denen die Fließfunktion der feuchten SKF gebildet wird.

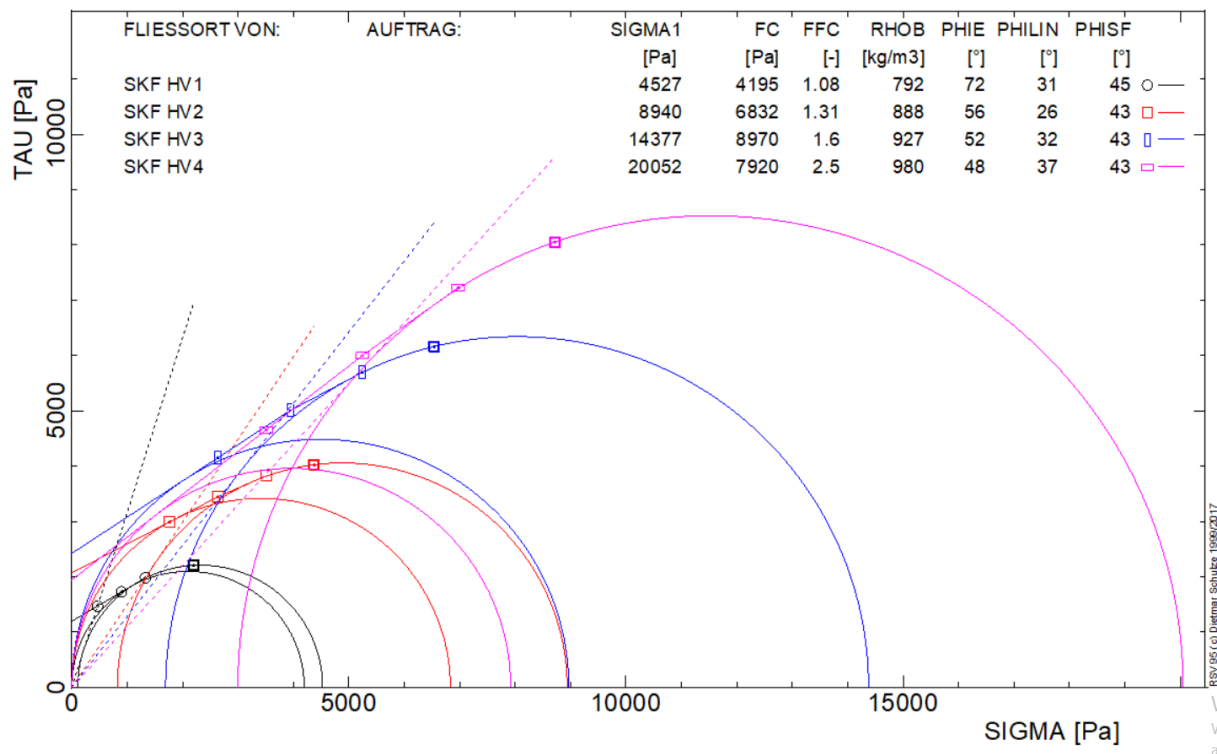


Abbildung 54: Fließorte der feuchten Steinkohleflugasche

Die Darstellung bestätigt den maßgeblichen Einfluss der Lage der Abscherpunkte auf den Fließort. Bei dem ersten Fließort liegen die Abscherpunkte dicht beieinander. Sie führen zu einem flachen Anstieg des Fließortes, wodurch sich die Spannungskreise stärker überlagern. Daraus resultiert eine sehr niedrige Fließfähigkeit, da sich die Druckfestigkeit der Verfestigungsspannung annähert. Umso flacher der Fließort verläuft, desto niedriger ist auch die Fließfähigkeit und desto größer ist die Festigkeit.

Aus der Abbildung 54 wird deutlich, dass mit zunehmender Verfestigungsspannung die Fließfähigkeit ansteigt. Dies entspricht dem typischen Verlauf einer Fließfunktion (Abbildung 7).

### Auswertung der Fließfunktion

Die Fließfunktionen der trockenen und der SKF bei einer mittleren Feuchte von 3,26 % ist in Abbildung 55 abgebildet.

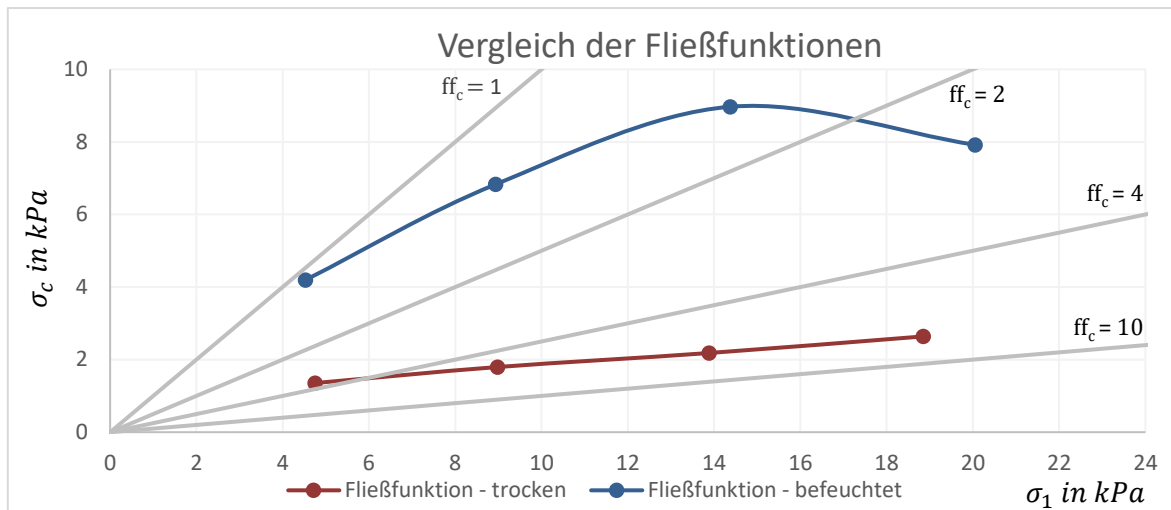


Abbildung 55: Vergleich der Fließfunktionen von trockener und befeuchteter Steinkohleflugasche

Die Fließfunktion der feuchten SKF verläuft zunächst geradlinig von sehr kohäsiv ( $1 < ff_c < 2$ ), erreicht bei Fließort 3 seinen Höhepunkt und sinkt danach in den kohäsiven Bereich ( $2 < ff_c < 4$ ) ab. Die Fließfunktion hat den erwarteten Verlauf und steigt über die Verfestigungsspannung an.

Im direkten Vergleich wird deutlich, wie die Materialfeuchte die Lage der Fließfunktion und damit auch das Fließverhalten beeinflusst. Die Fließfähigkeit der SKF ändert sich von leicht fließend zu sehr kohäsiv, sobald die Feuchte nur geringfügig erhöht wird. Die Verringerung der Fließfähigkeit geht einher mit dem Anstieg der Adhäsion durch die Flüssigkeitsbrücken. Durch die Verdichtung sind die Partikel sehr nah aneinandergedrückt. Durch den verringerten Abstand erhöht sich auch die Haftkraft zwischen den Partikeln und die Festigkeit steigt an. Aufgrund der erhöhten Festigkeit ist eine größere Scherkraft nötig, um die SKF zum Fließen zu bringen. Demzufolge nimmt die Druckfestigkeit bei nahezu gleicher Verfestigungsspannung zu.

#### Auswertung der Schüttgutedichten

Für einen Vergleich der Schüttgutedichten in Abhängigkeit der Verfestigungsspannung aus den Scherversuchen der trockenen und feuchten SKF sind beide Funktionen in der Abbildung 56 visualisiert. Die exakten Werte sind der Abbildung 54 zu entnehmen.

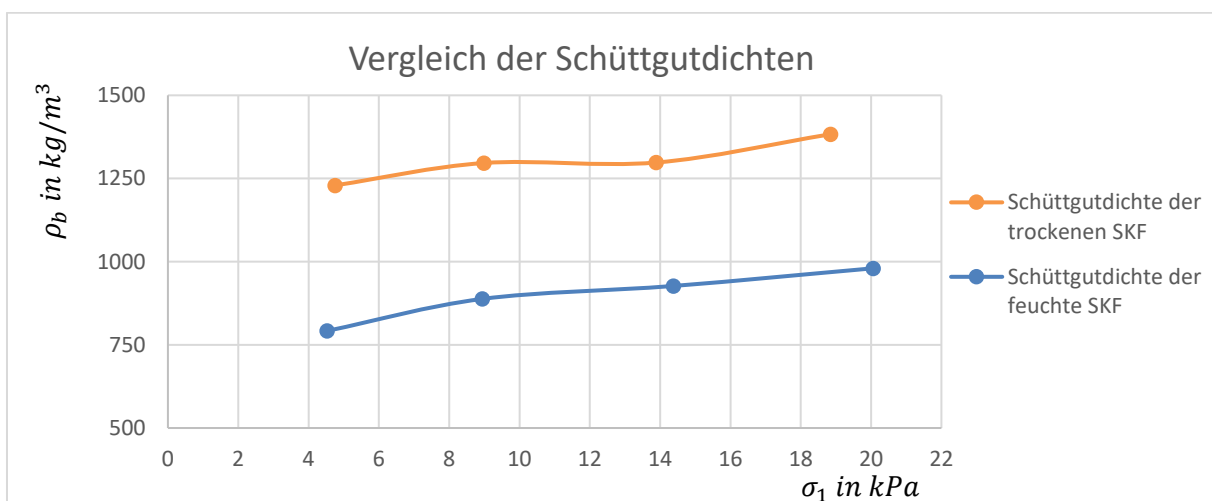


Abbildung 56: Vergleich der Schüttgutedichten der Steinkohleflugasche

Anhand der Abbildung 56 ist zu erkennen, dass beide Funktionen der Schüttgutdichten einen Anstieg über die Verfestigungsspannung verzeichnen. Je größer die Anscherlast ist, die auf die Flugasche als Normalkraft zum Anscheren wirkt, umso mehr verdichtet sich die SKF und hat eine größere Schüttgutdichte zur Folge. Die Schüttgutdichte der trockenen SKF steigt von der geringsten bis zur größten Verfestigungsspannung um 12,5 % an, während der Anstieg der Schüttgutdichte der feuchten SKF sogar um 23,7 % ansteigt. Demzufolge weist die feuchte SKF eine höhere Verdichtbarkeit auf als die trockene SKF. Dies bestätigt ebenfalls das schlechtere Fließverhalten der feuchten SKF.

Die Schüttgutdichte der feuchten SKF ist bei jeder gemessenen Verfestigungsspannung niedriger als die der trockenen SKF, was durch die geringere Dichte des Wassers ( $\rho_W = 1000 \text{ kg/m}^3$ ) verursacht wird. Wasser bildet Flüssigkeitsbrücken zwischen den Partikeln und bewirkt, dass sich die Abstände zwischen den Partikeln vergrößern. Demnach setzt sich die Schüttgutdichte aus der Dichte des Wassers und der SKF zusammen. Sie ist geringer als die Schüttgutdichte der reinen, trockenen Flugasche.

#### Auswertung der Feuchte nach den Scherversuchen

Nach jedem Scherversuch ist die Feuchte ermittelt worden. Die Feuchten vor und nach den Scherversuchen sind in Tabelle 16 aufgelistet. Die Einzelmessungen befinden sich im Anhang C-3 bis C-6.

Tabelle 16: Gemessene Feuchte mit relativem Fehler vor und nach dem Scherversuch

Fließort Nr.	Feuchte vor dem Scherversuch in %	Feuchte nach dem Scherversuch in %	Feuchtigkeitsverlust in %
1	$3,32 \pm 0,92$	$3,32 \pm 2,95$	$0,10 \pm 3,87$
2	$3,36 \pm 3,15$	$3,06 \pm 5,49$	$8,93 \pm 8,63$
3	$3,16 \pm 4,97$	$2,95 \pm 3,95$	$6,74 \pm 8,91$
4	$3,21 \pm 1,90$	$3,09 \pm 2,51$	$3,71 \pm 4,41$

Der Feuchtigkeitsverlust variiert zwischen 0,10 % und 8,93 %. Es wird die Hypothese aufgestellt, dass durch die vertikale Belastung geringe Wassermengen verdrängt und nach unten gedrückt werden. Dadurch ergibt sich über die Probenhöhe eine andere Verteilung der Feuchte. Die Hypothese basiert auf der Beobachtung, dass der relative Fehler nach dem Scherversuch bei allen Versuchen angestiegen ist und somit die Schwankungen der Feuchte in der SKF stärker variiert als vor dem Scherversuch. Je stärker die Belastung von oben auf die Flugasche wirkt, desto mehr Wasser wird verdrängt. Aus diesem Grund ist der Feuchtigkeitsverlust bei Fließort 1 am geringsten und steigt mit der Belastung an (Tabelle 16). Entscheidend ist daher an welcher Stelle der Gesamtprobe die drei Proben entnommen wurden. Anhand der Einzelmessungen von Versuch 2 ist zu beobachten, dass die gemessenen Feuchten sowohl um +8 % als auch um -8 % vom Mittelwert abweichen und sich somit die Feuchte anders verteilt (Anhang C-7).

## 6.4 Fehlerbetrachtung

Die Ermittlung eines Fließorts wird während der Versuchsdurchführung von zahlreichen Faktoren beeinflusst. Demnach müssen bestimmte Fehlerquellen und Unsicherheiten bei der Datenerhebung und -interpretation berücksichtigt werden.

Bei der Probenvorbereitung ist die Homogenität der Flugascheproben entscheidend für genaue Scherversuchsergebnisse. Während der experimentellen Versuchsvorbereitung und -durchführung wurde sorgfältig darauf geachtet unter standardisierten Bedingungen durchzuführen. Dennoch können lokale Variationen in der Partikelgröße und -verteilung sowie auch in der Zusammensetzung der Flugaschen zu Unregelmäßigkeiten der resultierenden Fließorten führen.

Ein weiterer Aspekt, der sich auf die berechnete Schüttgutdichte aus dem Scherversuch auswirkt, ist die leicht ungleichmäßige Absenkung des Scherdeckels. Um die Absenkung des Scherdeckels zu messen, gibt es zwei mögliche Messstellen, die sich auf dem Querträger auf den gegenüberliegenden Seiten befinden. Um Messfehler bestmöglich auszugleichen, ist an beiden Messstellen die Absenkung gemessen und daraus der Mittelwert gebildet worden. Dennoch beträgt die absolute Abweichung zwischen den beiden Messstellen  $\pm 0,32$  mm über alle Versuchsdurchführungen. Diese Abweichung ist vernachlässigbar, da sie die Berechnung des Volumens durch das große Probenvolumen von  $900 \text{ cm}^3$  nicht signifikant ändert.

Einen weiteren Einfluss auf die Messergebnisse haben die angegebenen Massen. Bei der Messung eines Eichgewichts von 2 kg zeigt die Waage einen Messwert von 1999,1 g an. Daraus ergibt sich ein Fehler von - 0,045 %. In Anbetracht der Annahme, dass die verwendete Waage Sartorius CP4201 nicht ordnungsgemäß geeicht ist, manifestiert sich der Fehler als systematischer Fehler, der bei jeder Messung wiederkehrt. Dieser Fehler ist sehr gering und ebenfalls vernachlässigbar.

Für die Durchführung der Scherversuche sind Gewichtsstücke mit der Masse von 1 kg und 2 kg verwendet worden. Die Massen wurden vor der Durchführung nicht überprüft. Es wurde stattdessen angenommen, dass die Gewichtsstücke die deklarierten Massen besitzen. Die tatsächliche Masse wurde nachträglich gewogen. Es wurde ermittelt, dass die Massen der Gewichtsstücke größer sind als zuvor angenommen. Ein Grund für die Zunahme der Gewichtsstücke ist, dass Aluminiumstücke mit Sauerstoff aus der Luft reagieren und sich dadurch eine festhaftende Schicht aus Aluminiumoxid bildet. [34, S. 225] Die Abweichung der Masse stellt Tabelle 17 dar:

Tabelle 17: Fehler der Gewichtsstücke

Angenommene Masse in g	Mittelwert in g	Absoluter Fehler in g	Relativer Fehler in %
1000	1007,4	$\pm 7,4$	$\pm 0,74$
2000	2011,6	$\pm 11,6$	$\pm 0,58$

Die relativen Fehler aus Tabelle 17 sind als gering zu bewerten. Würden die Gewichtsstücke als An- bzw. Abscherlast aufgegeben werden, würde sich der absolute Fehler vergrößern, der relative Fehler würde jedoch bestehen bleiben. Die korrigierten An- und Abscherlasten erhöhten sich um den gleichen prozentualen Wert. Somit sind die Auswirkungen auf das Messergebnis minimal. Nachgewiesen wurden diese Auswirkungen anhand von Versuch 8 der SKF, bei dem in die Software RSV 95 die angenommenen und die korrekten An- und Abscherlasten von Fließort 3 eingetragen und die beiden Ergebnisse miteinander verglichen wurden. Der Fließort mit den korrigierten An- und Abscherlasten ist in Anhang H-4 dargestellt. Die Auswirkungen der fehlerhaften Angabe der An- und Abscherlasten auf den Fließort zeigt Tabelle 18:

Tabelle 18: Auswirkungen der fehlerhaften Gewichtsangabe auf den Fließort

	$\sigma_1$ in Pa	$\sigma_c$ in Pa	$ff_c$
<b>Mit angenommenen Gewichten</b>	13987	2575	5,43
<b>Mit korrekten Gewichten</b>	14012	2557	5,48
<b>Relativer Fehler in %</b>	$\pm 0,18$	$\pm 0,70$	$\pm 0,92$

Die relativen Fehler sind ebenfalls als gering zu bewerten und deshalb ist die Abweichung zwischen angenommenen und korrekten Gewichten vernachlässigbar.

Durch diese Abweichung der Gewichtsstücke führt dies auch zu einem Fehler bei der Kalibrierung bzw. zu einem Fehler bei der Umrechnung von der Spannung in V in die Scherkraft in kg. Wird die Kalibrierung nicht mit den angenommenen 4 kg durchgeführt, sondern mit einem mittleren Gewicht von 4,022 kg, erhöht sich der Umrechnungsfaktor von 3,92 auf 3,94 um 0,55 %. Auch diese Abweichung ist sehr klein und hat keinen signifikanten Einfluss auf das Ergebnis.

Ein weiterer Fehler bei der Konstruktion der Fließorte tritt bei zwei Versuchen durch die Software RSV 95 auf (BKF Versuch 2, SKF Versuch 12). Die ermittelten Scherkräfte aus dem Spannungsverlauf entwickelten keinen Fließort. Daher wurden die Scherkräfte der Abscherpunkte minimal angepasst bis die Software ein Fließort konstruieren konnte. Die genaue Ursache für dieses Problem ist unklar und könnte nachgelagert mit dem Software-Hersteller analysiert werden.

Zusammenfassend werden die Ergebnisse aus den Scherversuchen durch viele Faktoren beeinflusst. Diese Einflussfaktoren begründen die Differenz der Ergebnisse zu den Vergleichswerten von Schwedes + Schulze Schüttguttechnik GmbH. Dennoch wurden die Messungen so präzise und sorgfältig wie möglich ausgeführt.

## 7 Zusammenfassung

Aus den experimentellen Untersuchungen ging hervor, dass die trockene SKF aufgrund ihrer niedrigen Fließfähigkeit ein schlechteres Fließverhalten aufweist als die BKF. Diese Aussage wird durch die experimentellen Voruntersuchungen bestätigt. Die Vorversuche ergaben, dass die BKF aufgrund der leicht geringeren Verdichtbarkeit, der größeren und ungleichmäßig geformten Partikeln, sowie der schmaleren Partikelgrößenverteilung ein besseres Fließverhalten aufweist. Anhand der untersuchten Schüttguteigenschaften zeigt die SKF ein schlechteres Fließverhalten aufgrund der kleineren und runden Partikel, der höheren Verdichtbarkeit und der breiteren Verteilung.

Die Messungen zur Reproduzierbarkeit der Scherversuche zeigte, dass anhand der Spannungsverläufe der SKF die Fließorte reproduzierbar sind. Bei der BKF sind die Spannungsverläufe, der Verfestigungszustand und die Fließorte schlecht reproduzierbar. Dies ist auf den Stick-Slip-Effekt zurückzuführen. Um auszuschließen, dass dieser Effekt auf das Systemverhalten zurückzuführen ist, bedarf es eine Untersuchung mit einem anderen Ringschergerät. Folglich konnten keine weiteren Fließorte mit hoher Genauigkeit für die Konstruktion einer Fließfunktion aufgenommen werden. Dementsprechend ist die Untersuchung des Festigkeitsverhaltens bei einer Materialfeuchte von 3 % nicht möglich.

Aus dem Vergleich mit den Fließorten von Schwedes + Schulze Schüttguttechnik GmbH ergab sich eine größere Abweichung der Fließfähigkeit bezüglich der Verfestigungsspannung. Der Grund für diese Abweichungen ist die Messung mit einer automatischen Scherzelle, wodurch genauere Messergebnisse erzielt werden. Eine Untersuchung der Einflüsse auf das Messergebnis zeigte, dass fehlerhafte Massenangaben der Gewichtsstücke Abweichungen in der Kalibrierung und bei der Bestimmung der Scherkräfte verursachen können.

Die Untersuchung des Festigkeitsverhaltens der SKF mit einer Materialfeuchte von 3 % verdeutlicht, dass die Haftkräfte aufgrund der entstandenen Flüssigkeitsbrücken ansteigen. Über die zu scherende Fläche ist eine größere Scherkraft und somit eine höhere Schubspannung nötig, um das stationäre und beginnende Fließen zu erreichen. Daraus ergibt sich eine niedrigere Fließfähigkeit bei jeder Verfestigungsspannung im Vergleich zu der trockenen SKF.

Die Trocknung der Steinkohleflugasche hatte weder Auswirkungen auf das Fließverhalten im getrockneten Zustand, noch konnten Besonderheiten bei der Wiederbefeuchtung verzeichnet werden. Angesichts des typischen Verlaufes der Fließfunktion der feuchten Steinkohleflugasche zeigte sich ebenfalls keine Veränderung im Fließverhalten.

Aus den Erkenntnissen lässt sich die Schlussfolgerung ziehen, dass sowohl bei der trockenen als auch bei der feuchten SKF ein besseres Fließverhalten erzielt werden kann, wenn die Flugasche bei einer hohen Anscherlast und der resultierenden hohen Verfestigungsspannung geschert wird. Eine geringe Materialfeuchte führt zu geringen Adhäsionskräften zwischen Partikeln und Partikeln und Wand. Folglich erleichtert es die Bewegung der Partikel gegeneinander und verbessert somit das Fließverhalten der Flugasche. Die optimalen Bedingungen für das bestmögliche Fließverhalten sind eine möglichst geringe Materialfeuchte und eine hohe Verfestigungsspannung.

## Eidesstattliche Erklärung

Hiermit erkläre ich Nele Schmidt, dass ich die vorliegende Bachelorarbeit selbstständig verfasst und keine anderen als die Quellen und Hilfsmittel benutzt habe.

Diese Arbeit wurde bisher nicht veröffentlicht oder einer anderen Prüfungskommission vorgelegt.

Hamburg, den 18.12.2023

---

Nele Schmidt

## Literatur

- [1] D. Schulze, *Pulver und Schüttgüter*. Berlin, Heidelberg: Springer Berlin Heidelberg, 2019.
- [2] P. Hilgraf, *Projektierung und Auslegung von Schüttgutanlagen: Darstellung anhand von Praxisbeispielen*, 1. Aufl. Berlin, Heidelberg: Springer Berlin Heidelberg; Springer Vieweg, 2022.
- [3] *DIN EN 450-1:2012-10 Flugasche für Beton - Definition, Anforderungen und Konformitätskriterien*, DIN Deutsches Institut für Normung e.V. Herausgeber Beuth Verlag GmbH Berlin.
- [4] *DIN EN 197-1:2011-11, Zement\_ - Teil\_1: Zusammensetzung, Anforderungen und Konformitätskriterien von Normalzement; Deutsche Fassung EN\_197-1:2011*, Berlin.
- [5] G. Borowski und M. Ozga, "Comparison of the processing conditions and the properties of granules made from fly ash of lignite and coal," *Waste management (New York, N.Y.)*, Early Access. doi: 10.1016/j.wasman.2020.01.024.
- [6] W. Rosita, I. M. Bendiyasa, I. Perdana und F. Anggara, "Sequential particle-size and magnetic separation for enrichment of rare-earth elements and yttrium in Indonesia coal fly ash," *Journal of Environmental Chemical Engineering*, Jg. 8, Nr. 1, S. 103575, 2020, doi: 10.1016/j.jece.2019.103575.
- [7] A. Uliasz-Bocheńczyk, E. Mokrzycki, Z. Piotrowski und R. Pomykała, "Estimation of CO<sub>2</sub> sequestration potential via mineral carbonation in fly ash from lignite combustion in Poland," *Energy Procedia*, Jg. 1, Nr. 1, S. 4873–4879, 2009. doi: 10.1016/j.egypro.2009.02.316. [Online]. Verfügbar unter: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S187661020900959X>
- [8] U. Nolting, F. Dehn, M. Haist und J. Link, Hg. *Betone der Zukunft: Herausforderung und Chancen : 14. Symposium Baustoffe und Bauwerkserhaltung, Karlsruher Institut für Technologie (KIT), 21. März 2018*. Karlsruhe: KIT Scientific Publishing, 2018.
- [9] *DIN 197-1:2011-11 Zement - Zusammensetzung, Anforderungen und Konformitätskriterien von Normalzement*, DIN Deutsches Institut für Normung e.V. Herausgeber Beuth Verlag GmbH Berlin.
- [10] Heinrich Schubert, *Handbuch der mechanischen Verfahrenstechnik*, 1. Aufl. Weinheim: Wiley-VCH.
- [11] A. W. Jenike, *storage and flow of solids*, 123. Aufl. Salt Lake City: University of Utah, 1964.
- [12] M. Stieß, *Mechanische Verfahrenstechnik - Partikeltechnologie 1*, 3. Aufl. (Spinger-Lehrbuch). Berlin, Heidelberg: Springer Berlin Heidelberg, 2009. [Online]. Verfügbar unter: <http://site.ebrary.com/lib/alltitles/docDetail.action?docID=10257925>
- [13] M. Bohnet, *Mechanische Verfahrenstechnik*. Hoboken: John Wiley & Sons, 2012.
- [14] M. H. Pahl, *Lagern, Fördern und Dosieren von Schüttgütern*, 2. Aufl. (Praxiswissen Verfahrenstechnik : Mechanische Verfahrenstechnik). Leipzig, Köln, Köln: Fachbuchverl.; Verl. TÜV Rheinland, 1993.
- [15] M. Löffler-Mang, *Optische Sensorik: Lasertechnik, Experimente, Light Barriers*, 1. Aufl. (Studium Fertigung). Wiesbaden: Vieweg + Teubner, 2012.
- [16] R. R. Retamal Marín, *Charakterisierung von Nanomaterialien in flüssigen dispersen Systemen*. Wiesbaden: Springer Vieweg, 2022.
- [17] KERN & Sohn GmbH. "Applikationshandbuch Feuchtebestimmer." [Online.] Verfügbar: [www.kern-sohn.com](http://www.kern-sohn.com)



- [18] A. Mersmann, M. Kind und J. Stichelmaier, *Thermische Verfahrenstechnik: Grundlagen und Methoden (Chemische Technik/Verfahrenstechnik): Grundlagen und Methoden*, 2. Aufl. (Chemische Technik/Verfahrenstechnik). Berlin: Springer, 2005. [Online]. Verfügbar unter: <https://search.ebscohost.com/login.aspx?direct=true&scope=site&db=nlebk&db=nlabk&AN=146803>
- [19] K. Höfl, *Zerkleinerungs- und Klassiermaschinen*. Springer Nature, 2013.
- [20] M. Kraume, *Transportvorgänge in der Verfahrenstechnik: Grundlagen und apparative Umsetzungen*, 3. Aufl. (Springer Lehrbuch). Berlin, Heidelberg: Springer Vieweg, 2020.
- [21] *DIN ISO 697:1984-01, Tenside; Waschmittel; Bestimmung der Schüttdichte; Verfahren durch Messen der Masse eines gegebenen Volumens*, Berlin.
- [22] *DIN 66137-2:2019-03, Bestimmung der Dichte fester Stoffe\_ - Teil\_2: Gaspyknometrie*, Berlin.
- [23] Porotec GmbH, *Pycnomatic ATC Helium-Pyknometer: Bedienungsanleitung*.
- [24] *DIN EN ISO 787-11:1995-10, Allgemeine Prüfverfahren für Pigmente und Füllstoffe\_ - Teil\_11: Bestimmung des Stampfvolumens und der Stampfdichte (ISO\_787-11:1981); Deutsche Fassung EN\_ISO\_787-11:1995*, Berlin.
- [25] "KEYENCE Digitalmikroskop VHX 7000." Zugriff am: 13. November 2023. [Online.] Verfügbar: <https://www.keyence.de/products/microscope/digital-microscope/vhx-7000/>
- [26] Dietmar Schulze, *RSV95: Programm zur Auswertung von Messungen mit dem Ringschergerät RST-01.01*, 2013.
- [27] Maschinenfabrik Gustav Eirich GmbH & Co KG. "Der EirichIntensivmischer Typ EL1." Zugriff am: 13. November 2023. [Online.] Verfügbar: [www.eirich.de](http://www.eirich.de)
- [28] "MI1913\_1\_de\_Intensivmischer," [Online]. Verfügbar unter: [https://www.eirich.de/fileadmin/user\\_upload/Eirich\\_Bilder/1.Produkte\\_Verfahren/1.Mischtechnik/3.Intensivmischer/MI1913\\_1\\_de\\_Intensivmischer.pdf](https://www.eirich.de/fileadmin/user_upload/Eirich_Bilder/1.Produkte_Verfahren/1.Mischtechnik/3.Intensivmischer/MI1913_1_de_Intensivmischer.pdf)
- [29] IKA-Werke GmbH & Co. KG. "IKA Oven 125 basic und control dry/dry glass." Zugriff am: 15. November 2023. [Online.] Verfügbar: [www.ika.com](http://www.ika.com)
- [30] Hochschule für Angewandte Wissenschaften Hamburg, "Wirbelschicht," Versuchsbeschreibung, Hochschule für Angewandte Wissenschaft Hamburg, Labor für Verfahrenstechnik, 2011.
- [31] Mb. "SHEAR-TEST- Schüttgutdichte von Pulvern und Schüttgütern." Zugriff am: 10. Dezember 2023. [Online.] Verfügbar: <https://www.shear-test.de/doc/dichtemessung.php>
- [32] Mario Dikty, "Scherversuche mit Stein- und Braunkohleflugasche der Firma Schwedes + Schulze Schüttguttechnik GmbH", persönliche Kommunikation, Okt. 2023.
- [33] Dr. Dietmar Schulze. "Ringschergerät RST-XS.s: - noch kleiner - noch mehr Funktionen." Zugriff am: 26. November 2023Uhr. [Online.] Verfügbar: [https://www.dietmar-schulze.de/flyer/rstxss\\_d.pdf](https://www.dietmar-schulze.de/flyer/rstxss_d.pdf)
- [34] F. Ostermann, *Anwendungstechnologie Aluminium*, 2. Aufl. (VDI-Buch). Berlin, Heidelberg: Springer, 2007.

# Anhang

Anhang A: Messergebnisse der Dichtemessungen .....	66
Anhang A-1: Schüttgütdichte der Steinkohleflugasche.....	66
Anhang A-2: Schüttgütdichte der Braunkohleflugasche .....	66
Anhang A-3: Stampfdichte der Steinkohleflugasche.....	66
Anhang A-4: Stampfdichte der Braunkohleflugasche .....	66
Anhang A-5: Feststoffdichte der Steinkohleflugasche .....	66
Anhang A-6: Feststoffdichte der Braunkohleflugasche.....	66
Anhang B: Messergebnisse der Partikelgrößenverteilung .....	67
Anhang B-1: Partikelgrößenverteilung der Braunkohleflugasche - in Luft gemessen .....	67
Anhang B-2: Partikelgrößenverteilung der Steinkohleflugasche - in Luft gemessen.....	69
Anhang B-3: Partikelgrößenverteilung der Braunkohleflugasche - in Wasser mit und ohne Ultraschall gemessen.....	71
Anhang B-4: Partikelgrößenverteilung der Steinkohleflugasche - in Wasser mit und ohne Ultraschall gemessen.....	75
Anhang C: Messergebnisse der Feuchtemessungen.....	79
Anhang C-1: Grundfeuchte der Steinkohleflugasche .....	79
Anhang C-2: Grundfeuchte der Braunkohleflugasche.....	79
Anhang C-3: Zwischenmessung Feuchte nach Mischvorgängen der SKF – Hauptversuch 1 .....	79
Anhang C-4: Zwischenmessung Feuchte nach Mischvorgängen der SKF – Hauptversuch 2 .....	79
Anhang C-5: Zwischenmessung Feuchte nach Mischvorgängen der SKF – Hauptversuch 3 .....	79
Anhang C-6: Zwischenmessung Feuchte nach Mischvorgängen der SKF – Hauptversuch 4 .....	80
Anhang C-7: Feuchte nach dem Scherversuch der Steinkohleflugasche .....	80
Anhang C-8: Feuchte nach der Trocknung .....	80
Anhang D: aufgenommene Spannungsverläufe der Steinkohleflugasche .....	81
Anhang D-1: Versuch 1 mit 10 kg Anscherlast .....	81
Anhang D-2: Versuch 2 mit 10 kg Anscherlast .....	81
Anhang D-3: Versuch 3 mit 10 kg Anscherlast .....	81
Anhang D-4: Versuch 5 mit 5 kg Anscherlast .....	82
Anhang D-5: Versuch 6 mit 5 kg Anscherlast .....	82
Anhang D-6: Versuch 7 mit 5 kg Anscherlast .....	82
Anhang D-7: Versuch 8 mit 15 kg Anscherlast .....	83
Anhang D-8: Versuch 9 mit 15 kg Anscherlast .....	83

Anhang D-9: Versuch 10 mit 15 kg Anscherlast .....	83
Anhang D-10: Versuch 11 mit 20 kg Anscherlast .....	84
Anhang D-11: Versuch 12 mit 20 kg Anscherlast .....	84
Anhang D-12: Versuch 13 mit 20 kg Anscherlast .....	84
Anhang E: Aufgenommene Spannungsverläufe der Braunkohleflugasche mit 10 kg Anscherlast .....	85
Anhang E-1: Versuch 1 .....	85
Anhang E-2: Versuch 2 .....	85
Anhang E-3: Versuch 4 .....	86
Anhang E-4: Versuch 5 .....	86
Anhang E-5: Versuch 6 .....	86
Anhang E-6: Versuch 7 .....	87
Anhang E-7: Versuch 8 .....	87
Anhang E-8: Versuch 9 .....	87
Anhang F: aufgenommene Spannungsverläufe der feuchten Steinkohleflugasche .....	88
Anhang F-1: Hauptversuch 1 mit 5 kg Anscherlast.....	88
Anhang F-2: Hauptversuch 3 mit 15 kg Anscherlast.....	88
Anhang F-3: Hauptversuch 4 mit 20 kg Anscherlast.....	88
Anhang G: Versuchsparameter für die Fließorte .....	89
Anhang G-1: Ermittelte Versuchsparameter der Steinkohleflugasche für die Fließorte .....	89
Anhang G-2: Ermittelte Versuchsparameter der Braunkohleflugasche für die Fließorte.....	90
Anhang H: Fließorte.....	91
Anhang H-1: Fließorte der Steinkohleflugasche mit 5 kg Anscherlast .....	91
Anhang H-2: Fließorte der Steinkohleflugasche mit 15 kg Anscherlast .....	91
Anhang H-3: Fließorte der Steinkohleflugasche mit 20 kg Anscherlast .....	92
Anhang H-4: Fließort der Steinkohleflugasche Versuch 8 mit korrigierten Gewichtsangaben.....	92

## Anhang A: Messergebnisse der Dichtemessungen

### Anhang A-1: Schüttgutedichte der Steinkohleflugasche

Masse des leeren Messzylinders: 184,9 g

Messung	Masse in g	Volumen in ml	Schüttdichte in $kg/m^3$
1	364,7	162	1109,9
2	412,2	200	1136,5
3	380,8	174	1125,9

### Anhang A-2: Schüttgutedichte der Braunkohleflugasche

Masse des leeren Messzylinders: 184,9 g

Messung	Masse in g	Volumen in ml	Schüttdichte in $kg/m^3$
1	327,0	164	866,5
2	342,5	186	847,3
3	338,8	182	845,6

### Anhang A-3: Stampfdichte der Steinkohleflugasche

Messung	Umdrehungen	Masse in g	Volumen in ml	Stampfdichte in $kg/m^3$
1	1250	364,7	112	1109,9
2	1500	412,2	142	1136,5
3	1250	380,8	121	1125,9

### Anhang A-4: Stampfdichte der Braunkohleflugasche

Messung	Umdrehungen	Masse in g	Volumen in ml	Stampfdichte in $kg/m^3$
1	1250	327,0	118	866,5
2	1500	342,5	132	847,3
3	1250	338,8	129	845,6

### Anhang A-5: Feststoffdichte der Steinkohleflugasche

Messung	Feststoffdichte in $g/cm^3$
1	2,7284
2	2,7279
3	2,7532

### Anhang A-6: Feststoffdichte der Braunkohleflugasche

Messung	Feststoffdichtedichte in $g/cm^3$
1	2,4395
2	2,4760
3	2,4634

## Anhang B: Messergebnisse der Partikelgrößenverteilung

### Anhang B-1: Partikelgrößenverteilung der Braunkohleflugasche - in Luft gemessen

#### Beckman Coulter LS Particle Size Analyzer

15 Sep 2023

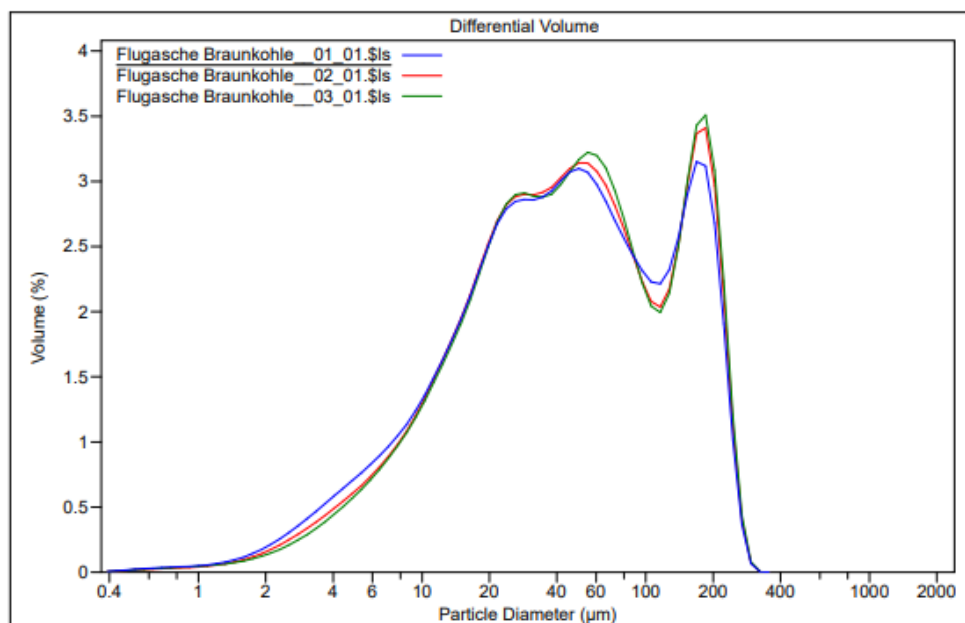
File name:	C:\Users\labor\Desktop\Documents\Frau Nele Schmidt\Flugasche Braunkohle__01_01.\$ls		
	Flugasche Braunkohle__01_01.\$ls		
File ID:	Flugasche Braunkohle		
Operator:	MH		
Run number:	1		
Optical model:	SiC.rf780f		
Fluid R.I.:	1	Sample R.I.:	2.65 i0
Residual:	0.68%		
LS 13 320	Dry Powder System		
Start time:	13:36 15 Sep 2023	Run length:	95 seconds
Average Vacuum:	8.0" H2O		
Obscuration:	8%		
Software:	5.01	Firmware:	2.02

File name:	C:\Users\labor\Desktop\Documents\Frau Nele Schmidt\Flugasche Braunkohle__02_01.\$ls		
	Flugasche Braunkohle__02_01.\$ls		
File ID:	Flugasche Braunkohle		
Operator:	MH		
Run number:	2		
Optical model:	SiC.rf780f		
Fluid R.I.:	1	Sample R.I.:	2.65 i0
Residual:	0.82%		
LS 13 320	Dry Powder System		
Start time:	13:40 15 Sep 2023	Run length:	127 seconds
Average Vacuum:	8.0" H2O		
Obscuration:	9%		
Software:	5.01	Firmware:	2.02

File name:	C:\Users\labor\Desktop\Documents\Frau Nele Schmidt\Flugasche Braunkohle__03_01.\$ls		
	Flugasche Braunkohle__03_01.\$ls		
File ID:	Flugasche Braunkohle		
Operator:	MH		
Run number:	3		
Optical model:	SiC.rf780f		
Fluid R.I.:	1	Sample R.I.:	2.65 i0
Residual:	1.06%		
LS 13 320	Dry Powder System		
Start time:	13:44 15 Sep 2023	Run length:	139 seconds
Average Vacuum:	7.8" H2O		
Obscuration:	9%		
Software:	5.01	Firmware:	2.02

# Beckman Coulter LS Particle Size Analyzer

15 Sep 2023



Volume Statistics (Arithmetic)		Flugasche Braunkohle_01_01.\$ls		
Calculations from 0.375 µm to 2000 µm				
Volume:	100%			
Mean:	67.27 µm	S.D.:	63.37 µm	
Median:	43.17 µm			
Mode:	168.9 µm			
Specific Surf. Area:	3347 cm <sup>2</sup> /mL			
d <sub>50</sub> :	43.17 µm			
<10%	<25%	<50%	<75%	<90%
8.141 µm	18.84 µm	43.17 µm	99.33 µm	172.7 µm

Volume Statistics (Arithmetic)		Flugasche Braunkohle_02_01.\$ls		
Calculations from 0.375 µm to 2000 µm				
Volume:	100%			
Mean:	69.44 µm	S.D.:	64.61 µm	
Median:	44.79 µm			
Mode:	185.4 µm			
Specific Surf. Area:	3069 cm <sup>2</sup> /mL			
d <sub>50</sub> :	44.79 µm			
<10%	<25%	<50%	<75%	<90%
9.140 µm	19.91 µm	44.79 µm	102.4 µm	177.5 µm

# Beckman Coulter LS Particle Size Analyzer

15 Sep 2023

Volume Statistics (Arithmetic)		Flugasche Braunkohle_03_01.\$ls		
Calculations from 0.375 µm to 2000 µm				
Volume:	100%			
Mean:	70.64 µm	S.D.:	65.15 µm	
Median:	46.10 µm			
Mode:	185.4 µm			
Specific Surf. Area:	2981 cm <sup>2</sup> /mL			
d <sub>50</sub> :	46.10 µm			
<10%	<25%	<50%	<75%	<90%
9.542 µm	20.50 µm	46.10 µm	104.3 µm	179.7 µm

## Anhang B-2: Partikelgrößenverteilung der Steinkohleflugasche - in Luft gemessen

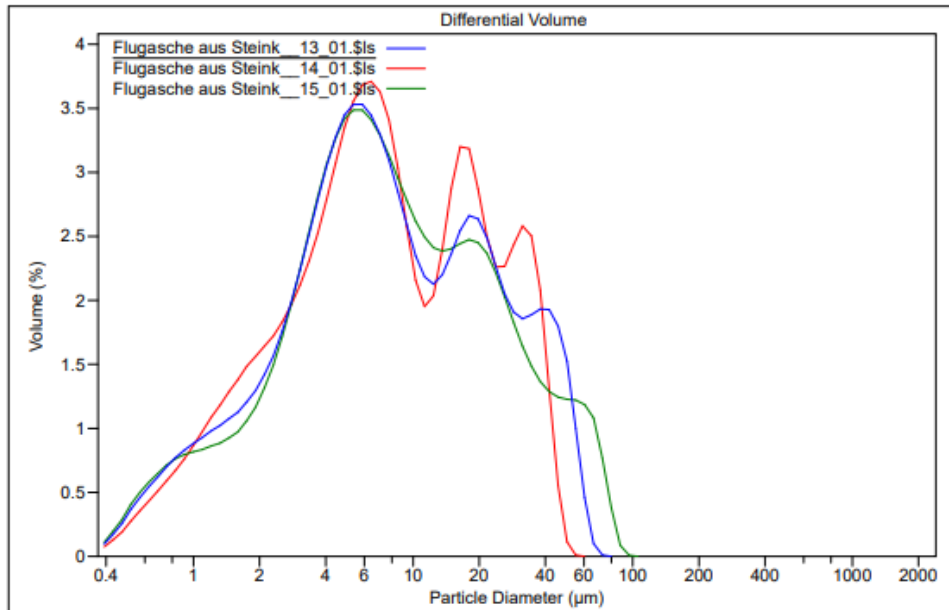
### Beckman Coulter LS Particle Size Analyzer

11 Sep 2023

File name:	C:\Users\labor\Desktop\Documents\Frau Nele Schmidt\Flugasche aus Steink__13_01.\$ls Flugasche aus Steink__13_01.\$ls		
File ID:	Flugasche aus Steinkohle		
Operator:	MH		
Run number:	13		
Comment 1:	trocken		
Optical model:	SiC.rf780f		
Fluid R.I.:	1	Sample R.I.:	2.65 i0
Residual:	0.50%		
LS 13 320	Dry Powder System		
Start time:	15:36 11 Sep 2023	Run length:	573 seconds
Average Vacuum:	7.8" H2O		
Obscuration:	9%		
Software:	5.01	Firmware:	2.02

File name:	C:\Users\labor\Desktop\Documents\Frau Nele Schmidt\Flugasche aus Steink__14_01.\$ls Flugasche aus Steink__14_01.\$ls		
File ID:	Flugasche aus Steinkohle		
Operator:	MH		
Run number:	14		
Comment 1:	trocken		
Optical model:	SiC.rf780f		
Fluid R.I.:	1	Sample R.I.:	2.65 i0
Residual:	0.86%		
LS 13 320	Dry Powder System		
Start time:	15:47 11 Sep 2023	Run length:	679 seconds
Average Vacuum:	7.4" H2O		
Obscuration:	9%		
Software:	5.01	Firmware:	2.02

File name:	C:\Users\labor\Desktop\Documents\Frau Nele Schmidt\Flugasche aus Steink__15_01.\$ls Flugasche aus Steink__15_01.\$ls		
File ID:	Flugasche aus Steinkohle		
Operator:	MH		
Run number:	15		
Comment 1:	trocken		
Optical model:	SiC.rf780f		
Fluid R.I.:	1	Sample R.I.:	2.65 i0
Residual:	0.28%		
LS 13 320	Dry Powder System		
Start time:	16:04 11 Sep 2023	Run length:	141 seconds
Average Vacuum:	7.3" H2O		
Obscuration:	9%		
Software:	5.01	Firmware:	2.02



Volume Statistics (Arithmetic)		Flugasche aus Steink__13_01.\$ls		
Calculations from 0.375 µm to 2000 µm				
Volume:	100%			
Mean:	12.85 µm	S.D.:	13.36 µm	
Median:	7.183 µm			
Mode:	5.878 µm			
Specific Surf. Area:	15508 cm <sup>2</sup> /mL			
d <sub>50</sub> :	7.183 µm			
<10%	<25%	<50%	<75%	<90%
1.559 µm	3.540 µm	7.183 µm	18.13 µm	34.10 µm

Volume Statistics (Arithmetic)		Flugasche aus Steink__14_01.\$ls		
Calculations from 0.375 µm to 2000 µm				
Volume:	100%			
Mean:	11.48 µm	S.D.:	10.75 µm	
Median:	7.110 µm			
Mode:	6.452 µm			
Specific Surf. Area:	15282 cm <sup>2</sup> /mL			
d <sub>50</sub> :	7.110 µm			
<10%	<25%	<50%	<75%	<90%
1.587 µm	3.465 µm	7.110 µm	17.02 µm	29.12 µm

Volume Statistics (Arithmetic)		Flugasche aus Steink__15_01.\$ls		
Calculations from 0.375 µm to 2000 µm				
Volume:	100%			
Mean:	13.88 µm	S.D.:	15.89 µm	
Median:	7.413 µm			
Mode:	5.354 µm			
Specific Surf. Area:	15280 cm <sup>2</sup> /mL			
d <sub>50</sub> :	7.413 µm			
<10%	<25%	<50%	<75%	<90%
1.623 µm	3.665 µm	7.413 µm	18.09 µm	35.91 µm



**Anhang B-3: Partikelgrößenverteilung der Braunkohleflugasche - in Wasser mit und ohne Ultraschall gemessen**

**Beckman Coulter LS Particle Size Analyzer**

11 Sep 2023

File name:	C:\Users\labor\Desktop\Documents\Frau Nele Schmidt\Flugasche aus Braunk__01_01.\$ls		
	Flugasche aus Braunk__01_01.\$ls		
File ID:	Flugasche aus Braunkohle		
Operator:	MH		
Run number:	1		
Comment 1:	ohne US		
Optical model:	Fraunhofer.rf780d		
Residual:	0.36%		
LS 13 320	Universal Liquid Module		
Start time:	14:17 11 Sep 2023	Run length:	60 seconds
Pump speed:	54%		
Obscuration:	11%		
Software:	5.01	Firmware:	2.02

File name:	C:\Users\labor\Desktop\Documents\Frau Nele Schmidt\Flugasche aus Braunk__02_01.\$ls		
	Flugasche aus Braunk__02_01.\$ls		
File ID:	Flugasche aus Braunkohle		
Operator:	MH		
Run number:	2		
Comment 1:	ohne US		
Optical model:	Fraunhofer.rf780d		
Residual:	0.51%		
LS 13 320	Universal Liquid Module		
Start time:	14:19 11 Sep 2023	Run length:	60 seconds
Pump speed:	54%		
Obscuration:	9%		
Software:	5.01	Firmware:	2.02

File name:	C:\Users\labor\Desktop\Documents\Frau Nele Schmidt\Flugasche aus Braunk__03_01.\$ls		
	Flugasche aus Braunk__03_01.\$ls		
File ID:	Flugasche aus Braunkohle		
Operator:	MH		
Run number:	3		
Comment 1:	ohne US		
Optical model:	Fraunhofer.rf780d		
Residual:	0.51%		
LS 13 320	Universal Liquid Module		
Start time:	14:20 11 Sep 2023	Run length:	60 seconds
Pump speed:	54%		
Obscuration:	9%		
Software:	5.01	Firmware:	2.02

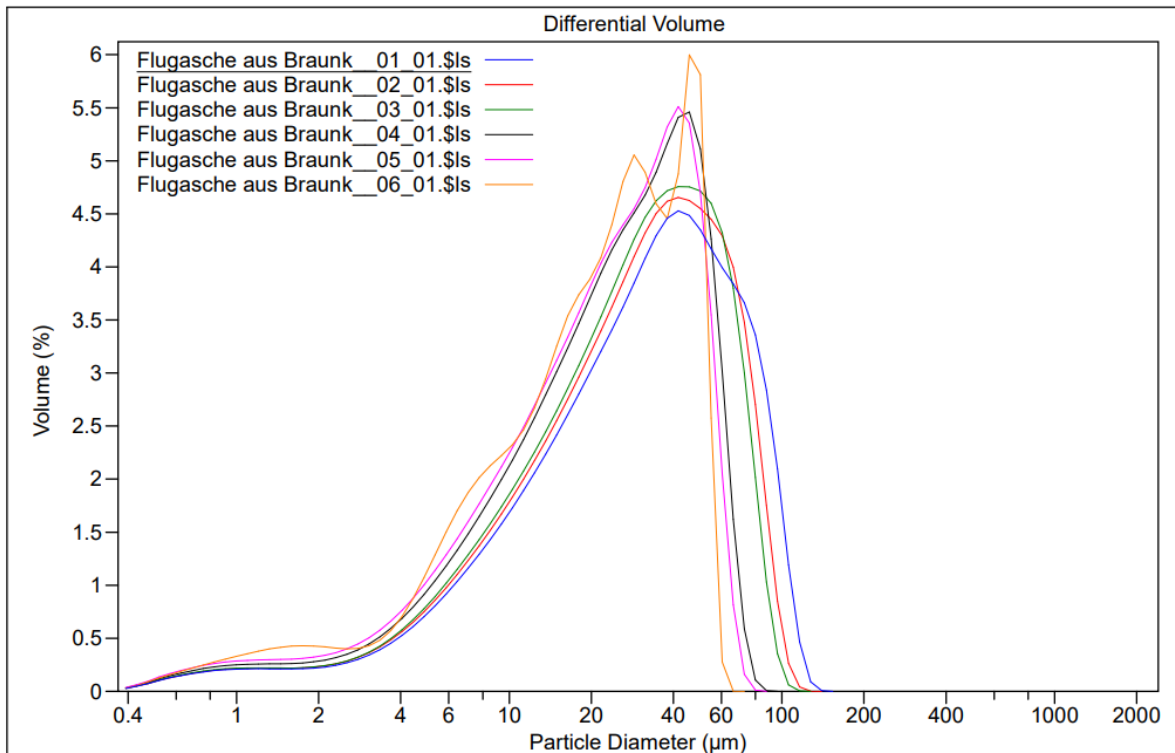
File name:	C:\Users\labor\Desktop\Documents\Frau Nele Schmidt\Flugasche aus Braunk__04_01.\$ls		
	Flugasche aus Braunk__04_01.\$ls		
File ID:	Flugasche aus Braunkohle		
Operator:	MH		
Run number:	4		
Comment 1:	mit US		
Optical model:	Fraunhofer.rf780d		
Residual:	1.08%		
LS 13 320	Universal Liquid Module		
Start time:	14:22 11 Sep 2023	Run length:	61 seconds
Pump speed:	54%		
Obscuration:	8%		
Software:	5.01	Firmware:	2.02

# Beckman Coulter LS Particle Size Analyzer

11 Sep 2023

File name:	C:\Users\labor\Desktop\Documents\Frau Nele Schmidt\Flugasche aus Braunk__05_01.\$ls Flugasche aus Braunk__05_01.\$ls		
File ID:	Flugasche aus Braunkohle		
Operator:	MH		
Run number:	5		
Comment 1:	mit US		
Optical model:	Fraunhofer.rf780d		
Residual:	1.00%		
LS 13 320	Universal Liquid Module		
Start time:	14:23 11 Sep 2023	Run length:	60 seconds
Pump speed:	54%		
Obscuration:	9%		
Software:	5.01	Firmware:	2.02

File name:	C:\Users\labor\Desktop\Documents\Frau Nele Schmidt\Flugasche aus Braunk__06_01.\$ls Flugasche aus Braunk__06_01.\$ls		
File ID:	Flugasche aus Braunkohle		
Operator:	MH		
Run number:	6		
Comment 1:	mit US		
Optical model:	Fraunhofer.rf780d		
Residual:	1.10%		
LS 13 320	Universal Liquid Module		
Start time:	14:24 11 Sep 2023	Run length:	60 seconds
Pump speed:	54%		
Obscuration:	9%		
Software:	5.01	Firmware:	2.02



# Beckman Coulter LS Particle Size Analyzer

11 Sep 2023

Volume Statistics (Arithmetic)		Flugasche aus Braunk__01_01.\$ls		
Calculations from 0.375 µm to 2000 µm				
Volume:	100%	S.D.:	26.48 µm	
Mean:	36.86 µm			
Median:	31.45 µm			
Mode:	41.68 µm			
Specific Surf. Area:	5039 cm <sup>2</sup> /mL			
d <sub>50</sub> :	31.45 µm			
<10%	<25%	<50%	<75%	<90%
6.876 µm	15.31 µm	31.45 µm	53.51 µm	76.54 µm

Volume Statistics (Arithmetic)		Flugasche aus Braunk__02_01.\$ls		
Calculations from 0.375 µm to 2000 µm				
Volume:	100%	S.D.:	23.33 µm	
Mean:	33.74 µm			
Median:	29.48 µm			
Mode:	41.68 µm			
Specific Surf. Area:	5225 cm <sup>2</sup> /mL			
d <sub>50</sub> :	29.48 µm			
<10%	<25%	<50%	<75%	<90%
6.589 µm	14.55 µm	29.48 µm	49.36 µm	68.21 µm

Volume Statistics (Arithmetic)		Flugasche aus Braunk__03_01.\$ls		
Calculations from 0.375 µm to 2000 µm				
Volume:	100%	S.D.:	21.73 µm	
Mean:	32.05 µm			
Median:	28.32 µm			
Mode:	41.68 µm			
Specific Surf. Area:	5359 cm <sup>2</sup> /mL			
d <sub>50</sub> :	28.32 µm			
<10%	<25%	<50%	<75%	<90%
6.442 µm	14.09 µm	28.32 µm	46.95 µm	63.85 µm

Volume Statistics (Arithmetic)		Flugasche aus Braunk__04_01.\$ls		
Calculations from 0.375 µm to 2000 µm				
Volume:	100%	S.D.:	17.52 µm	
Mean:	27.05 µm			
Median:	24.51 µm			
Mode:	45.76 µm			
Specific Surf. Area:	6020 cm <sup>2</sup> /mL			
d <sub>50</sub> :	24.51 µm			
<10%	<25%	<50%	<75%	<90%
5.646 µm	12.31 µm	24.51 µm	40.20 µm	52.26 µm

## Beckman Coulter LS Particle Size Analyzer

11 Sep 2023

Volume Statistics (Arithmetic)		Flugasche aus Braunk__05_01.\$ls		
Calculations from 0.375 $\mu\text{m}$ to 2000 $\mu\text{m}$				
Volume:	100%			
Mean:	25.33 $\mu\text{m}$	S.D.:	16.51 $\mu\text{m}$	
Median:	22.95 $\mu\text{m}$			
Mode:	41.68 $\mu\text{m}$			
Specific Surf. Area:	6541 $\text{cm}^2/\text{mL}$			
$d_{50}$ :	22.95 $\mu\text{m}$			
<10%	<25%	<50%	<75%	<90%
5.092 $\mu\text{m}$	11.36 $\mu\text{m}$	22.95 $\mu\text{m}$	37.89 $\mu\text{m}$	49.23 $\mu\text{m}$

Volume Statistics (Arithmetic)		Flugasche aus Braunk__06_01.\$ls		
Calculations from 0.375 $\mu\text{m}$ to 2000 $\mu\text{m}$				
Volume:	100%			
Mean:	23.72 $\mu\text{m}$	S.D.:	15.38 $\mu\text{m}$	
Median:	21.61 $\mu\text{m}$			
Mode:	45.76 $\mu\text{m}$			
Specific Surf. Area:	6935 $\text{cm}^2/\text{mL}$			
$d_{50}$ :	21.61 $\mu\text{m}$			
<10%	<25%	<50%	<75%	<90%
4.850 $\mu\text{m}$	10.50 $\mu\text{m}$	21.61 $\mu\text{m}$	35.54 $\mu\text{m}$	46.99 $\mu\text{m}$

**Anhang B-4: Partikelgrößenverteilung der Steinkohleflugasche - in Wasser mit und ohne Ultraschall gemessen**

**Beckman Coulter LS Particle Size Analyzer**

11 Sep 2023

File name:	C:\Users\labor\Desktop\Documents\Frau Nele Schmidt\Flugasche aus Steink__07_01.\$ls		
	Flugasche aus Steink__07_01.\$ls		
File ID:	Flugasche aus Steinkohle		
Operator:	MH		
Run number:	7		
Comment 1:	ohne US		
Optical model:	Fraunhofer.rf780d		
Residual:	0.52%		
LS 13 320	Universal Liquid Module		
Start time:	14:38 11 Sep 2023	Run length:	60 seconds
Pump speed:	54%		
Obscuration:	8%		
Software:	5.01	Firmware:	2.02

File name:	C:\Users\labor\Desktop\Documents\Frau Nele Schmidt\Flugasche aus Steink__08_01.\$ls		
	Flugasche aus Steink__08_01.\$ls		
File ID:	Flugasche aus Steinkohle		
Operator:	MH		
Run number:	8		
Comment 1:	ohne US		
Optical model:	Fraunhofer.rf780d		
Residual:	0.94%		
LS 13 320	Universal Liquid Module		
Start time:	14:40 11 Sep 2023	Run length:	60 seconds
Pump speed:	54%		
Obscuration:	8%		
Software:	5.01	Firmware:	2.02

File name:	C:\Users\labor\Desktop\Documents\Frau Nele Schmidt\Flugasche aus Steink__09_01.\$ls		
	Flugasche aus Steink__09_01.\$ls		
File ID:	Flugasche aus Steinkohle		
Operator:	MH		
Run number:	9		
Comment 1:	ohne US		
Optical model:	Fraunhofer.rf780d		
Residual:	0.85%		
LS 13 320	Universal Liquid Module		
Start time:	14:41 11 Sep 2023	Run length:	60 seconds
Pump speed:	54%		
Obscuration:	8%		
Software:	5.01	Firmware:	2.02

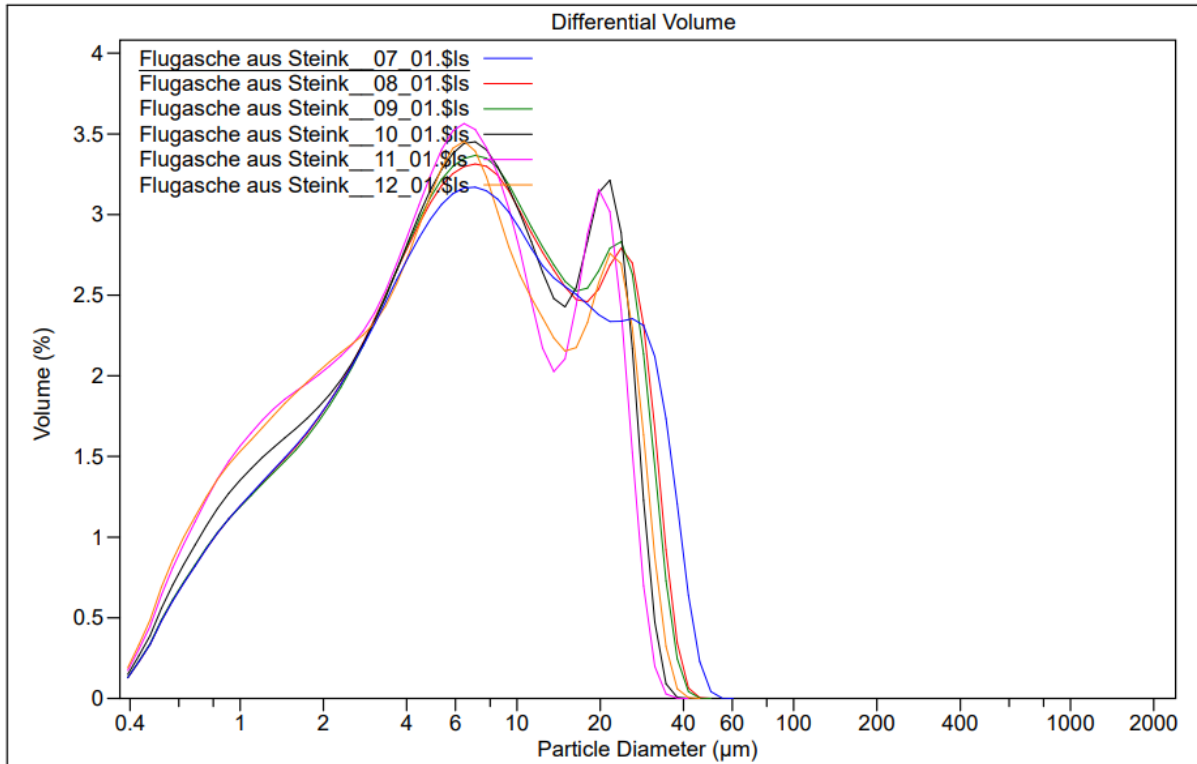
File name:	C:\Users\labor\Desktop\Documents\Frau Nele Schmidt\Flugasche aus Steink__10_01.\$ls		
	Flugasche aus Steink__10_01.\$ls		
File ID:	Flugasche aus Steinkohle		
Operator:	MH		
Run number:	10		
Comment 1:	mit US		
Optical model:	Fraunhofer.rf780d		
Residual:	1.18%		
LS 13 320	Universal Liquid Module		
Start time:	14:43 11 Sep 2023	Run length:	60 seconds
Pump speed:	54%		
Obscuration:	12%		
Software:	5.01	Firmware:	2.02

# Beckman Coulter LS Particle Size Analyzer

11 Sep 2023

File name:	C:\Users\labor\Desktop\Documents\Frau Nele Schmidt\Flugasche aus Steink__11_01.\$Is		
	Flugasche aus Steink__11_01.\$Is		
File ID:	Flugasche aus Steinkohle		
Operator:	MH		
Run number:	11		
Comment 1:	mit US		
Optical model:	Fraunhofer.rf780d		
Residual:	1.17%		
LS 13 320	Universal Liquid Module		
Start time:	14:44 11 Sep 2023	Run length:	60 seconds
Pump speed:	54%		
Obscuration:	20%		
Software:	5.01	Firmware:	2.02

File name:	C:\Users\labor\Desktop\Documents\Frau Nele Schmidt\Flugasche aus Steink__12_01.\$Is		
	Flugasche aus Steink__12_01.\$Is		
File ID:	Flugasche aus Steinkohle		
Operator:	MH		
Run number:	12		
Comment 1:	mit US		
Optical model:	Fraunhofer.rf780d		
Residual:	1.10%		
LS 13 320	Universal Liquid Module		
Start time:	14:46 11 Sep 2023	Run length:	60 seconds
Pump speed:	54%		
Obscuration:	32%		
Software:	5.01	Firmware:	2.02



## Beckman Coulter LS Particle Size Analyzer

11 Sep 2023

Volume Statistics (Arithmetic)		Flugasche aus Steink__07_01.\$Is		
Calculations from 0.375 $\mu\text{m}$ to 2000 $\mu\text{m}$				
Volume:	100%			
Mean:	10.08 $\mu\text{m}$	S.D.:	9.712 $\mu\text{m}$	
Median:	6.497 $\mu\text{m}$			
Mode:	7.084 $\mu\text{m}$			
Specific Surf. Area:	18358 $\text{cm}^2/\text{mL}$			
$d_{50}$ :	6.497 $\mu\text{m}$			
<10%	<25%	<50%	<75%	<90%
1.247 $\mu\text{m}$	2.790 $\mu\text{m}$	6.497 $\mu\text{m}$	14.37 $\mu\text{m}$	25.62 $\mu\text{m}$

Volume Statistics (Arithmetic)		Flugasche aus Steink__08_01.\$Is		
Calculations from 0.375 $\mu\text{m}$ to 2000 $\mu\text{m}$				
Volume:	100%			
Mean:	9.392 $\mu\text{m}$	S.D.:	8.572 $\mu\text{m}$	
Median:	6.368 $\mu\text{m}$			
Mode:	7.084 $\mu\text{m}$			
Specific Surf. Area:	18502 $\text{cm}^2/\text{mL}$			
$d_{50}$ :	6.368 $\mu\text{m}$			
<10%	<25%	<50%	<75%	<90%
1.246 $\mu\text{m}$	2.791 $\mu\text{m}$	6.368 $\mu\text{m}$	13.55 $\mu\text{m}$	23.38 $\mu\text{m}$

Volume Statistics (Arithmetic)		Flugasche aus Steink__09_01.\$Is		
Calculations from 0.375 $\mu\text{m}$ to 2000 $\mu\text{m}$				
Volume:	100%			
Mean:	9.257 $\mu\text{m}$	S.D.:	8.343 $\mu\text{m}$	
Median:	6.366 $\mu\text{m}$			
Mode:	7.084 $\mu\text{m}$			
Specific Surf. Area:	18518 $\text{cm}^2/\text{mL}$			
$d_{50}$ :	6.366 $\mu\text{m}$			
<10%	<25%	<50%	<75%	<90%
1.244 $\mu\text{m}$	2.808 $\mu\text{m}$	6.366 $\mu\text{m}$	13.39 $\mu\text{m}$	22.78 $\mu\text{m}$

Volume Statistics (Arithmetic)		Flugasche aus Steink__10_01.\$Is		
Calculations from 0.375 $\mu\text{m}$ to 2000 $\mu\text{m}$				
Volume:	100%			
Mean:	8.463 $\mu\text{m}$	S.D.:	7.473 $\mu\text{m}$	
Median:	5.951 $\mu\text{m}$			
Mode:	7.084 $\mu\text{m}$			
Specific Surf. Area:	19909 $\text{cm}^2/\text{mL}$			
$d_{50}$ :	5.951 $\mu\text{m}$			
<10%	<25%	<50%	<75%	<90%
1.139 $\mu\text{m}$	2.551 $\mu\text{m}$	5.951 $\mu\text{m}$	12.33 $\mu\text{m}$	20.75 $\mu\text{m}$

# Beckman Coulter LS Particle Size Analyzer

11 Sep 2023

Volume Statistics (Arithmetic)		Flugasche aus Steink__11_01.\$Is		
Calculations from 0.375 $\mu\text{m}$ to 2000 $\mu\text{m}$				
Volume:	100%	S.D.:	7.013 $\mu\text{m}$	
Mean:	7.710 $\mu\text{m}$			
Median:	5.347 $\mu\text{m}$			
Mode:	6.453 $\mu\text{m}$			
Specific Surf. Area:	21796 $\text{cm}^2/\text{mL}$			
$d_{50}$ :	5.347 $\mu\text{m}$			
<10%	<25%	<50%	<75%	<90%
1.044 $\mu\text{m}$	2.208 $\mu\text{m}$	5.347 $\mu\text{m}$	10.83 $\mu\text{m}$	19.47 $\mu\text{m}$

Volume Statistics (Arithmetic)		Flugasche aus Steink__12_01.\$Is		
Calculations from 0.375 $\mu\text{m}$ to 2000 $\mu\text{m}$				
Volume:	100%	S.D.:	7.804 $\mu\text{m}$	
Mean:	8.207 $\mu\text{m}$			
Median:	5.441 $\mu\text{m}$			
Mode:	6.453 $\mu\text{m}$			
Specific Surf. Area:	21833 $\text{cm}^2/\text{mL}$			
$d_{50}$ :	5.441 $\mu\text{m}$			
<10%	<25%	<50%	<75%	<90%
1.030 $\mu\text{m}$	2.197 $\mu\text{m}$	5.441 $\mu\text{m}$	11.61 $\mu\text{m}$	21.18 $\mu\text{m}$



## Anhang C: Messergebnisse der Feuchtemessungen

### Anhang C-1: Grundfeuchte der Steinkohleflugasche

Messung	Feuchte in % bei 120 °C	Feuchte in % bei 200 °C
1	0,565	0,935
2	0,602	0,947
3	0,650	0,838

### Anhang C-2: Grundfeuchte der Braunkohleflugasche

Messung	Feuchte in % bei 120 °C	Feuchte in % bei 200 °C
1	0,948	1,165
2	0,933	1,359
3	0,822	1,187

### Anhang C-3: Zwischenmessung Feuchte nach Mischvorgängen der SKF – Hauptversuch 1

Messung	Nach 300 s	Nach 600 s	Nach 900 s
1	2,416	2,588	3,367
2	2,663	2,829	3,324
3	2,857	2,754	3,277

### Anhang C-4: Zwischenmessung Feuchte nach Mischvorgängen der SKF – Hauptversuch 2

Messung	Nach 300 s	Nach 600 s	Nach 900 s
1	2,348	2,758	3,205
2	1,900	2,673	3,398
3	2,048	2,510	3,488

### Anhang C-5: Zwischenmessung Feuchte nach Mischvorgängen der SKF – Hauptversuch 3

Messung	Nach 300 s	Nach 600 s	Nach 900 s	Nach 1200 s	Nach 1500 s
1	2,831	2,829	2,673	2,379	3,066
2	3,016	3,273	2,834	2,878	3,399
3	2,851	2,932	2,699	2,826	3,026

**Anhang C-6: Zwischenmessung Feuchte nach Mischvorgängen der SKF – Hauptversuch 4**

Messung	Nach 300 s	Nach 600 s	Nach 900 s	Nach 1200 s
1	2,433	3,301	3,167	3,137
2	2,517	3,620	3,516	3,300
3	2,455	3,873	3,435	3,188

**Anhang C-7: Feuchte nach dem Scherversuch der Steinkohleflugasche**

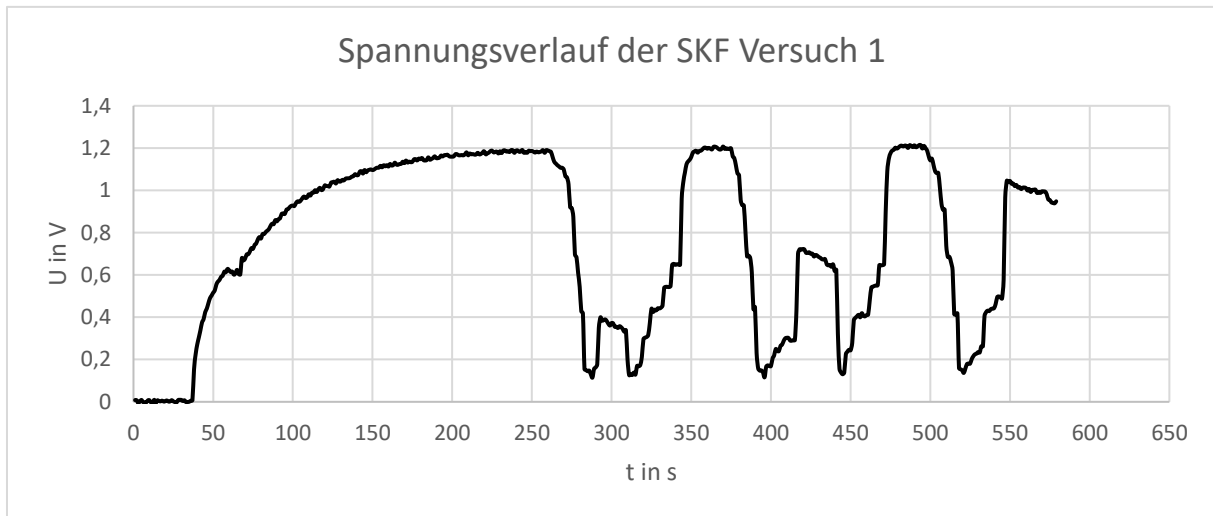
Messung	Hauptversuch 1	Hauptversuch 2	Hauptversuch 3	Hauptversuch 4
1	3,182	2,812	3,125	3,132
2	3,466	3,315	2,830	3,162
3	3,310	3,063	2,896	2,973

**Anhang C-8: Feuchte nach der Trocknung**

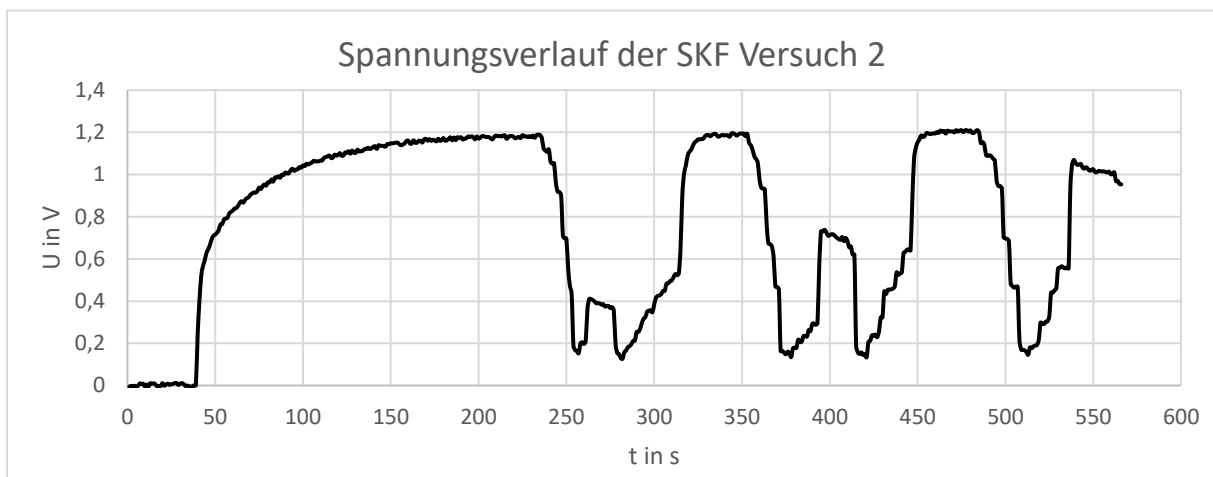
Messung	Feuchte in %
1	1,232
2	1,204
3	1,127

## Anhang D: aufgenommene Spannungsverläufe der Steinkohleflugasche

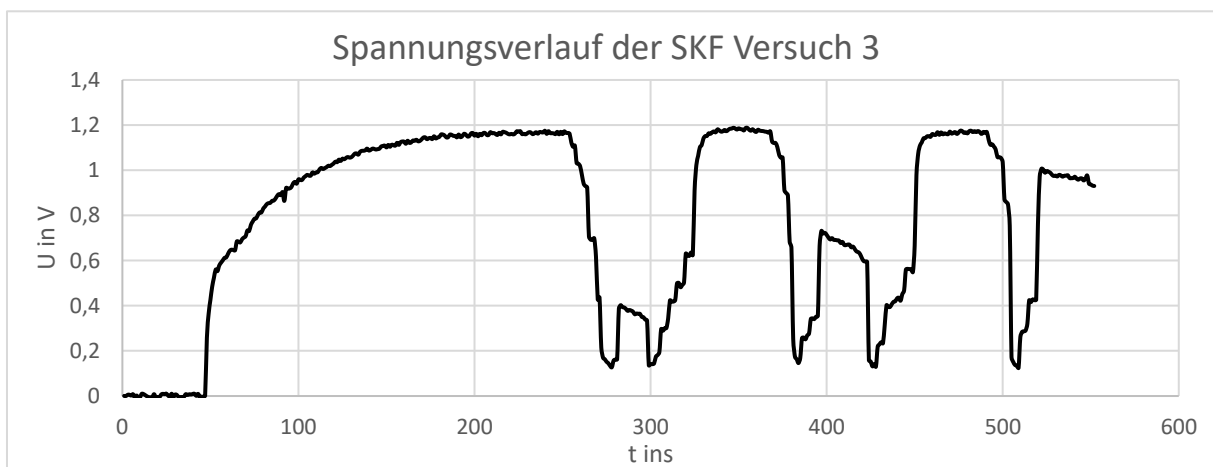
### Anhang D-1: Versuch 1 mit 10 kg Anscherlast



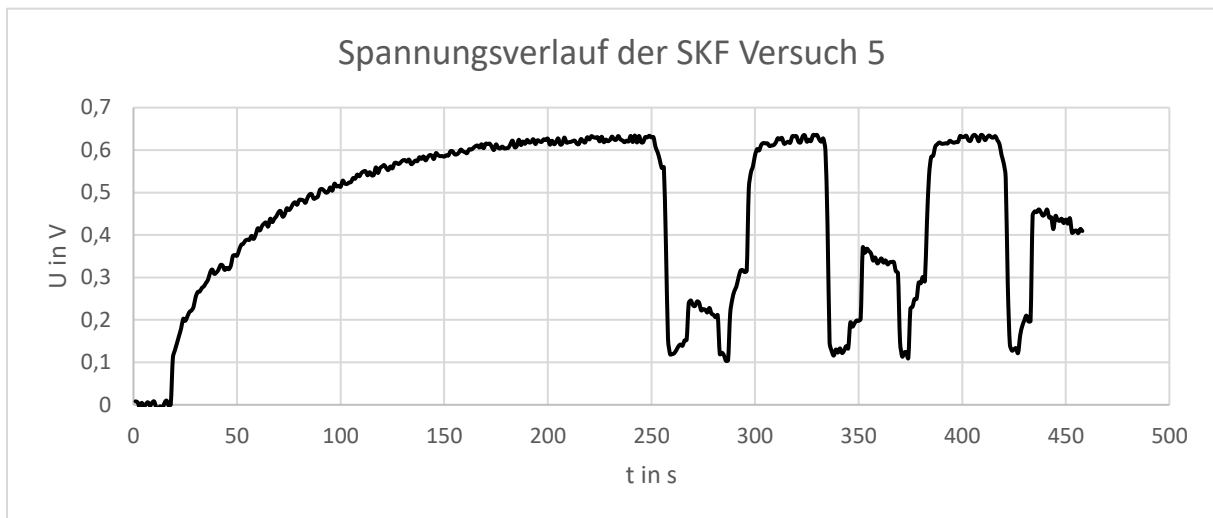
### Anhang D-2: Versuch 2 mit 10 kg Anscherlast



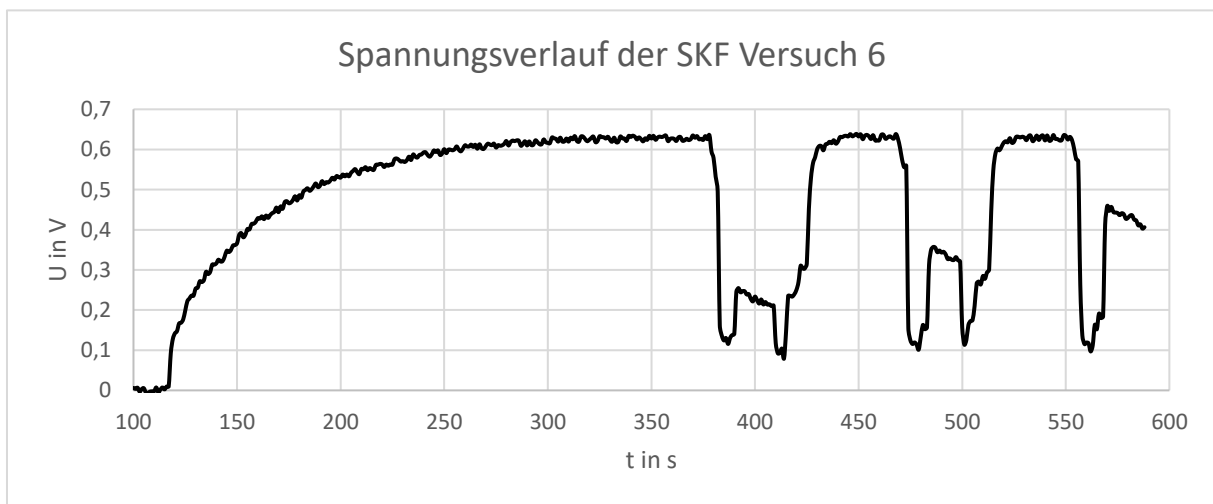
### Anhang D-3: Versuch 3 mit 10 kg Anscherlast



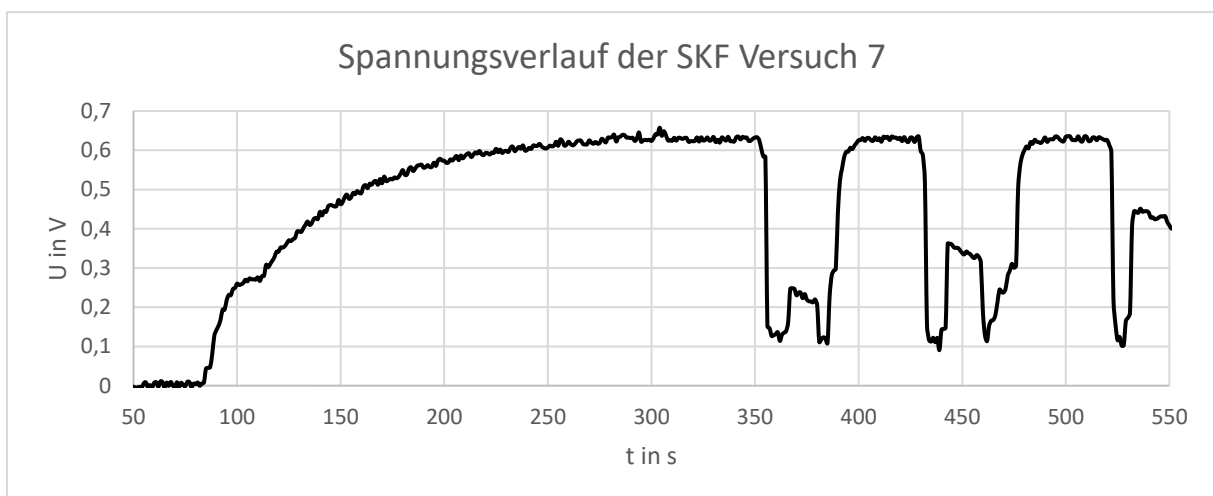
#### Anhang D-4: Versuch 5 mit 5 kg Anscherlast



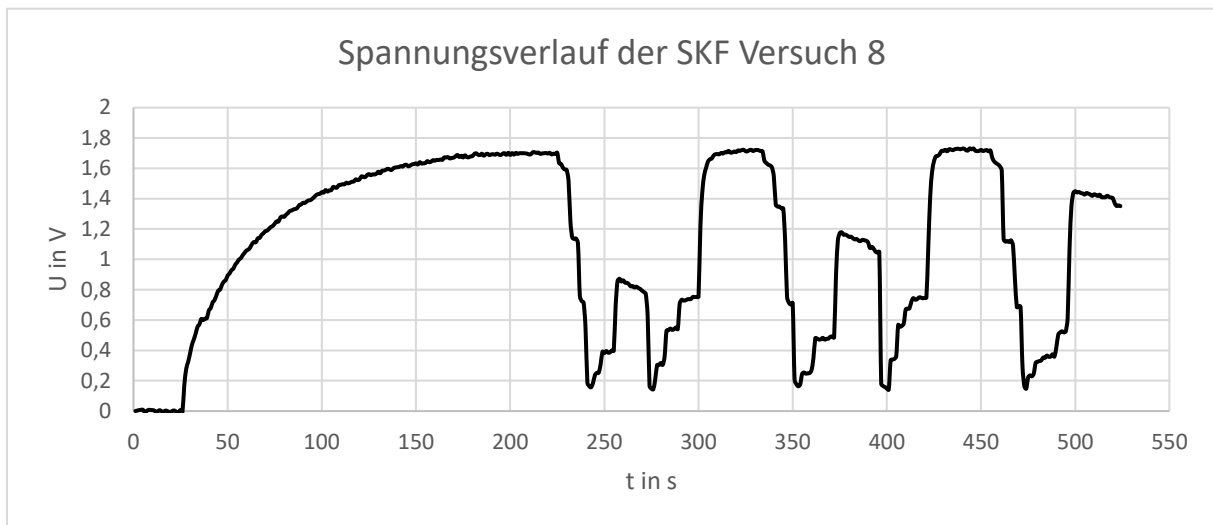
#### Anhang D-5: Versuch 6 mit 5 kg Anscherlast



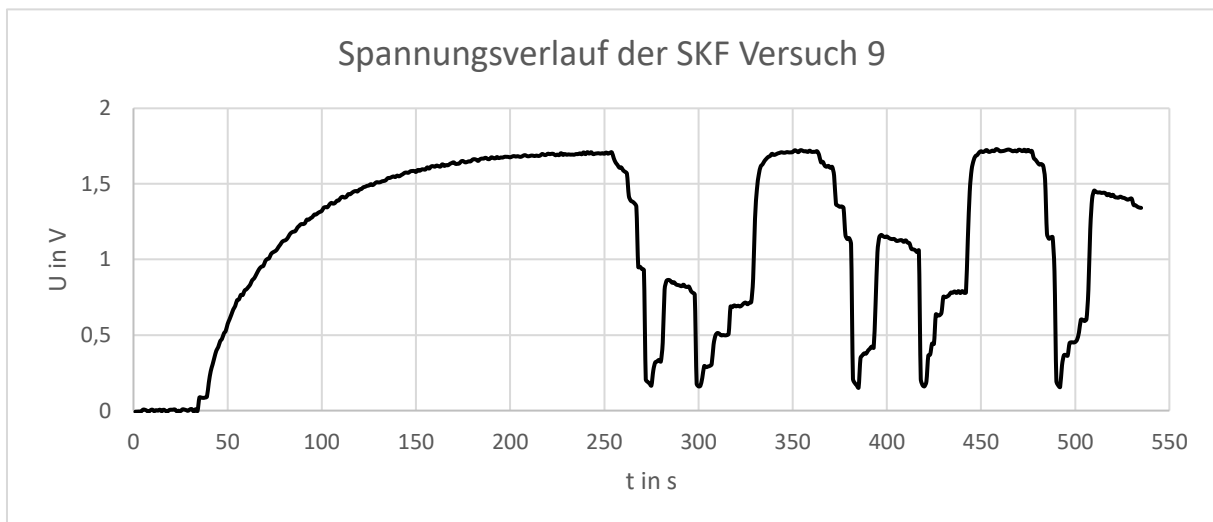
#### Anhang D-6: Versuch 7 mit 5 kg Anscherlast



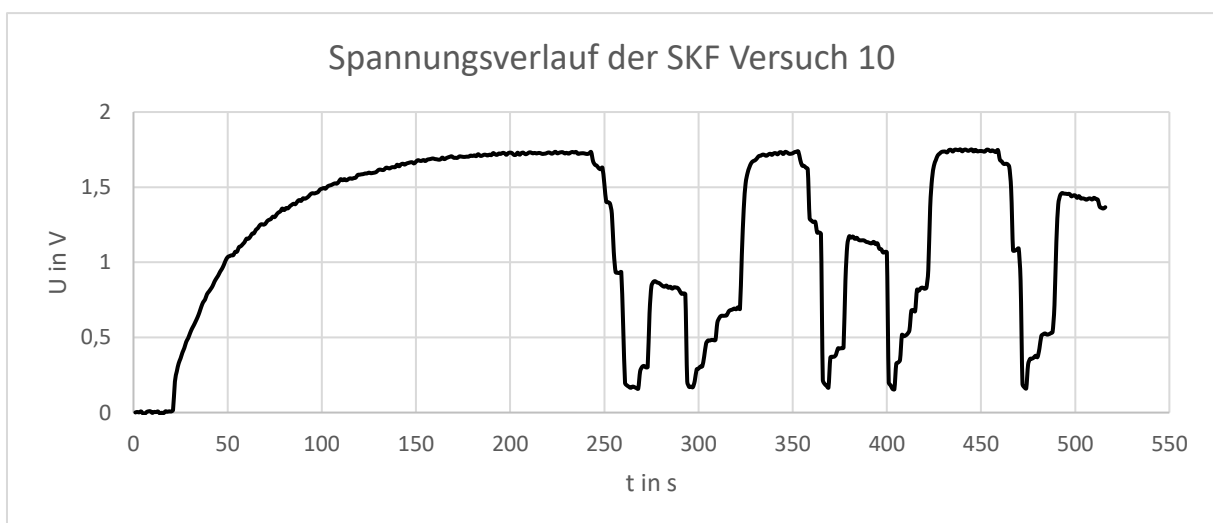
**Anhang D-7: Versuch 8 mit 15 kg Anscherlast**



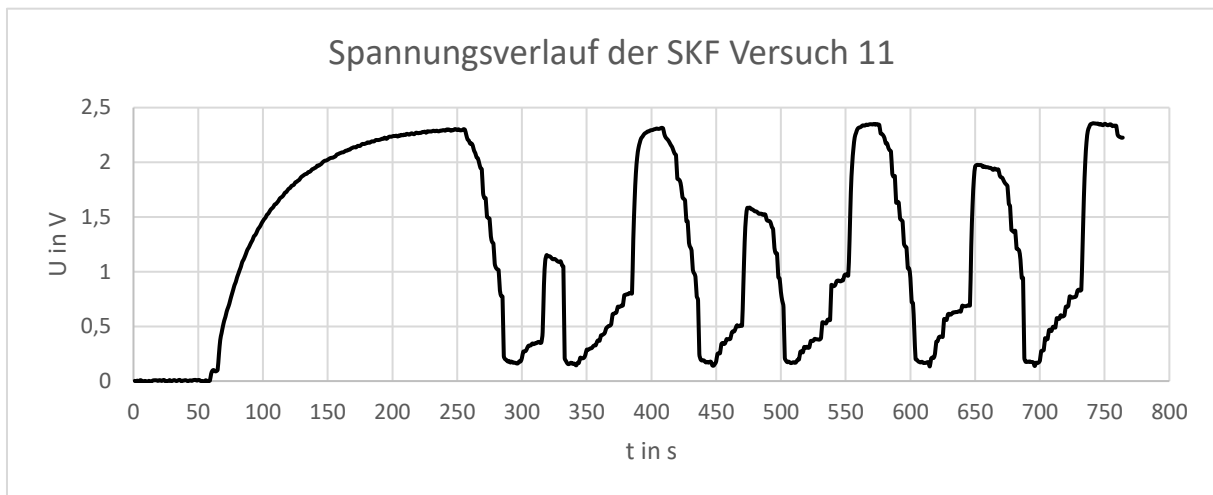
**Anhang D-8: Versuch 9 mit 15 kg Anscherlast**



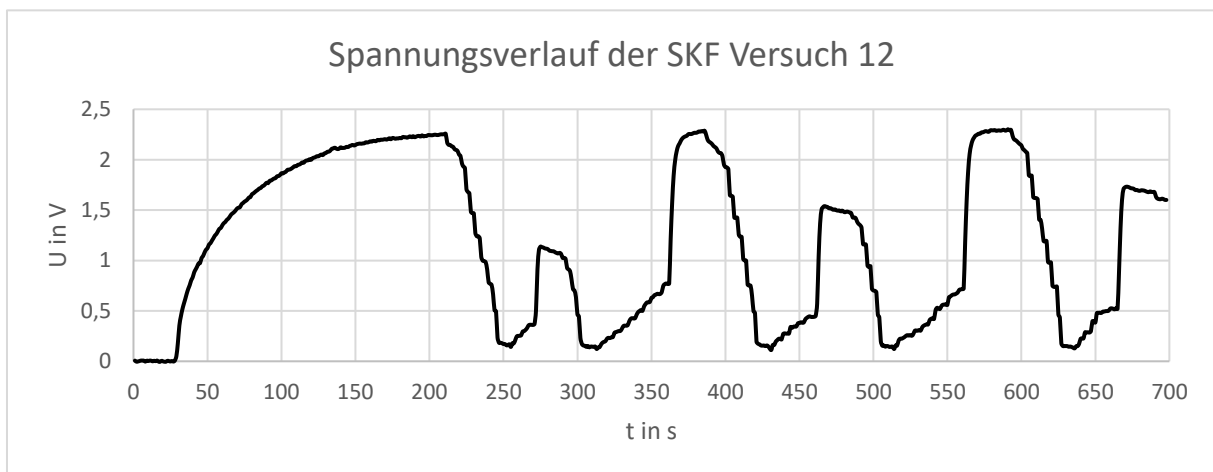
**Anhang D-9: Versuch 10 mit 15 kg Anscherlast**



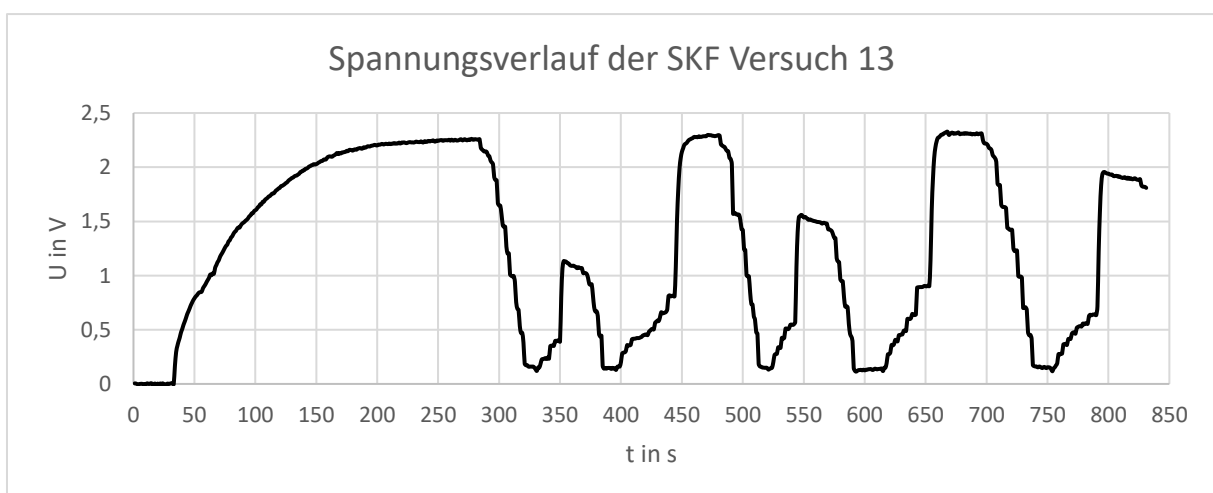
**Anhang D-10: Versuch 11 mit 20 kg Anscherlast**



**Anhang D-11: Versuch 12 mit 20 kg Anscherlast**

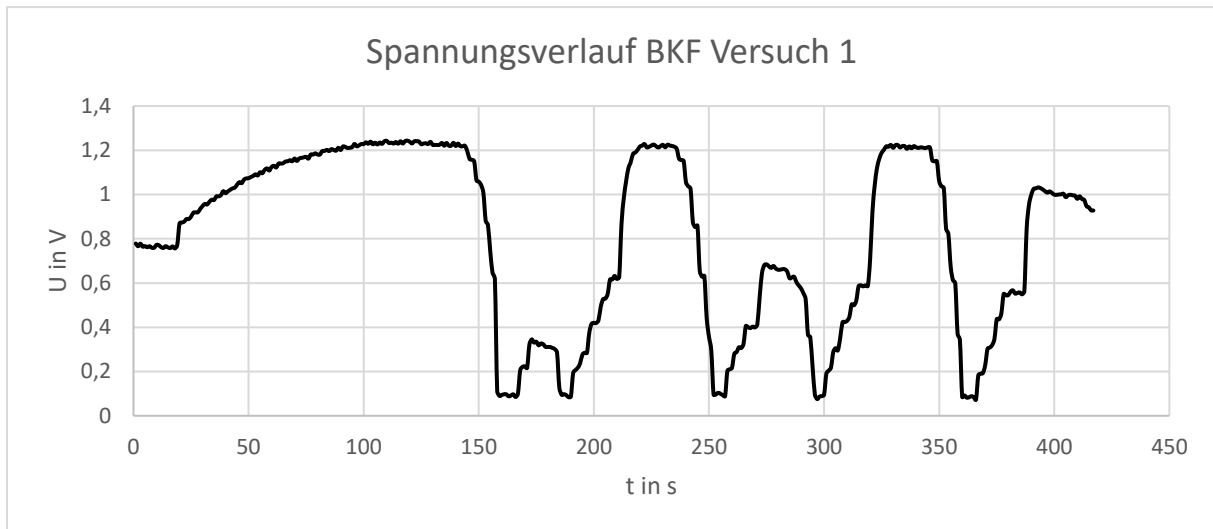


**Anhang D-12: Versuch 13 mit 20 kg Anscherlast**

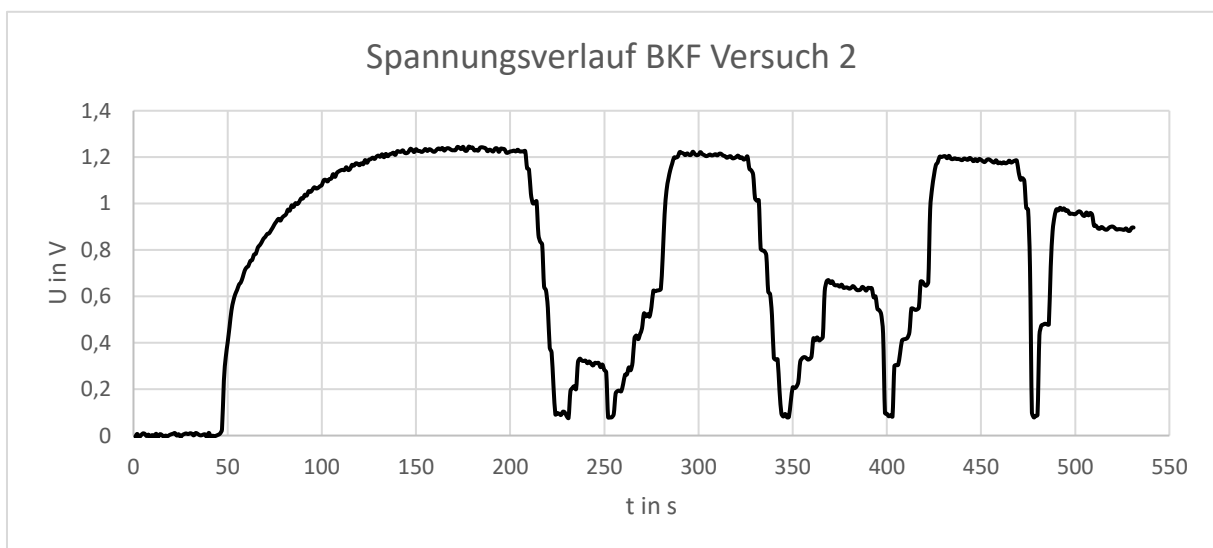


## Anhang E: Aufgenommene Spannungsverläufe der Braunkohlelfugasche mit 10 kg Anscherlast

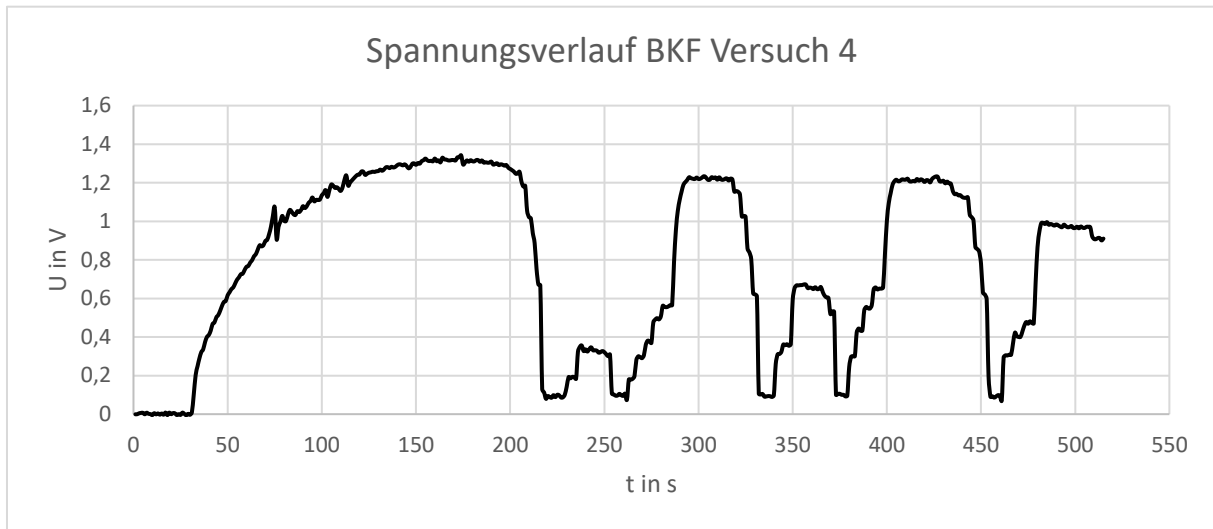
### Anhang E-1: Versuch 1



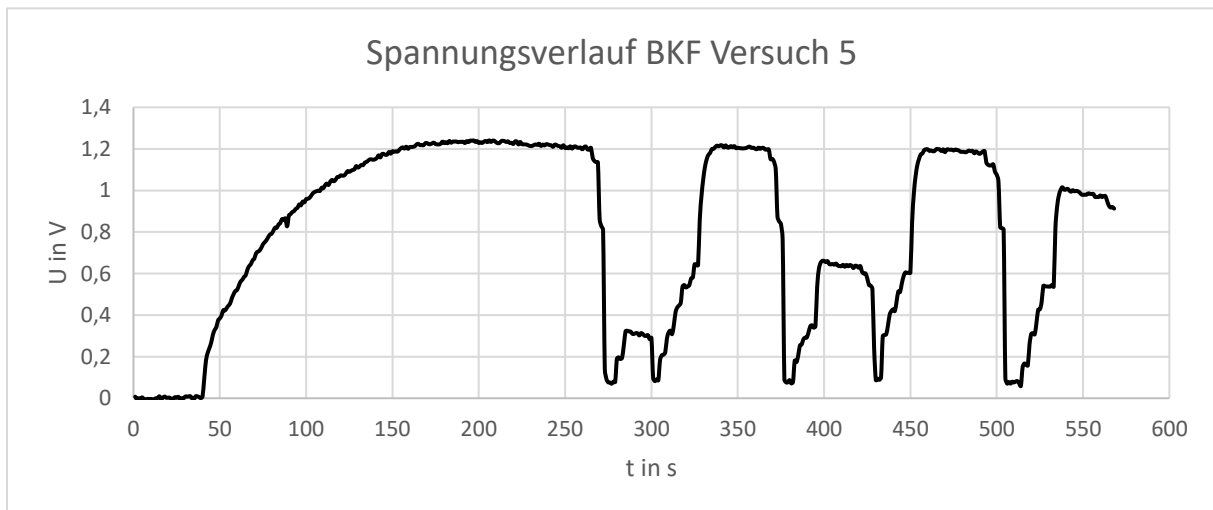
### Anhang E-2: Versuch 2



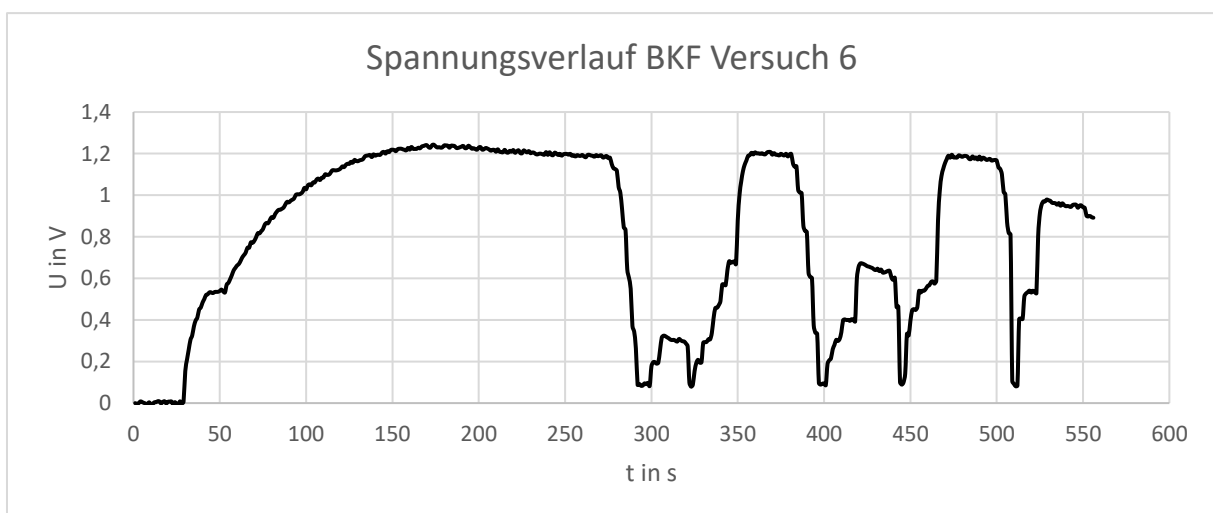
### Anhang E-3: Versuch 4



### Anhang E-4: Versuch 5

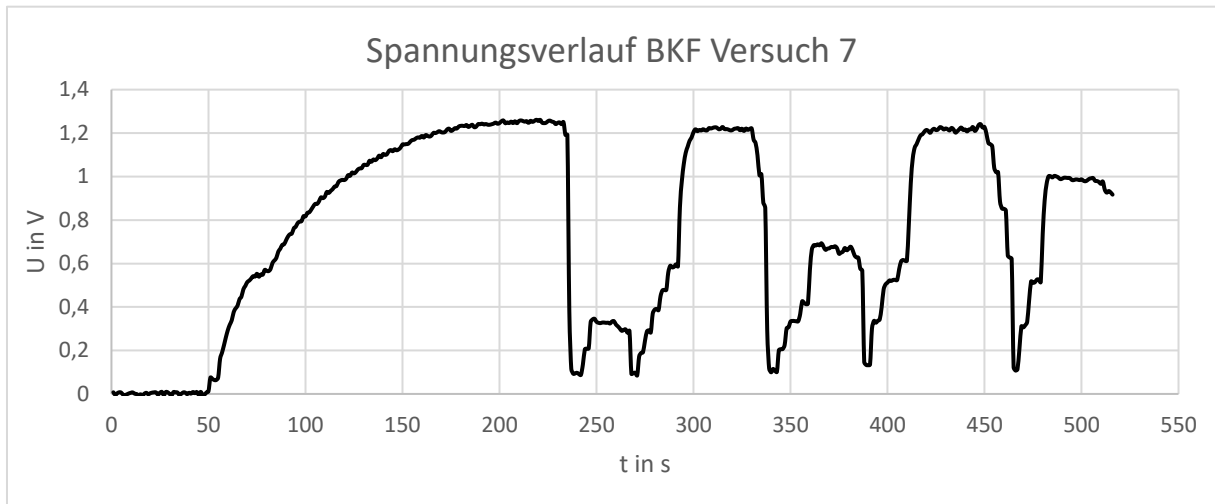


### Anhang E-5: Versuch 6

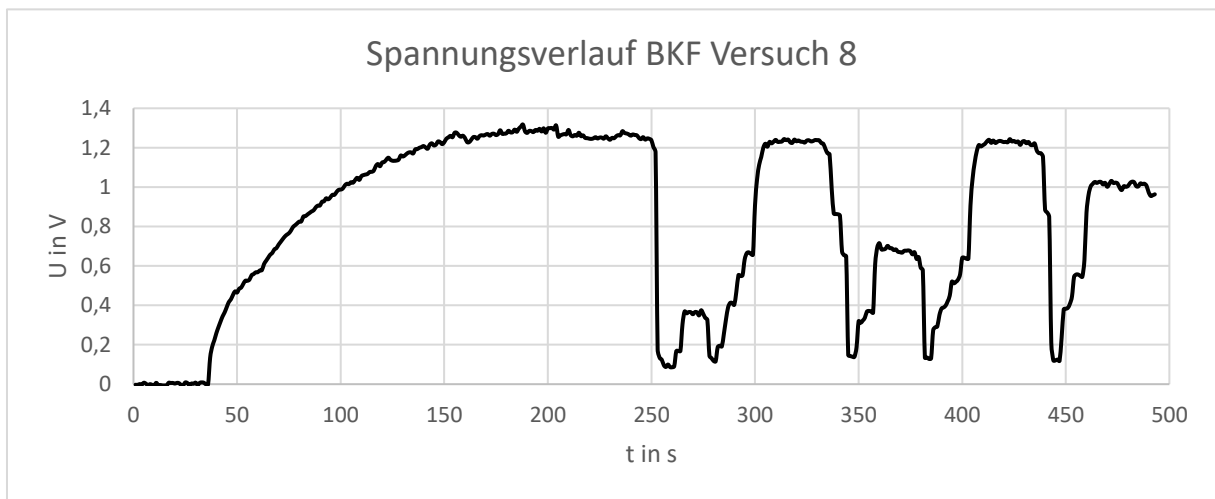




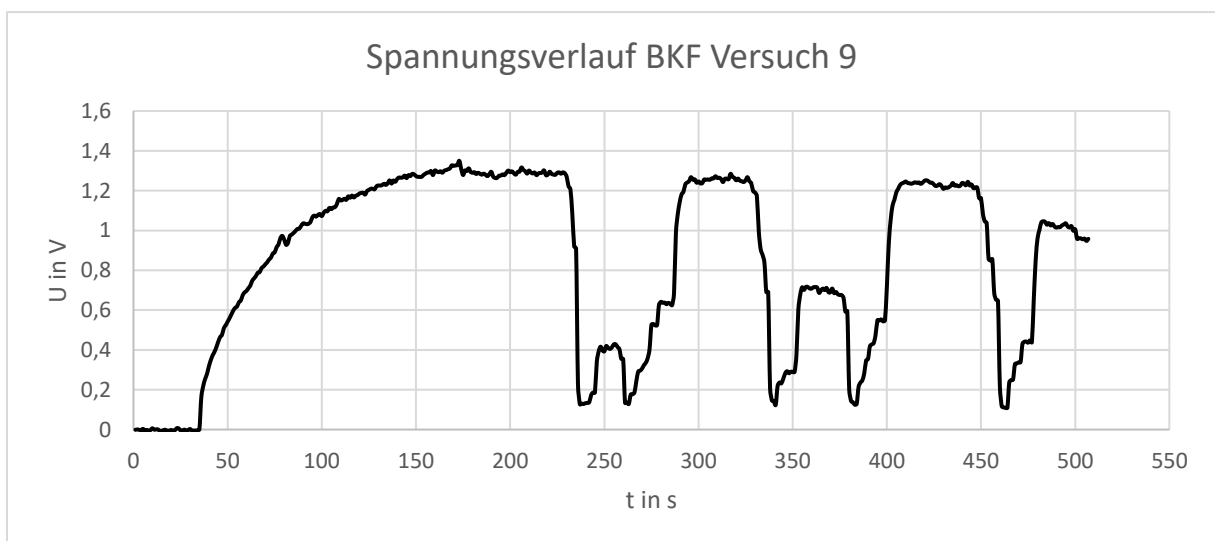
### Anhang E-6: Versuch 7



### Anhang E-7: Versuch 8

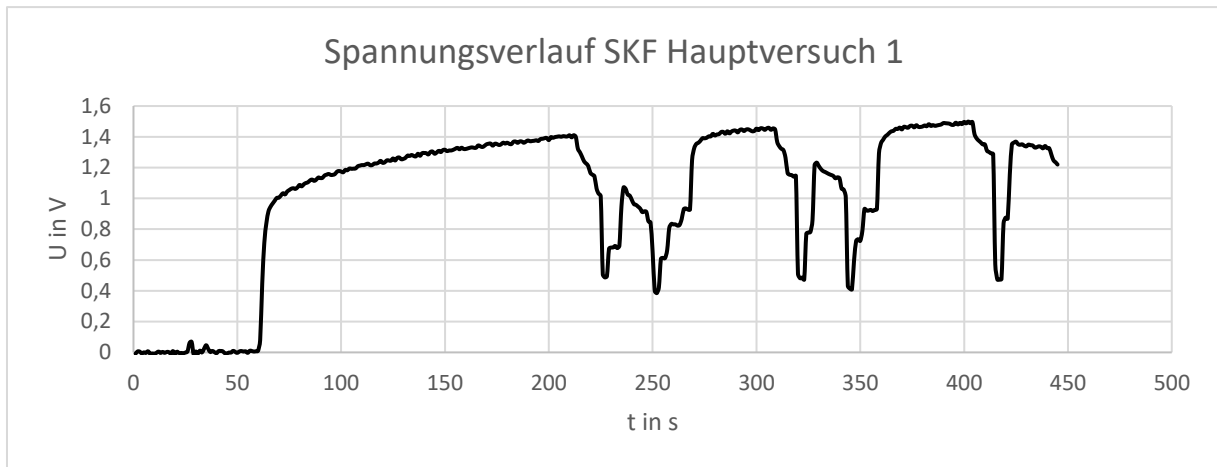


### Anhang E-8: Versuch 9

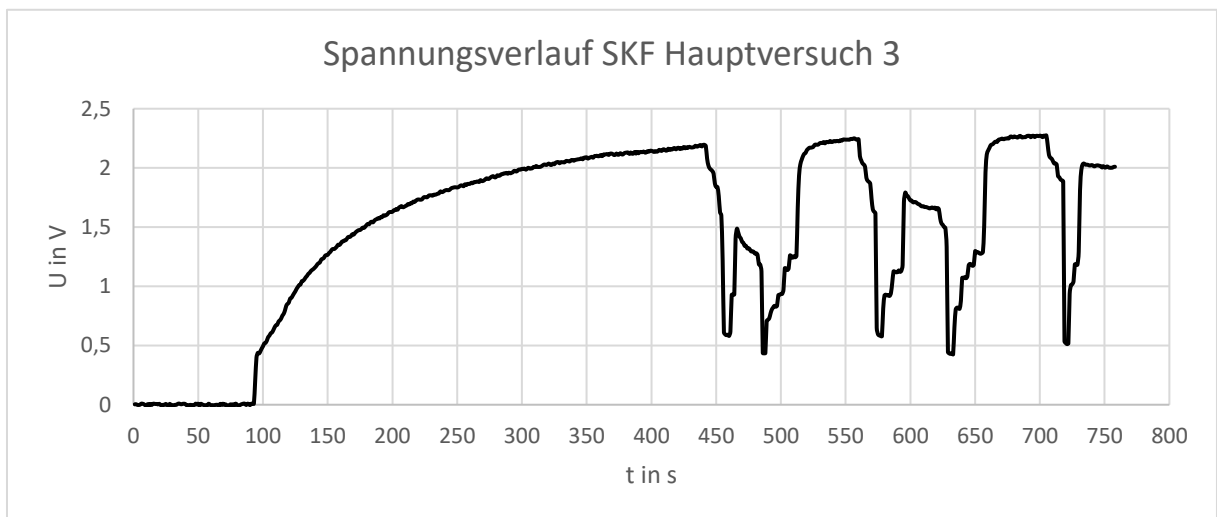


## Anhang F: aufgenommene Spannungsverläufe der feuchten Steinkohleflugasche

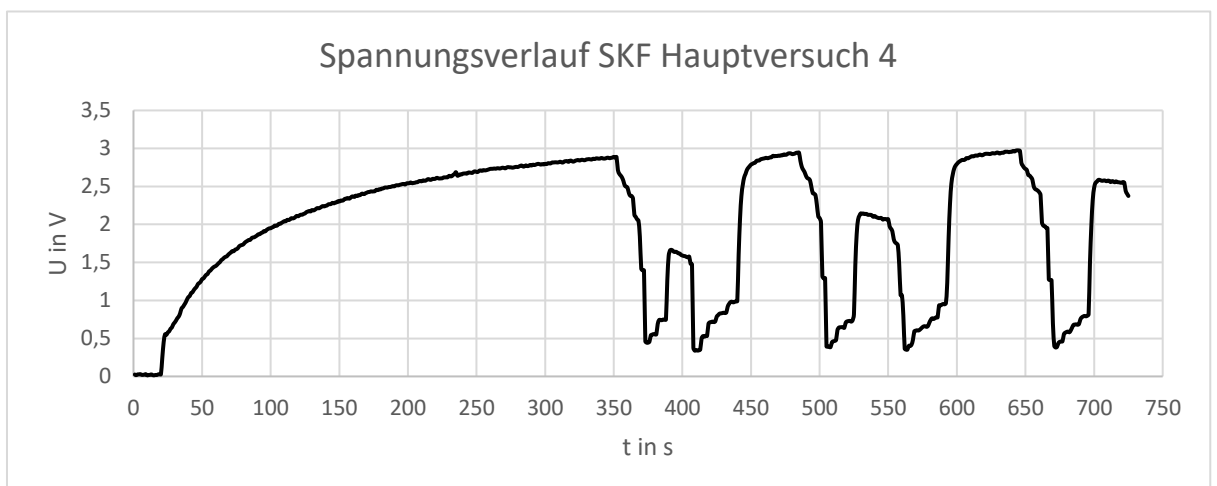
### Anhang F-1: Hauptversuch 1 mit 5 kg Anscherlast



### Anhang F-2: Hauptversuch 3 mit 15 kg Anscherlast



### Anhang F-3: Hauptversuch 4 mit 20 kg Anscherlast



## Anhang G: Versuchsparmeter für die Fließorte

### Anhang G-1: Ermittelte Versuchsparmeter der Steinkohleflugasche für die Fließorte

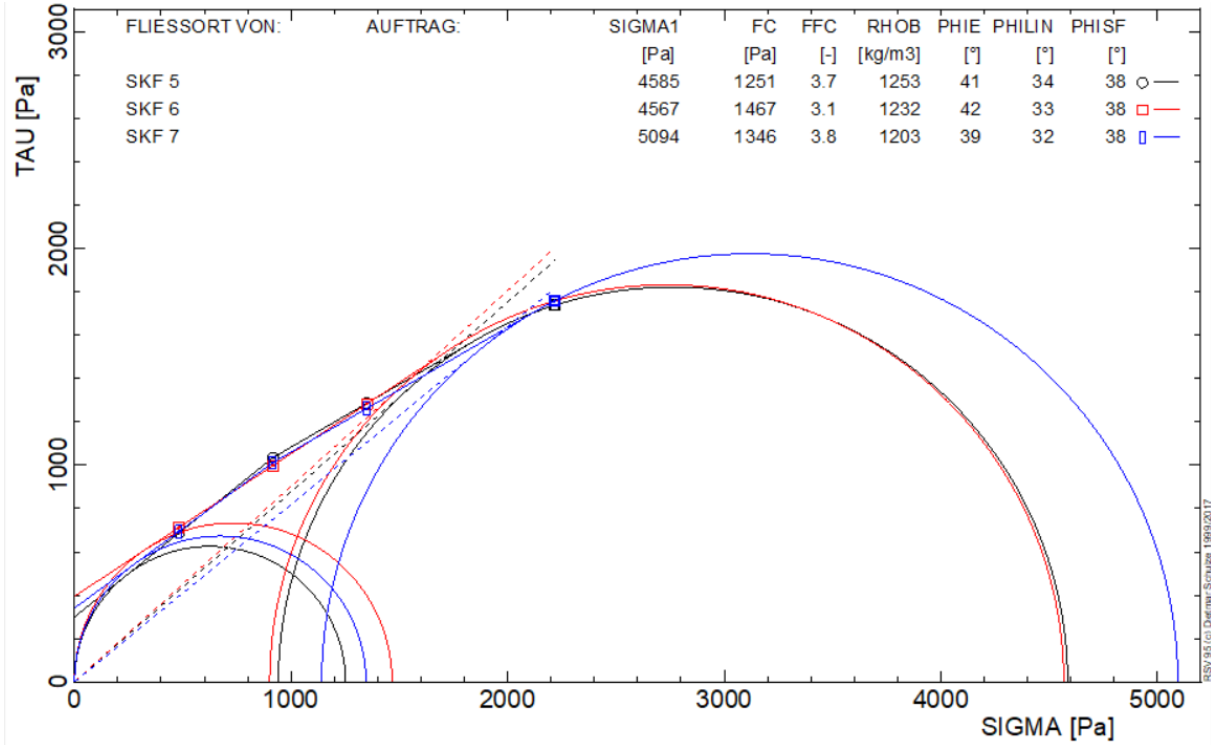
Versuch	Anscheren in kg	Abscheren in kg			Scherkraft in kg				Absenkung in mm	Gewicht in g
		1	2	3	$F_{S,an}$	$F_{S,ab,1}$	$F_{S,ab,2}$	$F_{S,ab,3}$		
1	10	2	5	8	4,7774	1,5960	2,8907	4,1815	4,74	3220,0
2	10	2	5	8	4,7593	1,6396	2,9526	4,2770	5,40	3204,1
3	10	2	5	8	4,6780	1,6101	2,9217	4,0256	5,27	3218,6
4	10	2	5	8	4,7940	1,5972	2,9810	4,1545	5,37	3205,9
5	5	1	2	3	2,4871	0,9835	1,4812	1,8410	3,82	3217,8
6	5	1	2	3	2,5155	1,0195	1,4283	1,8358	3,98	3195,5
7	5	1	2	3	2,5155	0,9925	1,4477	1,8049	3,71	3180,0
8	15	6	9	12	6,8366	3,4891	4,7128	5,7961	6,25	3186,6
9	15	6	9	12	6,8389	3,4581	4,6497	5,8180	6,07	3184,2
10	15	6	9	12	6,9243	3,4968	4,6910	5,8426	6,18	3179,9
11	20	8	12	16	9,2403	4,6019	6,3442	7,9045	6,35	3241,0
12	20	8	12	16	9,0507	4,5478	6,1597	7,6500	6,71	3260,4
13	20	8	12	16	9,1240	4,5229	6,2410	7,8181	6,68	3205,8
HV1	5	1	2	3	3,156	2,1040	2,4716	2,8391	7,015	2775,7
HV2	10	4	6	8	5,7589	4,2834	4,9308	5,4737	9,08	2804,6
HV3	15	6	9	12	8,8177	5,9405	7,1605	8,1496	11,48	2780,3
HV4	20	8	12	16	11,5170	6,6614	8,5803	10,2431	12,98	2779,5
Trocknung	10	2	5	8	5,1240	1,7262	3,289	4,5310	1,84	3202,3

**Anhang G-2: Ermittelte Versuchsparameter der Braunkohleflugasche für die Fließorte**

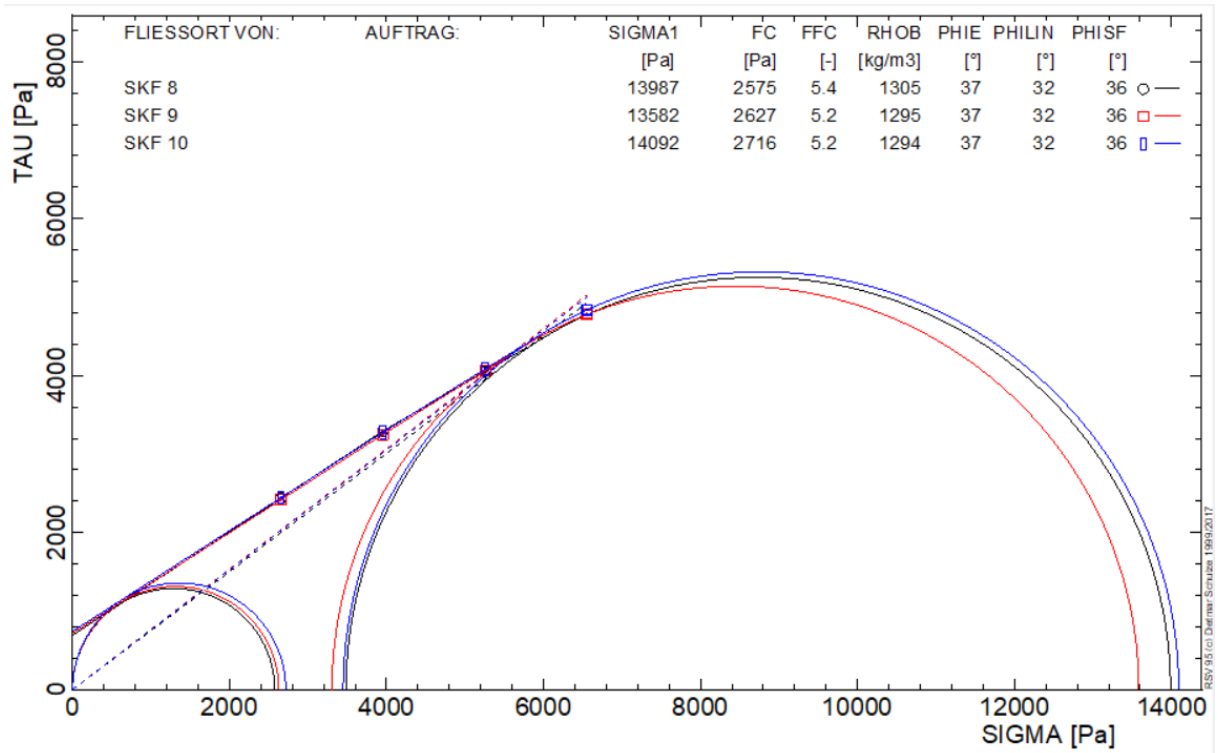
Versuch	Anscheren in kg	Abscheren in kg			Scherkraft in kg				Absenkung in mm	Gewicht in g
		1	2	3	$F_{S,an}$	$F_{S,ab,1}$	$F_{S,ab,2}$	$F_{S,ab,3}$		
1	10	2	5	8	4,8863	1,3806	2,7373	4,1287	3,28	2950,7
2	10	2	5	8	4,8357	1,3264	2,6805	4,0000	2,61	2965,0
3	10	2	5	8	5,1010	1,5715	2,8765	4,2118	2,35	2947,6
4	10	2	5	8	4,9954	1,4244	2,6908	4,0738	2,84	2947,9
5	10	2	5	8	4,8165	1,2994	2,644	4,0617	3,21	2942,8
6	10	2	5	8	4,7685	1,2968	2,6869	3,9359	2,98	2951,8
7	10	2	5	8	4,8350	1,3832	2,7734	4,0120	3,02	2941,3
8	10	2	5	8	4,9574	1,5005	2,8636	4,1274	2,80	2951,7
9	10	2	5	8	5,0336	1,6656	2,8662	4,1854	2,36	2952,0

# Anhang H: Fließorte

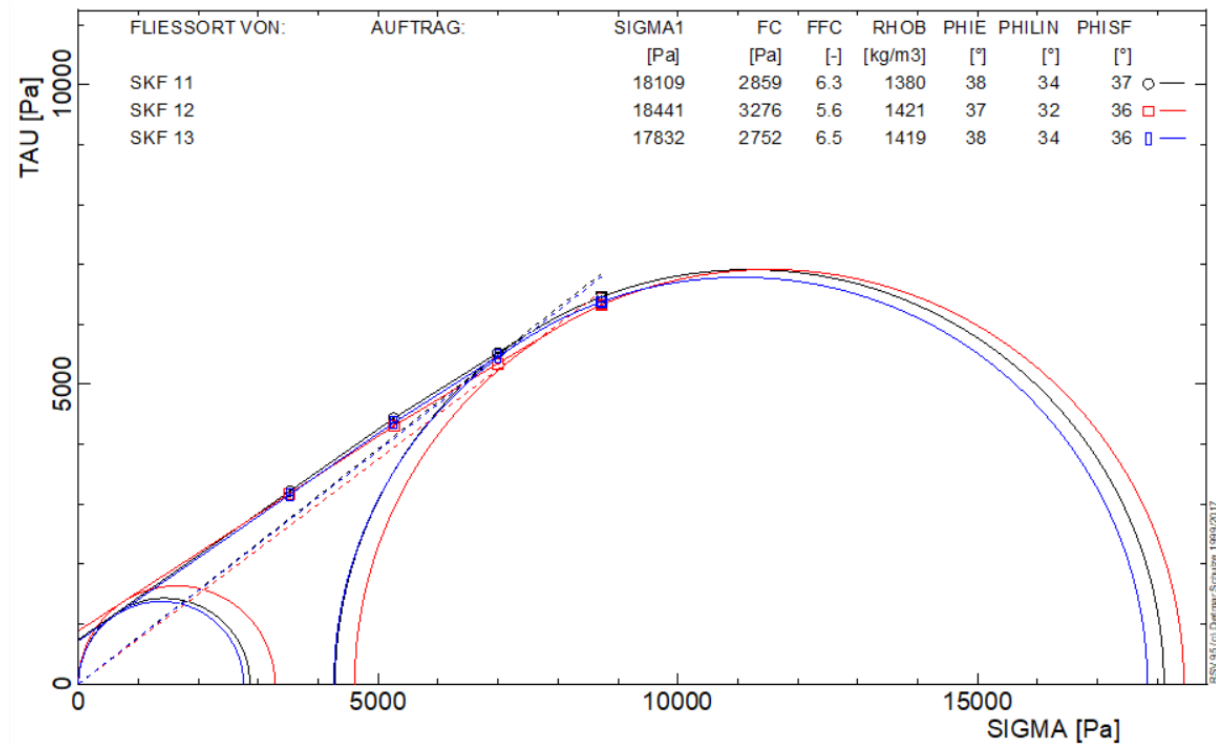
## Anhang H-1: Fließorte der Steinkohleflugasche mit 5 kg Anscherlast



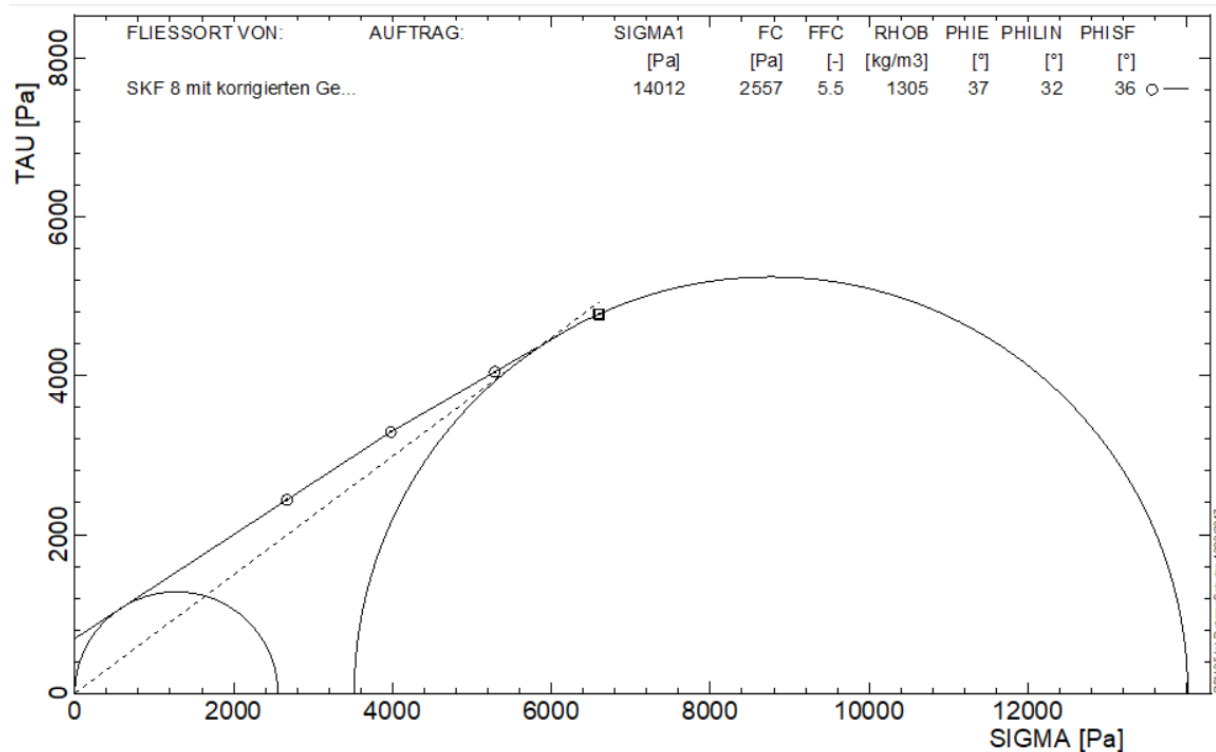
## Anhang H-2: Fließorte der Steinkohleflugasche mit 15 kg Anscherlast



### Anhang H-3: Fließorte der Steinkohleflugasche mit 20 kg Anscherlast



### Anhang H-4: Fließort der Steinkohleflugasche Versuch 8 mit korrigierten Gewichtsangaben



	Anscheren	Abscheren 1	Abscheren 2	Abscheren 3
Last in kg	15,0968	6,0403	9,0548	12,0773