



Tobias Fabian Pöcheim, BSc

# Einfluss der Kohlealterung auf die Filtration

## **MASTERARBEIT**

zur Erlangung des akademischen Grades

Diplom – Ingenieur

Masterstudium Verfahrenstechnik

eingereicht an der

**Technischen Universität Graz**

*Betreuer:*

Ao.Univ.-Prof. Dipl.-Ing. Dr.techn. Gernot Krammer

Fakultät für Technische Chemie, Verfahrenstechnik und Biotechnologie

Institut für Prozess- und Partikeltechnik

Graz, Juli 2014

Tobias F. Pöcheim BSc, *Einfluss der Kohlealterung auf die Filtration*

## **ABSTRACT**

The industrial processing of coal fine particles has been increased steadily due to increasing energy and natural resource demand since the 1960s. Because of the large deposits and the high calorific value bituminous coal is of great economic importance. The coal particles are suspended in the preparation process and the gangue is separated by flotation. The liquid is removed from the solid by filtration. The degradation of the filtration properties of bituminous coal suspensions over time is termed aging. The deterioration may continue over days and weeks until a constant level is reached. To study the aging influence on the filtration properties several test series were performed. In addition to the effects of aging great interest was put in the investigation of methods for preventing of aging and for the regeneration of aged suspensions, respectively.

The experiments were performed with various bituminous coals. For these experiments filter cake material was suspended, which had already passed through the preparation process. Additional suspensions were prepared of ground material without flotation. The hypothesis that the formation of microorganism is responsible for aging was dismissed by “Polymerase Chain Reaction” analysis. Test results showed aging only for samples of suspended filter cake material, which led to the conclusion that the flotation might be the cause of aging. The change of the pH value or the preparation of the suspension with deionized water resulted in no significant change of the aging process. The addition of surfactants as regeneration medium improved the filtration properties significantly. The filtration properties of suspensions with regeneration medium added did not deteriorate any longer with increasing time. As a consequence oxidation could also be waived as the governing cause of aging. Boiling the suspension for a limited period of time was tested as another measure to successfully restore initial filtration properties. It can be speculated, that boiling resulted in desorption of species from the surfaces and in part the evaporation of these species. The results showed significantly better filtration properties, which reached the initial level.

## ZUSAMMENFASSUNG

Die industrielle Aufbereitung von feinen Kohlepartikeln hat aufgrund des steigenden Energie- und Rohstoffbedarfes seit den 1960er Jahren stetig zugenommen. Wegen der großen Vorkommen und des hohen Heizwertes sind Steinkohlen von großer wirtschaftlicher Bedeutung. Die Kohlepartikel werden im Aufbereitungsprozess suspendiert und das taube Gestein durch Flotation entfernt. Mittels Filtration wird die Flüssigkeit vom Feststoff getrennt. Die Verschlechterung der Filtrationseigenschaften von Steinkohlesuspensionen mit zunehmender Zeit wird als Alterung bezeichnet. Die Filtrationseigenschaften verschlechtern sich mehrere Wochen lang, bis sie ein konstantes Niveau erreichen. Für die Untersuchung des Alterungseinflusses auf die Filtrationseigenschaften wurden mehrere Versuchsserien durchgeführt. Neben der Auswirkungen der Alterung lag großes Interesse in der Ermittlung von Methoden zur Verhinderung der Alterung und zur Regeneration gealterter Suspensionen.

Es wurden Versuchsreihen mit mehreren Steinkohlen durchgeführt. Dazu wurde Filterkuchenmaterial resuspendiert, das den Aufbereitungsprozess bereits durchlaufen hatte. Zusätzlich wurden auch Suspensionen aus gemahlenem Material ohne Flotationsschritt angesetzt. Die Hypothese, dass die Bildung von Mikroorganismen für die Alterung verantwortlich sei, wurde mittels "Polymerase Chain Reaction" Analyse ausgeschlossen. Die Versuchsergebnisse zeigten die Alterungserscheinungen nur bei Proben aus resuspendiertem Filterkuchenmaterial. Dies führte zum ursächlichen Zusammenhang der Flotation für das Einsetzen der Alterung. Eine Veränderung des pH-Wertes bzw. des Ansetzens der Suspension mit deionisiertem Wasser führte zu keiner signifikanten Änderung des Alterungsverlaufes. Die Zugabe von Tensiden als Regenerationsmittel verbesserte die Filtrationseigenschaften deutlich. Bei Suspensionen mit Regenerationsmitteln verschlechterten sich die Filtrationseigenschaften mit zunehmender Zeit nicht mehr. Dadurch konnte auch Oxidation als Hauptursache der Alterung ausgeschlossen werden. Als Regenerationsmöglichkeit wurde das Aufkochen der Suspension zur Erreichung der Filtrationseigenschaften des frischen Zustandes untersucht. Dadurch mag es zu Desorptionsvorgängen und zum teilweisen Verdampfen des Flotationsmittels gekommen sein. Die Ergebnisse zeigten signifikant bessere Filtrationseigenschaften, die in etwa das Ausgangsniveau erreichten.

## **EIDESTATTLICHE ERKLÄRUNG**

Ich erkläre an Eides statt, dass ich die vorliegende Arbeit selbstständig verfasst, andere als die angegebenen Quellen / Hilfsmittel nicht benutzt, und die den benutzten Quellen wörtlich und inhaltlich entnommenen Stellen als solche kenntlich gemacht habe.

.....

(Ort, Datum)

.....

(eigenhändige Unterschrift)

## **STATUTORY DECLARATION**

I declare that I have authored this thesis independently, that I have not used other than the declared sources / resources, and that I have explicitly marked all material which has been quoted either literally or by content from the used sources.

.....

(place, date)

.....

(signature)

## DANKSAGUNG

Mein besonderer Dank gilt Herrn Ao.Univ.-Prof. Dipl.-Ing. Dr.techn. Gernot Krammer, dessen Förderung und hervorragende Betreuung diese Arbeit erst ermöglichten. Seine Anregungen aus interessanten Diskussionen und Ratschläge halfen mir, einige problematische Fragen zu lösen.

Diese Arbeit wäre ohne die Unterstützung der ANDRITZ AG, die mir die Versuchsanlage zur Verfügung gestellt und die Durchführung der Messungen in Bottrop ermöglicht hat, nicht realisierbar gewesen. Ich danke Herrn Stefan Orthofer, Herrn Dipl.-Ing. (FH) Klaus Hausharter und Herrn Dipl.-Ing. Thomas Schwarzer für ihre Unterstützung und Hilfestellung.

Danke auch dem RCPE - RESEARCH CENTER PHARMACEUTICAL ENGINEERING - für die Kooperation, die inhaltlich vor allem auf der Untersuchung der Interaktionen von Wirkstoffen an hydrophoben Oberflächen basiert. Viele Untersuchungen konnten erst durch die Bereitstellung von Messgeräten und die Hilfe der Mitarbeiter realisiert werden. Dies sind vor allem Herr Michael Piller und Herr Christoph Neubauer.

Für die Realisierung von Analysen gilt mein Dank der ANDRITZ ENERGY & ENVIRONMENT GmbH vor allem Frau Ing. Hannelore Fraißler und Herrn Willibald Handler.

Mein weiterer Dank gilt der Firma RAG – MINING SOLUTIONS für die Möglichkeit, Versuche am Standort „Prosper Haniel II“ durchzuführen, vor allem Herrn Jochen Schmitz für seine Unterstützung vor Ort.

Ich möchte mich außerdem bei Ao.Univ.-Prof. Mag. Dr.rer.nat. Grube vom Institut für Pflanzenschutz der Karl Franzens Universität Graz für seinen Rat und die Realisierung der PCR-Analyse bedanken.

Bedanken möchte ich mich auch bei Herrn Johann Grubbauer für seinen Einsatz, maßgeschneiderte Lösungen für unterschiedliche Messungen zu finden.

Ganz herzlich möchte ich mich bei meiner Familie, meiner Freundin und meinen Freunden bedanken, die mich immer motivierend und unterstützend auf meinem Weg begleitet haben.

# INHALTSVERZEICHNIS

<b>1. <u>EINLEITUNG</u></b>	<b>1</b>
1.1. Problemstellung .....	1
1.2. Aufgabenstellung .....	1
<b>2. <u>THEORETISCHER RAHMEN</u></b>	<b>3</b>
2.1. Charakterisierung / Klassifizierung von Kohle .....	3
2.2. Aufbereitung von Kohlen .....	7
2.3. Filtrationsgrundlagen .....	9
2.3.1. Filtrationsarten .....	9
2.3.2. Filtrationstheorie .....	12
2.4. Einflussfaktoren auf die Filtration .....	18
2.4.1. Partikelgröße .....	18
2.4.2. Partikelform .....	20
2.4.3. Partikelverteilung .....	20
2.4.4. Druckdifferenz $\Delta p$ .....	21
2.4.5. Porosität .....	22
2.4.6. Zeta ( $\zeta$ )-Potential .....	23
2.4.7. Temperatur .....	24
2.4.8. Oberflächeneigenschaften von Kohle .....	24
2.4.9. Filtermedien .....	26
2.5. Filtrationsapparate .....	28
2.5.1. Filterpresse .....	28
2.5.2. Siebbandpresse .....	28
2.5.3. Trommelfilter .....	29
2.5.4. Scheibenfilter .....	29
<b>3. <u>DIE VERWITTERUNG VON KOHLEN</u></b>	<b>31</b>
3.1. Einflussfaktoren auf den Oxidationsvorgang .....	31
3.1.1. Partikelgröße .....	31
3.1.2. Chemische Zusammensetzung und Kohlerang .....	32

3.1.3.	Temperatur.....	32
3.1.4.	Oxidationszeit.....	33
<b>3.2.</b>	<b>Der Oxidationsprozess von Kohle .....</b>	<b>34</b>

## **4. VERSUCHSAUFBAU UND MESSGERÄTE 36**

<b>4.1.</b>	<b>Versuchsanlage.....</b>	<b>36</b>
4.1.1.	Gewichtsmessung .....	37
4.1.2.	Volumenstrommessung .....	38
4.1.3.	Druck .....	38
4.1.4.	Kuchendicke .....	38
4.1.5.	Mahlung.....	39
4.1.6.	Siebung.....	39
4.1.7.	Partikelgrößenanalyse.....	40
4.1.8.	Datenauswertung .....	42
<b>4.2.</b>	<b>Einflüsse auf die Messungen bzw. Ermittlung des Betriebsfeldes für die Versuchsdurchführung .....</b>	<b>43</b>
4.2.1.	Filtrationsdauer.....	43
4.2.2.	Einfluss der Temperatur / Viskosität.....	44
4.2.3.	Suspensionsmenge / Feststoffgehalt der Suspension .....	44
4.2.4.	Einfluss des Rückhaltevermögens.....	45

## **5. VERSUCHSDURCHFÜHRUNG 46**

<b>5.1.</b>	<b>Versuchsmaterial A – Jindal Kohle .....</b>	<b>47</b>
<b>5.2.</b>	<b>Versuchsmaterial B – CSM Kohle .....</b>	<b>50</b>
<b>5.3.</b>	<b>Versuchsmaterial C – RAG Kohle .....</b>	<b>53</b>
<b>5.4.</b>	<b>Kontaktwinkelmessungen .....</b>	<b>56</b>

## **6. ERGEBNISSE 59**

<b>6.1.</b>	<b>Auswertungsmethodik.....</b>	<b>59</b>
<b>6.2.</b>	<b>Einfluss biologischer Prozesse auf die Verwitterung wässriger Kohlesuspensionen .....</b>	<b>60</b>
<b>6.3.</b>	<b>Probe A – Jindal Kohle .....</b>	<b>61</b>

6.3.1.	Verlauf der Alterung.....	61
6.3.2.	Regeneration mit Tensiden (A1.1 & A1.2) .....	64
<b>6.4.</b>	<b>Probe B – CSM Kohle .....</b>	<b>65</b>
<b>6.5.</b>	<b>Probe C – RAG Kohle .....</b>	<b>67</b>
<b>6.6.</b>	<b>Regenerationsversuche .....</b>	<b>69</b>
<b>6.7.</b>	<b>Diskussion .....</b>	<b>71</b>
<b>6.8.</b>	<b>Schlussfolgerung .....</b>	<b>72</b>
<b><u>7.</u></b>	<b><u>FAZIT UND AUSBLICK</u></b>	<b><u>74</u></b>
<b><u>8.</u></b>	<b><u>LITERATURVERZEICHNIS</u></b>	<b><u>75</u></b>
<b><u>9.</u></b>	<b><u>ABBILDUNGSVERZEICHNIS</u></b>	<b><u>80</u></b>
<b><u>10.</u></b>	<b><u>TABELLENVERZEICHNIS</u></b>	<b><u>82</u></b>
<b><u>11.</u></b>	<b><u>ABKÜRZUNGSVERZEICHNIS</u></b>	<b><u>83</u></b>
<b><u>ANHANG</u></b>		<b><u>85</u></b>



# **1. Einleitung**

## **1.1. Problemstellung**

Die Aufbereitung des Feinkornanteils im Kohlebergbau gewinnt durch die zunehmende, weltweite Rohstoffnachfrage und die steigenden Rohstoffpreise immer mehr an Bedeutung. Die zur Aufbereitung eingesetzten Filtrationsapparate werden bei der Auslegung meist überdimensioniert. Daraus resultieren hohe Produktions- und Investitionskosten [1, 2, 3].

In Laborversuchen werden die Filtrationseigenschaften spezifischer Kohlesuspensionen ermittelt, deren Transport vom Abbauort ins Labor je nach Herkunft mehrere Wochen dauert. Aus den Versuchsergebnissen erfolgt die Berechnung der Kenngrößen (Durchsatz, Drehzahl, Restfeuchte und Filterkuchenmasse). Mit diesen Kenngrößen werden die Filtrationsapparate ausgelegt.

Aus früheren Versuchen zeigten sich schlechtere Filtrationseigenschaften der Laborproben, verglichen mit der Verarbeitung der Materialien in der Großanlage. Es wurde eine Verschlechterung der Filtrationseigenschaften einer Suspension mit zunehmender Lagerungsdauer beobachtet. Nach mehreren Wochen erreichte die Suspension ein Niveau, ab dem sich die Filtrationseigenschaften nicht mehr veränderten [4]. Dieser Vorgang wird als Kohlealterung bezeichnet.

## **1.2. Aufgabenstellung**

Ziel der Arbeit ist es, qualitativ und quantitativ zu zeigen, ob und wenn ja, in welchem Ausmaß sich die Filtrationseigenschaften von Steinkohlesuspensionen mit der Zeit verschlechtern. Die Einflussgrößen für die Filtration und die industriell verwendeten Filtrationsapparate sind zu beschreiben. Von besonderem Interesse ist die Frage nach der Allgemeingültigkeit der Kohlealterung, insbesondere für Steinkohlen, da diese industriell am relevantesten sind. Dazu sollen Versuchsserien mit unterschiedlichen Steinkohlen durchgeführt werden. Ein Teilziel liegt in der Bestimmung der Ursachen, die für die Kohlealterung verantwortlich sind.

Als mögliche Ursachen kommen biologische Prozesse, die oxidative Verwitterung, aber auch andere Prozesse, die zur Veränderungen der Oberflächeneigenschaften von Kohlen führen, in Frage. Die Auswirkungen des Flotationsschrittes im Aufbereitungsprozess auf die Filtrationseigenschaften sind durch den Vergleich mit Versuchsserien aus grobkörnigem, gemahlenem Material und aus resuspendiertem Filterkuchen zu untersuchen.

Zu Beginn sollen die Abläufe der Versuchsdurchführung kritisch hinterfragt werden, um quantitative Messdaten aus den Versuchen zu erhalten. Von großer Bedeutung für die Bestimmung eines sinnvollen Betriebsfeldes sind die Ermittlung von möglichen Messfehlern und den Einflussgrößen auf die Filtration. Auf Basis dieser Ergebnisse sollen die Vergleichbarkeit der Daten und die einfache Reproduzierbarkeit der Versuche ermöglicht werden. Die Übereinstimmung der Laborergebnisse mit denen einer Großanlage ist durch Versuche am Kohlebergwerk „Prosper Haniel“ in Bottrop zu zeigen.

Die Möglichkeiten der Konservierung der Kohlesuspension bzw. die Regeneration einer gealterten Probe, sodass diese im Filtrationsverhalten einer frisch angesetzten Suspension entspricht, sollen durch Versuche ermittelt werden. Konservierungsversuche werden durch die Änderung des pH-Wertes und die Zugabe von „Tween 80“, einer nicht ionischen Seife, durchgeführt. Für die Ermittlung einer Methode zur Regeneration der Suspensionen sind zwei Hypothesen zu untersuchen:

1. Die Zugabe von Tensiden führt zur Verringerung der Oberflächenspannung und damit zur Verbesserung der Filtrationseigenschaften und zu geringeren Restfeuchten.
2. Die in der Kohlesuspension enthaltenen Flotationschemikalien können durch Kochen entfernt und das Filtrationsverhalten dadurch gesteigert werden.

Mit Tensiden werden die Oberflächeneigenschaften von Kohlepartikeln verändert. Die daraus resultierende Vergrößerung der Benetzungswinkel soll durch Kontaktwinkelmessungen nachgewiesen werden.

## 2. Theoretischer Rahmen

### 2.1. Charakterisierung / Klassifizierung von Kohle

Bereits vor über 400 Millionen Jahren begann die Bildung von Kohle aus den Überresten der ersten Pflanzenarten, die sich auf der Erde entwickelten [5]. Der Prozess der Umwandlung zur Kohle wird als Inkohlung bezeichnet und erfolgt in zwei Stufen: Während der ersten Stufe entsteht in einem biochemischen Umwandlungsprozess aus dem Lignin, den Kohlenhydraten und den Proteinen der Pflanzen Torf. Dieser Prozess läuft unter Abschluss von Sauerstoff und zunehmendem Druck bis zur Entstehung von weicher Braunkohle ab. In der zweiten Stufe, der Metamorphose oder der geochemischen Phase, nimmt der Kohlenstoffgehalt kontinuierlich zu, wobei die Anteile der flüchtigen Komponenten Sauerstoff und Wasserstoff sinken. Dabei durchläuft die Kohle die Stufen der Hartbraunkohle und der Steinkohle bis hin zum Anthrazit [6].

Kohlen sind sehr komplexe, heterogene Feststoffe mit stark variierenden Eigenschaften und Anwendungsmöglichkeiten. Diese Komplexität ist auf die unterschiedlichen Zusammensetzungen der Pflanzenarten der jeweiligen Epochen und der geographischen Vorkommen zurückzuführen. Für die Wissenschaft und Industrie ist es daher von großem Interesse, die unterschiedlichen Kohlen charakterisieren zu können.

Die Charakterisierung von Kohlen erfolgt anhand verschiedener Parameter, die mit folgenden Analysemethoden ermittelt werden:

- I. chemische Analyse
- II. petrographische Analyse
- III. technologische Analyse
- IV. Hydrophilizitäts-Index

#### *I. Chemische Analyse:*

Man unterscheidet zwei Arten der chemischen Analyse:

- a. Die approximative Analyse:  
Dabei werden die relative Feuchte, der Anteil an flüchtigen Komponenten, der Aschegehalt, der Heizwert und der Teergehalt ermittelt.

b. Die Elementaranalyse:

Sie dient zur Bestimmung der chemischen Zusammensetzung der Kohlen (Kohlenstoff C, Sauerstoff O, Schwefel S, Stickstoff N und Wasserstoff H) und des Aschegehaltes A. Die aussagekräftigste chemische Eigenschaft von Kohle ist der Sauerstoffgehalt. Mit ihm ist es möglich, die Verbrennungs-, Verflüssigungs- und Verkokungseigenschaften zu bestimmen. Außerdem ist der Sauerstoffanteil der wichtigste Wert zur Bestimmung des Kohletyps. Je hochwertiger eine Kohle ist, desto geringer sind die Anteile des enthaltenen Sauerstoffs und Wasserstoffs. Für die Elementaranalyse werden meist getrocknete Proben verwendet, daher ist es für die Ergebnisse wesentlich, die Bezugsbasis anzugeben [7].

II. Petrographische Analyse

Die mineralogische Zusammensetzung unterscheidet sich je nach Art und Herkunft der Kohle und ist durch die Materialien der Pflanzen bestimmt, aus denen sie gebildet wurde. Diese Bestandteile werden als Mazeralien bezeichnet und sind in drei Arten gegliedert: Vitrinite, Inertinite und Extrinrite. Mit der petrographischen Analyse werden der Kohlenstoffgehalt und die Kohleart durch eine Lichtreflexionsmessung an einer glatten, polierten Vitrinit-Oberfläche bestimmt [6, 7].

III. Technologische Analyse

Für verschiedene Zweige der Kohle verarbeitenden Industrie spielt das Verhalten von Kohle beim Aufheizen eine entscheidende Rolle. Mit Hilfe der technologischen Analyse wird dieses Verhalten mit folgenden Versuchen untersucht:

a. Der Schmelztiegel Anschwelltest:

Mit diesem Versuch bestimmt man das Anschwellverhalten einer Kohleprobe in einem Schmelztiegel bei rascher Erhitzung (ca. 400 °C/min). Das entstandene Anschwellprofil wird nach dem Versuch mit Standardprofilen abgeglichen, woraus der „Anschwell – Index“ resultiert [7].

b. Der Ausdehnungstest:

Bei diesem Test wird eine Kohleprobe zu einem Stift gepresst und anschließend langsam, konstant erwärmt (3-5 °C/min). Dabei dehnt sich der Kohlestift aus. Die maximale, prozentuelle Ausdehnung ist charakteristisch für den jeweiligen Kohletyp [7].

c. Der ROGA Test:

Dabei wird eine Kohleprobe (Partikeldurchmesser < 0,21 mm) mit 5 Gramm eines spezifizierten Anthrazits (Partikelgröße < 0,4 mm) in einem Schmelztiiegel vermennt und anschließend eine halbe Minute mit einem Gewicht von 6 kg beschwert. Danach wird die Probe 15 min lang auf 850 °C erhitzt. Der Kohlerückstand wird gewogen, mit einem Sieb mit 1mm Maschenweite gesiebt und nochmals gewogen. Abschließend wird der Rückstand einem 15 minütigen Abrasionstest unterzogen und dabei wieder alle 5 Minuten gewogen. Aus diesen Einwaagen wird abschließend der ROGA – Index berechnet [7].

Kohlearten			Wassergehalt (%)	Energiegehalt af* (kJ/kg)	flüchtige Anteile waf** (%)
UN-ECE	USA (ASTM)	Deutschland (DIN)			
Peat	Peat	Torf	75	6,700	
Ortho-Lignite	Lignite	WEICHBRAUNKOHLE			
Meta-Lignite		Sub-bituminous Coal	Mattbraunkohle	35	16,500
Subbitum. Coal		Glanzbraunkohle	25	19,000	
Bituminous Coal	High Volatile Bituminous Coal	Flammkohle	10	25,000	45
		Gasflammkohle			40
		Gaskohle			35
	Medium Vol. Bitumin. Coal	Kokskohle			28
	Fettkohle				19
Low Vol. Bitumin. Coal	Eßkohle	14			
Anthracite	Semi-Anthracite	Magerkohle	3	36,000	10
	Anthracite	Anthrazit			

af\* = aschefrei waf\*\* = wasser- und aschefreie Substanz

Quelle: BGR

Abbildung 1: Internationale Kohleklassifizierung [49]

IV. Der Hydrophilizitäts-Index

Dieser Index gibt Auskunft über die Benetzungseigenschaften von Kohle, womit ein direkter Schluss auf die Filtrationseigenschaften möglich ist. Mit den an der Partikeloberfläche vorkommenden Mengen an hydrophilen Carboxyl- und Hydroxyl-Gruppen und den hydrophoben aromatischen und aliphatischen Kohlenwasserstoffgruppen berechnet sich der Hydrophilizitäts-Index [8].

Kohlen niedrigeren Ranges besitzen mehr hydrophile Gruppen als Steinkohlen oder Anthrazit und sind daher besser benetzbar. Diese Benetzbarkeit erschwert die Entwässerung, was sich negativ auf das Filtrationsverhalten auswirkt [8].

## 2.2. Aufbereitung von Kohlen

Kohle ist auch im 21. Jahrhundert noch eines der wichtigsten Materialien zur Deckung des globalen Energiebedarfs. Der Energieverbrauch wird weltweit zu ca. 30% mit Kohle abgedeckt. Mit der Aufbereitung werden Kohleprodukte für den Einsatz in Kraftwerken, zur Verkokung oder für den Hausbrand erzeugt.

Die Kohle wird nach dem Abbau im ersten Prozessschritt mit Hammer- oder Walzenbrechern auf eine Größe von  $< 80$  mm zerkleinert. Das taube Gestein  $> 80$  mm (Berge) wird über einen Wäscher abgetrennt. Der Bergegehalt beträgt bis zu 60% des geförderten Rohmaterials. Die Kohle wird trocken gesiebt und nach Korngrößen  $< 0,5$  mm,  $< 10$  mm und 10 bis 80 mm klassiert. Die Sortierung der Kohle erfolgt in Schwertrübescheidern oder Setzmaschinen, wobei sie nach ihrer Dichte oder Sedimentationsrate getrennt wird. Die Dichte von Kohle variiert von 1,2 bis 1,6 t/m<sup>3</sup> [9]. Für die Dichtesortierung des Feinstkornanteils ( $< 0,5$  mm) von Kohle und taubem Gestein wird seit Beginn des 20. Jahrhunderts die Flotation angewandt [10, 9].

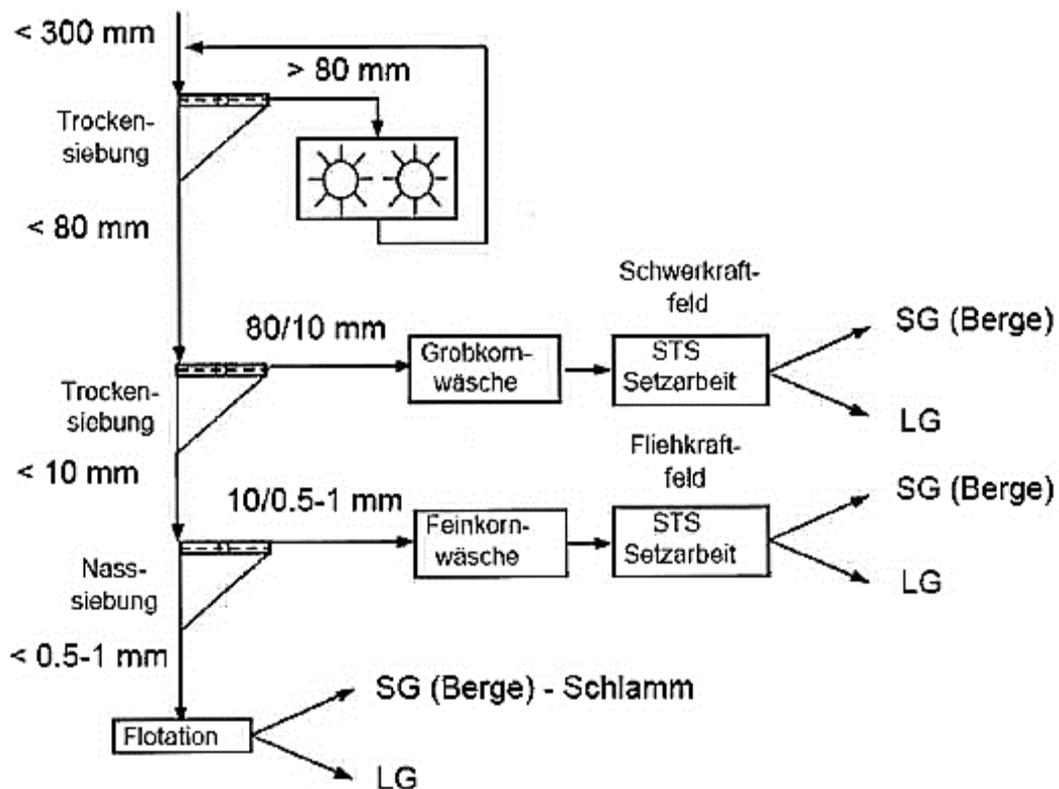


Abbildung 2: Standard Steinkohle-Aufbereitungsverfahren [9]

Unter Flotation versteht man die Trennung von feinen Partikeln durch unterschiedliche Oberflächenbenetzbarkeit. Durch die zunehmende Mechanisierung der Kohleförderung stieg der Feinkornanteil des Rohmaterials auf ca. 20%. Der wirtschaftliche Ertrag konnte durch die Einführung der Flotation deutlich erhöht werden. Daher ist der Flotationsprozess von großer Bedeutung für die Kohleaufbereitung. Die Flotation beruht auf den unterschiedlichen physikalischen und chemischen Oberflächeneigenschaften der zu trennenden Feststoffe. Mit Schnellrührern oder durch Einblasen wird Luft in den Prozess eingebracht und dispergiert. Die entstehenden Luftblasen haften an den hydrophoben Kohlepartikeln an. Dadurch werden die Partikel an die Oberfläche der Suspension getragen. Sammler- oder Entnetzungsreagenzien werden der Suspension hinzugefügt, um die Benetzungseigenschaften der Kohle mit Wasser zu verschlechtern. Diese Chemikalien sind stark polar und erhöhen die Hydrophobizität der Kohle. Das Beimengen von Schäumereagenzien beeinflusst zwei wichtige Eigenschaften des Flotationsprozesses. Die Oberflächenspannung des Wassers wird gesenkt, wodurch die Luftblasen besser in der Suspension dispergieren. Der zweite positive Effekt ist die höhere Stabilität der Bläschen: Dies Verhindert das Zerplatzen beim Aufschwimmen an die Suspensionsoberfläche. Der Schaum wird an der Oberfläche zur Weiterverarbeitung abgestreift [11].

Als abschließender Prozessschritt folgt die Entwässerung der Kohle. Dafür werden Scheiben-, Band-, Trommelfilter, Filter- oder Siebbandpressen eingesetzt. Auch thermische Trocknung wird mitunter verwendet.

## 2.3. Filtrationsgrundlagen

Die Filtration ist neben der Sedimentation und der thermischen Trocknung ein industriell angewandtes Verfahren zur fest-flüssig Trennung. Als Filtration bezeichnet man die mechanische Abtrennung von Feststoffen aus einem Fluid. Der Filtrationsprozess besteht aus den Teilschritten der Kuchenbildung, während der die Flüssigkeit abgetrennt wird, der Kuchenwäsche und dem Entfeuchten des Filterkuchens.

Die Feststoffpartikel werden in Abhängigkeit der Filtrationsart an der Oberfläche oder im Inneren des Filtermediums abgeschieden. Die fest-flüssig Trennung ist ein häufig unverzichtbarer Prozessschritt in der chemischen, pharmazeutischen und der Lebensmittelindustrie, ebenso für die Aufbereitung von Erzen und Kohle [10, 12].

Die Flüssigkeit, welche den Filter durchströmt, wird als Filtrat bezeichnet. Den zurückgehaltenen Feststoff nennt man Rückstand. Je nach Anwendungsfall ist das gewünschte Produkt der Rückstand, das Filtrat oder auch beides. Ziel der Filtration ist es, ein möglichst reines Filtrat bzw. einen Rückstand mit niedriger Restfeuchte zu erreichen. Als treibende Kraft wirkt die Druckdifferenz zwischen der Feedseite und der Filtratseite. Dabei unterscheidet man zwischen der Vakuumfiltration, bei der auf der Filtratseite ein Unterdruck angelegt wird und der Druckfiltration, bei der ein feedseitiger Überdruck aufgebracht wird. Mit der Druckfiltration sind niedrigere Restfeuchten als mit der Vakuumfiltration erzielbar [10, 13].

### 2.3.1. Filtrationsarten

Die Filtration wird nach unterschiedlichen Wirkungsweisen in mehrere Arten eingeteilt.

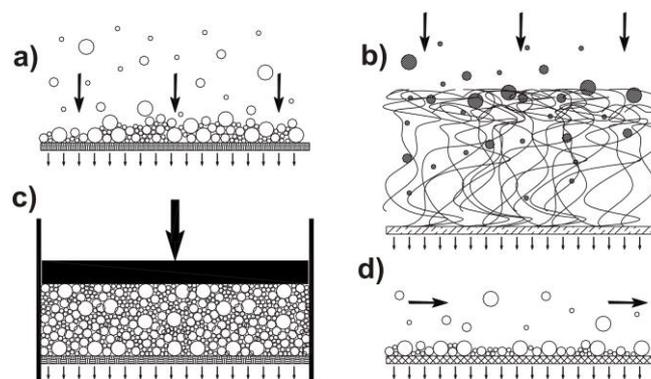


Abbildung 3: Filtrationsarten [1]

- |                            |                               |
|----------------------------|-------------------------------|
| a) <b>Kuchenfiltration</b> | b) <b>Tiefenfiltration</b>    |
| c) <b>Pressfiltration</b>  | d) <b>Querstromfiltration</b> |

**a) Kuchenfiltration:**

Die Kuchenfiltration ist eine Art der Oberflächenfiltration. Damit können Partikelgrößen von einem Mikrometer bis zu mehreren Millimetern abgeschieden werden. Dies wird durch Agglomeration der Partikel mitunter unterstützt durch chemische Zusätze möglich. Am Beginn der Filtration, wenn sich noch kein Kuchen gebildet hat, werden die Feststoffpartikel am Filtertuch vom Filtrat getrennt. Die erste Feststoffschicht bildet sich über den Filtertuchporen in Form von Feststoffbrücken aus. Mit zunehmender Zeit baut sich ein Filterkuchen auf, der selbst als Filtermedium wirkt. Der Einfluss des Filtertuches nimmt gegenüber dem Filterkuchen in weiterer Folge ab. Es dient weiterhin als Filtermedium und zur Stützung des Kuchens. Im Verlauf der Filtration strömen feine Partikel in die Poren und lagern sich dort ab. Mit abnehmendem Porendurchmesser steigt der Durchströmungswiderstand des Kuchens und der Filtratvolumenstrom nimmt ab. An den Prozess der Kuchenbildung schließt sich häufig ein Entfeuchtungsvorgang an. Bei der Vakuumfiltration wird das Fluid durch den Kuchen und das Filtertuch gesaugt, bei der Druckfiltration wird es hindurch gedrückt [10, 1, 12, 14].

**b) Tiefenfiltration:**

Bei der Tiefenfiltration werden die Partikel im Inneren des Filtermediums abgeschieden. Die Feststoffteilchen dringen in den Filter ein und haften auf Grund von elektrostatischen Wechselwirkungskräften und mechanischen Kräften an der inneren Oberfläche. Mit zunehmender Einsatzdauer verengen die Partikel die Poren und der Druckverlust steigt an. Das Produkt der Tiefenfiltration ist zu meist das Filtrat, da die Rückgewinnung des Feststoffes aus dem Filtermedium sehr aufwändig ist [10, 1].

**c) Pressfiltration:**

Die Druckdifferenz wird bei dieser Art der Filtration mit einem Pressstempel aufgebracht. Die Pressfiltration wird überwiegend nach einer Kuchenfiltration eingesetzt, um geringere Restfeuchten bei kompressiblen Kuchen zu erzielen. Der aufgeprägte Druck führt zum Bruch der Partikelbrücken im Kuchen. Dabei werden die Feststoffe in die Hohlräume gepresst, die das darin enthaltene Wasser verdrängen [2].

**d) Cross-Flow-Filtration:**

Die Suspension strömt parallel über das Filtermedium und verhindert durch die Scherkräfte die Entstehung eines Filterkuchens. Es bildet sich nur eine dünne Feststoffschicht auf der Filteroberfläche aus. Die Hauptanwendung der Querstromfiltration ist die Membranfiltration. Ein Vorteil dieser Technik sind hohe Durchsätze, die ohne Filterkuchen möglich sind [12, 1, 2].

### 2.3.2. Filtrationstheorie

Die Grundlage für die Berechnung der Kuchenfiltration geht auf die Arbeit von Henry Darcy über die Durchströmung von porösen Schichten mittels Wasser zurück. Die Herleitung der Darcy Gleichung ermöglicht die Berechnung des Volumenstroms durch eine poröse Partikelschüttung [15]. Mit dieser Gleichung wird der Volumenstrom  $\dot{V}$  in Abhängigkeit der durchströmten Querschnittsfläche  $A$  mit der Höhe  $h$ , der Viskosität  $\eta$ , der Druckdifferenz  $\Delta p$  und der Permeabilität  $k$  (= Durchlässigkeitsbeiwert) berechnet. Dabei werden eine homogen durchmischte Suspension und der vollständige Rückhalt der Feststoffpartikel am Filtermedium angenommen [2].

$$\dot{V} = \frac{A * \Delta p * k}{\eta * h} \quad (2.3-1)$$

Für die Berechnung des Filtratflusses wird der Filterkuchen als idealisiertes System betrachtet, das von geraden, kreisrunden Poren mit dem Durchmesser  $d_p$  durchzogen ist. Mit der Annahme von sehr feinen Poren und einer darin vorherrschenden laminaren Strömung ist für die Berechnung des Volumenstromes das Hagen-Poiseuillische Gesetz anwendbar. Darin beschreibt  $n$  die Porenanzahl [10].

$$\dot{V} = n_p * A * \frac{\pi * \Delta p * d_p^4}{128 * \eta * h} \quad (2.3-2)$$

Die Porenanzahl eines Filterkuchens kann direkt nicht einfach ermittelt werden. Unter Berücksichtigung einer kreisrunden Geometrie der Poren und einem konstanten Porendurchmesser kann die Anzahl über den Zusammenhang mit der Flächenporosität (=  $\varepsilon$  [ $m^2/m^2$ ]) bestimmt werden:

$$\varepsilon = \frac{n_p * \pi * d_p^2}{4} \quad (2.3-3)$$

Somit ergibt sich aus Gleichung 2.3-2 und Gleichung 2.3-3:

$$\dot{V} = \varepsilon * A * \frac{\Delta p * d_p^2}{32 * \eta * h} \quad (2.3-4)$$

Für die Permeabilität folgt damit aus Gleichung 2.3-1 und Gleichung 2.3-4:

$$k = \frac{\varepsilon * d_p^2}{32} \quad (2.3-5)$$

Diese kann bei der Kuchenfiltration auch als Reziprokwert des spezifischen, längenbezogenen Filterkuchenwiderstandes ausgedrückt werden:

$$k = \frac{1}{\alpha_k} \quad (2.3-6)$$

Bei der Kuchenfiltration setzt sich der Gesamtwiderstand aus dem Filtermittel-  $R_t$  und dem Kuchenwiderstand  $R_k$  zusammen. Letzterer ist direkt proportional zur Höhe des Filterkuchens. Das Kuchenwachstum führt zur Verminderung des Filtratvolumenstroms und damit der Durchströmungsgeschwindigkeit  $v_f$ . Mit der allgemeinen Filtrationsgleichung kann die Filtrationsgeschwindigkeit bei konstanter Druckdifferenz  $\Delta p$  geschrieben werden als [2, 1]:

$$v_f(t) = \frac{dV}{dt * A} = \frac{\Delta p}{\eta * (R_k(t) + R_t)} \quad (2.3-7)$$

Für die Berechnung von  $R_k$  mit der Kuchenhöhe  $h$  in Abhängigkeit der Zeit  $t$  mit dem spezifischen Widerstandswertes  $\alpha_k$  folgt:

$$R_k(t) = h(t) * \alpha_k \quad (2.3-8)$$

Der spezifische Kuchenwiderstand ist für inkompressible Schüttungen konstant. Bei kompressiblen Filterkuchen ändert sich dessen Struktur und feine Partikel werden näher an das Filtertuch gedrückt. Die Porosität verändert sich und mit ihr der spezifische Kuchenwiderstand. Die Druckabhängigkeit kann bei kompressiblen Kuchen z.B. mit folgendem Ansatz berücksichtigt werden [10, 16]:

$$\alpha_k = \alpha_0 + \alpha * \left( \frac{\Delta p}{1 \text{ bar}} \right)^{a_1} \quad (2.3-9)$$

Aus 2.3-1 und 2.3-7 folgt für den Druckabfall über den Kuchen:

$$\Delta p_k = \frac{h(t) * \eta * v_f(t)}{k} \quad (2.3-10)$$

Bei Annahme eines konstanten Tuchwiderstandes  $R_t$  berechnet sich  $\Delta p$  über das Tuch mit:

$$\Delta p_t = R_t * \eta * v_f(t) \quad (2.3-11)$$

Für die Konzentrationskonstante  $\kappa$  gilt unter der Annahme, dass das Filtrat frei von Feststoffen sei [16]:

$$\kappa = A * \frac{H_e}{V_e} \quad (2.3-12)$$

Aus 2.3-10 und 2.3-11 berechnet sich der Gesamtdruckabfall ( $\Delta p = \Delta p_k + \Delta p_t$ ):

$$\Delta p = \frac{dV}{dt} * \frac{\eta}{A} * \left( \frac{\kappa * \alpha_k}{A} * V(t) + R_t \right) \quad (2.3-13)$$

Für eine konstante Druckdifferenz kann die Grundgleichung integriert werden zu:

$$t = \frac{\kappa * \alpha_k * \eta}{2 * A^2 * \Delta p} * V^2(t) + \frac{R_t * \eta}{A * \Delta p} * V(t) \quad (2.3-14)$$

Durch die Umformung von 2.3-7 und 2.3-14 ergeben sich zwei Gleichungen in Geradenform, die für die Auswertung des Filtrationsvorganges verwendet werden. Das über die Zeit anfallende Filtratvolumen wird in Form von  $t/V$  und  $dt/dV$  über das kumulierte Filtratvolumen aufgetragen. Der große Vorteil dieser Auswertungsmethode besteht darin, dass damit der Filterkuchenwiderstand und der Tuchwiderstand bestimmt werden können [1, 16].

Die Geradengleichungen haben die Formen:

$$\frac{t}{V} = \frac{\kappa * \alpha_k * \eta}{2 * A^2 * \Delta p} * V + \frac{R_t * \eta}{A * \Delta p} = \frac{b}{2} * V + a \quad (2.3-15)$$

$$\frac{dt}{dV} = \frac{\kappa * \alpha_k * \eta}{A^2 * \Delta p} * V + \frac{R_t * \eta}{A * \Delta p} = b * V + a \quad (2.3-16)$$

Der Filterkuchenwiderstand wird als Steigung der Geraden (b bzw. b/2) abgebildet. Aus dem Schnittpunkt der Interpolationsgeraden mit der Ordinate kann der Gesamtwiderstand des Filtertuches abgelesen werden. Der Gesamtwiderstand des Filtermittels ist größer als der reine Tuchwiderstand, denn dabei wird auch der zusätzliche Widerstand durch Partikel, die ins Filtertuch dringen und es verlegen, berücksichtigt. Im Vergleich zum Widerstand des Filterkuchens ist der Gesamtwiderstand des Filtertuches meist vernachlässigbar gering [16, 1, 13].

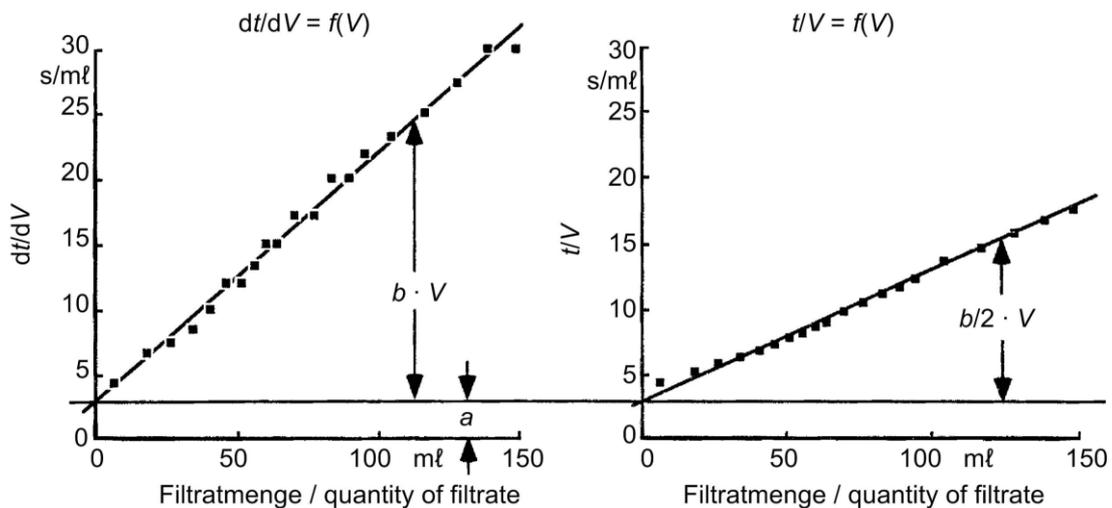


Abbildung 4: t/v und dt/dV Diagramm [16]

Zur besseren Darstellung des Filtertuchwiderstandes wurde die Ersatzkuchenhöhe  $h_k$  eingeführt. Diese berechnet sich als Quotient aus dem Filtermittelwiderstand  $R_t$  und dem spezifischen Widerstand des Filterkuchens [1].

$$h_k = \frac{R_t}{\alpha_k} \quad (2.3-17)$$

Die Gleichung von Darcy wird verwendet, um die Durchströmung von Filtermitteln zu berechnen. Dabei wird von einer laminaren Durchströmung der Poren ausgegangen, die idealisiert als zylindrisch und gerade angenommen werden. Die idealisierte Berechnung erfolgt mit dem Partikeldurchmesser  $d_p$ . Um die Abweichung des Porenquerschnittes von der Kreisform zu berücksichtigen, wurde für die Berechnung in der Strömungstheorie der hydraulische Durchmesser  $d_h$  eingeführt. Dieser ergibt sich per Definition als Quotient aus dem vierfachen der durchströmten Querschnittsfläche  $A$  und dem benetzten Umfang  $U$ . Mit der Berücksichtigung der Höhe und der Porosität der Struktur folgt für  $d_h$  [1, 13, 17]:

$$d_h = 4 * \frac{A}{U} = 4 * \frac{\varepsilon}{(1-\varepsilon)*S_V} \quad (2.3-18)$$

Durch Einsetzen von Gleichung 2.3-18 in 2.3-4 ergibt sich die von Carman & Kozeny entwickelte Gleichung zur Berechnung des Filtratflusses in Abhängigkeit der Porosität.

$$\dot{V} = \frac{dV}{dt} = K_z * \frac{A*\Delta p*\varepsilon^3}{h*\eta*(1-\varepsilon)^2*S_V^2} \quad (2.3-19)$$

Mit der Kozeny Konstante  $K_z$  wird die reale Struktur der Poren im Filtermedium berücksichtigt. Bei geraden Poren, die einen kreisrunden Querschnitt haben, erreicht der Faktor den Wert 2. In der Regel liegt der Wert der Konstante zwischen 3,5 und 5 [10].

Der Filterwiderstand wird stark durch die Porosität einer Schüttung beeinflusst. Die Größe der Feststoffteilchen hat wesentlichen Einfluss auf die Porosität des Filterkuchens.

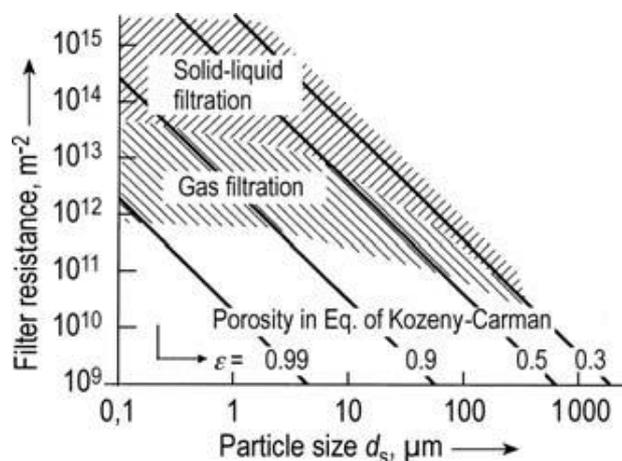


Abbildung 5: Zusammenhang der Partikelgröße mit dem Filterwiderstand  $\alpha_k$  [13]

Der Kuchenwiderstand steigt mit zunehmender Kompaktheit des Filterkuchens. Die Porosität von Filterkuchen liegt im Bereich von 0,5 - 0,9. Mit Hilfe von Kuchenpressung kann die Porosität den Minimalwert von 0,4 erreichen, der aus der Überlegung dichtester Packung von Kugeln mit gleichem Durchmesser abgeleitet ist [10, 13].

Eine exakte mathematische Beschreibung der Durchströmung von porösen Filtermedien ist nur in Ausnahmefällen bzw. mit erheblichem mathematischen Aufwand möglich. Grund dafür ist, dass sich die Feststellung der tatsächlichen Porenform und des Kuchenaufbaus als sehr komplex erweist. Unter Annahme von Vereinfachungen ist es nach neuestem Stand der Technik möglich, die Kuchen- und Porenstruktur zu modellieren [1].

## **2.4. Einflussfaktoren auf die Filtration**

Unter dem Begriff Filtration versteht man die Trennung einer festen, dispersen Phase von einer fluiden Phase. Dabei werden Feststoffe an einer für die Partikel undurchlässigen Schicht zurückgehalten. Das Fluid tritt mit Hilfe eines aufgeprägten Druckes durch diese Schicht. Zur Beschreibung eines fest/flüssig Systems werden primäre und makroskopische Eigenschaften, sowie die Betriebsparameter verwendet.

Als primäre Eigenschaften eines Systems bezeichnet man jene, welche unabhängig von anderen Eigenschaften gemessen werden können. Dazu zählen physikalische Eigenschaften des Feststoffes und der Flüssigkeit. Für kleine Teilchen ( $< 10 \mu\text{m}$ ) können Wechselwirkungskräfte zwischen den Teilchen die gleiche Größenordnung einnehmen wie die Massenkräfte. Bei großen Partikeldurchmessern ist der Einfluss der Wechselwirkungskräfte wesentlich geringer. Diese Kräfte entscheiden, ob die Partikel am Filter zurückgehalten werden, beeinflussen die Sinkgeschwindigkeit der Teilchen sowie die Konsistenz des Filterkuchens [18].

Zu den makroskopischen Eigenschaften zählen die Permeabilität, der Filterwiderstand und die Absetzgeschwindigkeit der Teilchen. Anhand dieser Werte wird die Auswahl des anzuwendenden Trennverfahrens getroffen. Der Zustand eines fest/flüssig Systems wird mit Hilfe der Konzentration, der Porosität und der Homogenität einer Suspension beschrieben [18].

### **2.4.1. Partikelgröße**

Die Größe der Partikel, die in einer Suspension vorkommen, variiert von sehr feinen ( $< 10 \mu\text{m}$ ) bis zu grobkörnigen Teilchen ( $> 1000 \mu\text{m}$ ) und beeinflusst das Trennverhalten wesentlich. Die Partikelgröße wird gemessen, um die Filtrationseigenschaften vorzuberechnen und daraus Entscheidungen über die Wahl des Filtermittels und des Trennverfahrens zu treffen. Je kleiner der Durchmesser der Teilchen ist, desto stärker ist der Einfluss der Wechselwirkungskräfte zwischen Feststoff und Fluidpartikel [18].

Änderungen der Partikelgröße wirken sich auf die Bildung des Filterkuchens und damit direkt auf den spezifischen Kuchenwiderstand, die Entfeuchtungs- und die Wascheigenschaften aus.

Mit abnehmender Partikelgröße steigt die Zahl der Poren, womit wiederum die Bedeutung der Widerstandskraft der Strömung im Vergleich zu den Massenkräften zunimmt [19].

Der Volumenstrom des Filtrates ist direkt proportional mit der Porosität und ist proportional zur vierten Potenz der Porengröße und des mittleren Partikeldurchmessers  $d_m$  [10].

$$\dot{V} \cong d_m^4 \quad (2.4-1)$$

Mit steigender Partikelgröße verringert sich die benötigte Entwässerungszeit. Der Luftdurchsatz und die Gefahr eines Luftdurchbruches steigen hingegen, weil die Porengröße und die Porosität zunehmen [18, 20]. Die maßgebliche Einflussgröße für den Filtratvolumenstrom durch den Filterkuchen ist der spezifische Kuchenwiderstand  $\alpha_k$ , der sich umgekehrt proportional zur Permeabilität  $k$  des Filterkuchens verhält [18].

$$\alpha_k = \frac{1}{\rho_s * (1 - \varepsilon) * k} \quad (2.4-2)$$

Leitet man die Ermittlung des spezifischen Widerstandes aus der Carman & Kozeny Gleichung 2.3-19 her, ergibt sich [21]:

$$\alpha_k = \frac{180 * (1 - \varepsilon)}{\rho_s * d_m^2 * \varepsilon^3} \quad (2.4-3)$$

Der Zusammenhang zwischen der Partikelgröße und dem spezifischen Kuchenwiderstand folgt aus dem inversen Verhältnis der Permeabilität  $k$  und der volumenspezifischen Oberfläche  $S_v$  [18, 21]. Daraus folgt mit dem Sauterdurchmesser  $d_{sv}$  für  $\alpha_k$ :

$$\alpha_k \cong \frac{1}{d_{sv}^2} \quad (2.4-4)$$

Aus Gleichung 2.5-4 folgt, dass sich der spezifische Kuchenwiderstand  $\alpha_k$  invers proportional zum Quadrat der Partikelgröße verhält, d.h., mit sich verringender Teilchengröße nimmt der Widerstand zu.

### 2.4.2. Partikelform

Eine Änderung der Form von Teilchen führt zu einer deutlichen Veränderung des Partikelvolumens und der Partikeloberfläche. Die Partikelform nimmt den größten Einfluss auf den spezifischen Widerstand  $\alpha_k$ . Dieser erhöht sich von faserförmigen über kugelförmige zu flockenförmigen Partikeln [18].

Die Packungsdichte steigt bei der Veränderung von faserförmigen Teilchen zu flockenförmigen Partikeln. Die Porosität des Kuchens tendiert dabei zu einem Minimum. Dadurch verringert sich der Filtratvolumenstrom, wodurch die Entwässerungszeit des Filterkuchens deutlich zunimmt. Dies führt zur drastischen Verminderung des Feststoffdurchsatzes in den Filterapparaten [18, 22].

### 2.4.3. Partikelverteilung

Zur Beschreibung einer Partikelgrößenverteilung wird als repräsentative mittlere Partikelgröße der Sauter Durchmesser  $d_{sv}$  verwendet. Er beschreibt den mittleren Partikeldurchmesser, der der volumenspezifischen Oberfläche des Partikelkollektives entspricht [23].

$$d_{sv} = \frac{6}{S_v} \quad (2.4-5)$$

Die Filtration wird durch die kleinsten Teilchen am stärksten beeinflusst. Sie stellen den größten Anteil der spezifischen Oberfläche des Filterkuchens und beeinflussen dessen Bildung und Struktur wesentlich. Zu Beginn der Kuchenbildung besteht die Gefahr, dass diese Partikel durch das Filtertuch strömen, was zur Verunreinigung des Filtrates führt. Aufgrund ihrer Feinheit strömen sie durch die Poren und lagern sich in der Nähe des Filtertuches an. Dieses Verhalten führt zur Verlegung des Tuches und erhöht den Gesamtwiderstand bedeutend. Resultierend aus der Verlegung des Filtertuches erhöht sich die Gefahr der Rissbildung des Kuchens [18, 23, 24].

Ein hoher Feinkornanteil im Suspensionskonzentrat bewirkt eine Verengung der Poren, wodurch der Kapillardruck ansteigt. Die Verringerung des Porendurchmessers mindert die Entwässerungs- und Filtrationsleistung.

Als Folge der großen spezifischen Oberfläche und der resultierenden Erhöhung des Einflusses der Wechselwirkungskräfte kommt es zur vermehrten Bindung von Wasser. In Kombination mit der abgeschwächten Entwässerungsleistung verursachen die genannten Effekte eine erhöhte Restfeuchte [18, 24].

#### 2.4.4. Druckdifferenz $\Delta p$

Die Filtrationsdruckdifferenz ist ein wichtiger Einflussfaktor bei der Kuchenfiltration. Die Auswirkungen der Änderung des Differenzdruckes unterscheiden sich bei kompressiblen und inkompressiblen Filterkuchen wesentlich. Mit dem Gesetz von Darcy ist der direkte Einfluss des Differenzdruckes auf den Filtrationsprozess dargestellt als:

$$\dot{V} = \frac{A * \Delta p}{\eta * (R_t + R_k)} \quad (2.4-6)$$

Mit der Erhöhung der Druckdifferenz  $\Delta p$  steigt der Volumenstrom, wodurch die Filtrationszeit verkürzt wird. Der positive Einfluss auf die Entwässerung hat zur Folge, dass durch die leichtere Überwindung des Kapillardrucks bei größeren Filtrationsdruckdifferenzen niedrigere Restfeuchten erreicht werden. Dieser Effekt führt zur Steigerung des Durchsatzes [24].

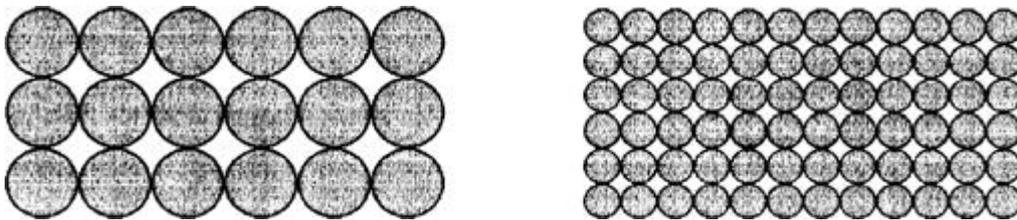
Bei kompressiblen Filterkuchen hat die Erhöhung der Druckdifferenz Einfluss auf den Filtertuchwiderstand. Partikel, die auf dem Filtertuch aufliegen, können in das Tuch gedrückt werden und zu dessen Erblinden führen. Das Komprimieren des Kuchens führt zur Verringerung des Porenvolumens, wodurch der Durchströmungswiderstand zunimmt. Mit steigender Kompressibilität des Kuchens verringert sich die Durchsatzsteigerung durch die Differenzdruckerhöhung [25].

### 2.4.5. Porosität

Die Porosität  $\varepsilon$  wird auch als relatives Lückenvolumen eines Systems bezeichnet und ist ein Maß für den Hohlraumanteil bezogen auf das Gesamtvolumen [19].

$$\varepsilon = \frac{V_H}{V} = 1 - \frac{V_s}{V} \quad (2.4-7)$$

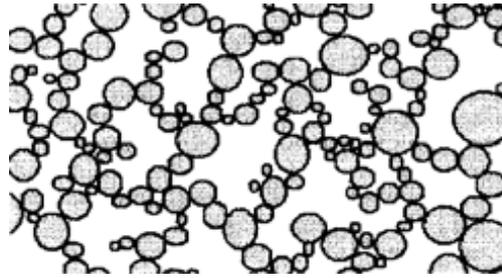
Bei einer regulären Anordnung von Teilchen der gleichen Größe, der sogenannten Packung, bleibt die Porosität konstant, d.h., sie ist unabhängig von der Teilchengröße. Eine Ausnahme bilden sehr kleine Partikel ( $< 100 \mu\text{m}$ ), bei denen die Zwischenschicht eine Rolle spielt. [19].



**Abbildung 6: Unabhängigkeit der Porosität von der Partikelgröße bei regelmäßiger Anordnung [19]**

Am stärksten wird die Porosität von der Partikelgrößenverteilung beeinflusst. Die Porosität  $\varepsilon$  nimmt mit der Zunahme der Breite der Partikelverteilung ab, weil sehr feine Partikel durch die Poren strömen und sich darin ablagern. In Abhängigkeit des Kuchenaufbaus unterscheidet sich die Ablagerung der feinen Teilchen. Der größte Anteil an feinen Teilchen lagert sich in der unmittelbaren Nähe des Filtertuchs ab, wenn die Sedimentation den Kuchenaufbau nicht beeinflusst. Bildet sich zu Beginn des Filtrationsprozesses eine Schicht durch die Sedimentation großer Partikel aus, so bilden die feinen Teilchen eine Deckschicht am Filterkuchen. Das freie Porenvolumen nimmt ab und der Durchströmungswiderstand des Filterkuchens steigt an [23].

Bei einer geringen Verteilungsbreite von sehr feinen Partikeln steigt der Einfluss der Wechselwirkungskräfte gegenüber den Massenkraften an, sodass die Porosität trotz feiner Teilchen sehr groß werden kann (siehe Abbildung 7) [19].



**Abbildung 7: Hohe Porosität bei kleinen Partikeln durch die Wechselwirkungskräfte [19]**

Eine geringere Porosität und der damit verbundene höhere spezifische Widerstand verlangsamt den Entwässerungsprozess des Filterkuchens aufgrund der direkten Proportionalität des Volumenstromes zur Porosität [1]:

$$\dot{V} = \frac{\varepsilon * d_p^2 * A * \Delta p}{32 * \eta * h} \quad (2.4-8)$$

Kleinere Porendurchmesser und somit eine geringerer Porosität erhöhen den Kapillardruck, der für die Entwässerung überwunden werden muss. Um trotzdem die geforderte Restfeuchte zu erreichen, muss eine höhere Druckdifferenz angelegt werden [24].

#### **2.4.6. Zeta ( $\zeta$ )-Potential**

Das Zeta-Potential beeinflusst die Qualität der Trennung bei der Filtration. Leitschkis und Rammensee untersuchten den Effekt des Zeta ( $\zeta$ ) Potentials auf die Abtrennung der Flüssigkeit. Die mechanische Abtrennung wird durch die Größe der Filterporen, Partikelgröße und der Feststoffkonzentration in der Suspension beeinflusst. Eine Änderung des Zeta-Potentials wirkt sich auf die Abtrennungsleistung der Flüssigkeit aus dem Kuchen aus. Bei unterschiedlichen Vorzeichen der Potentiale von Feststoffteilchen und Filtermedium wurden die besten Abtrennungsergebnisse erreicht. Die schlechtesten Ergebnisse zeigten sich bei gleichen Vorzeichen [26].

Das Zeta-Potential wirkt sich auch auf das Flotations- und Sedimentationsverhalten von Kolloiden aus. Der Sauerstoffgehalt von Kohle und der Grad der Oxidation an der Partikeloberfläche beeinflussen den Wert des Potentials. Bei gleichem pH-Wert unterscheiden sich die Potentiale von verschiedenen Kohlen. Die negative Ladung der Kohle nimmt mit dem pH-Wert zu [27].

### 2.4.7. Temperatur

Die Temperatur beeinflusst die fest/flüssig Trennung durch zwei unterschiedliche Effekte. Eine geringere Viskosität  $\eta$  der Suspension bei erhöhter Temperatur verbessert die Entwässerungseigenschaften. Daraus resultieren eine kürzere Filtrationsdauer und verringerte Restfeuchten. Die Erhitzung des Filterkuchens mit Dampf ist eine Möglichkeit zur Erhöhung der Temperatur. Das Bedampfen senkt als zweiter positiver Effekt die Oberflächenspannung. Geringere Oberflächenspannungen führen dazu, dass die notwendige Druckdifferenz zur Überwindung der Kapillardruckes linear abnimmt. Dieser Zusammenhang geht aus der Young-Laplace Gleichung hervor. Dabei bezeichnet  $\sigma$  die Oberflächenspannung,  $d_k$  den Kapillardurchmesser und  $\Theta_r$  den rückschreitenden Kontaktwinkel [28].

$$\Delta p = \frac{2 * \sigma * \cos \theta_r}{d_k} \quad (2.4-9)$$

### 2.4.8. Oberflächeneigenschaften von Kohle

Kohlen sind grundsätzlich hydrophobe Materialien, d.h., schlecht benetzbar. Als Maß für die Güte der Benetzbarkeit hat sich die Messung des Drei-Phasen-Kontaktwinkels bewährt. Der Anteil an flüchtigen Komponenten von Kohlen ist direkt proportional zu deren Benetzungseigenschaften. Steinkohlen mit einem geringen Anteil an flüchtigen Komponenten sind die hydrophobsten Kohlen. Hydrophil, d.h. besonders gut benetzbar sind Braunkohlen und Steinkohlen mit einem hohen Anteil flüchtiger Komponenten. Auch Anthrazit benetzt besser als Steinkohlen mit einem geringen Anteil an flüchtigen Komponenten. Je hydrophober ein Material ist, desto schlechter benetzt es und umso besser sind dessen Filtrationseigenschaften. Wasser kann bei hydrophoben Kohlen einfacher aus dem Filterkuchen entfernt werden. Ein wesentlicher Vorteil dieses Phänomens sind kürzere Filtrationszeiten und geringere Restfeuchten [8].

Der strukturelle Aufbau der Oberfläche beeinflusst deren Eigenschaften maßgeblich. Durch Oxidation verändert sich die Beschaffenheit der Oberfläche, mit der Aufnahme von Sauerstoff und der Bildung von hydrophilen Gruppen. Diese Gruppen bilden mit Wassermolekülen Wasserstoffbrücken und verringern damit die Hydrophobizität der Partikel [29].



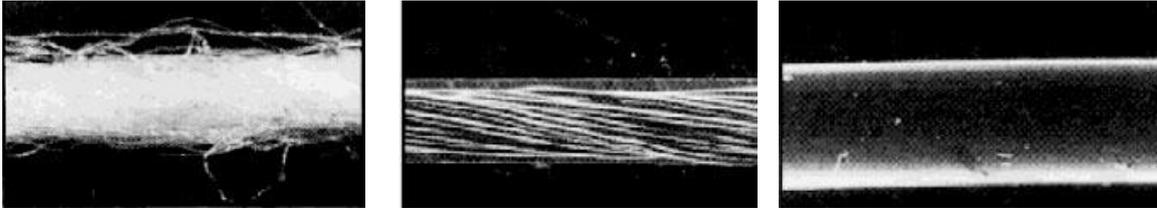
Der Kapillardruck, der zur Entwässerung überwunden werden muss, nimmt umgekehrt proportional zum Kontaktwinkel ab. Dieser Zusammenhang folgt aus der Gleichung nach Young und Laplace 2.5-10 [30].

### **2.4.9. Filtermedien**

Filtermedien haben einen entscheidenden Einfluss auf den Verlauf und die Qualität von Filtrationsvorgängen. Die unterschiedlichen Einsatzgebiete der Filtration, von der Erzaufbereitung bis zur hochreinen Abtrennung in der pharmazeutischen Industrie, stellen große Herausforderungen an die Filtermedien. Kriterien für die Auswahl eines Filtermediums sind ein geringer Durchschlag und ein hoher Trockengehalt des Produktes für eine gute Verkaufsfähigkeit. Um lange Einsatzzeiten zu gewährleisten, ist Beständigkeit bei chemischer, thermischer und mechanischer Beanspruchung von großer Bedeutung. Bei der Kuchenfiltration ist die Filtration durch das Medium nur am Beginn bis zum Aufbau einer dünnen Schicht entscheidend für die Trennleistung. Danach liegt die wesentliche Aufgabe in der Stützung des Filterkuchens. Allerdings haben Filtermedien mitunter weitreichende Auswirkungen auf den nachfolgenden Kuchenaufbau und damit den Durchströmungswiderstand. Für die Einsatzdauer sind die Neigung zur Porenverstopfung und die Regenerierbarkeit des Tuches wichtige Eigenschaften. Bei vergleichbaren Partikel- und Porengrößen des Filtertuchs ist die Gefahr der Verstopfung am Größten. Die dauerhafte Permeabilität des Filtergewebes wird durch regelmäßige Tuchspülungen erhalten. Bei der Filtration von Suspensionen mit gelösten Salzen verwachsen die Filterporen durch Kristallisation. Diese können oft nur sehr schwer entfernt werden und beschränken die Verwendungsdauer des Tuches [14, 31, 1].

#### **2.4.9.1 Filterarten**

Um die verschiedenen Anforderungen zu erfüllen, werden Filtermedien aus Metall, Vliesen und Polymeren als mikroporöse Membranen produziert. Für den industriellen Einsatz von Filtern werden für die Kuchenfiltration überwiegend Kunststoffgewebe verwendet. Die Gewebekonstruktionen werden durch unterschiedliche Anordnung von Schuss- und Kettfäden erzeugt.



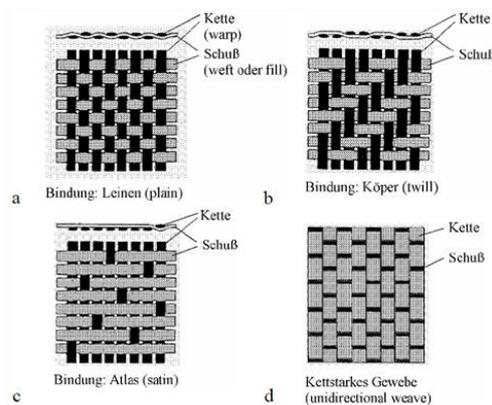
**Abbildung 9: Unterschiedliche Faserarten**

**a) Stapelfaser**

**b) Multifilamentfaser**

**c) Monofilamentfaser**

Um eine Verstopfung der Poren zu vermeiden und den Abwurf des Filterkuchens zu erleichtern, werden Gewebe mit glatten Oberflächen und präzisen Porengrößen hergestellt. Dafür werden Monofilament- oder Multifilament-Fasern eingesetzt. Für gute Abscheideleistungen aus Suspensionen mit geringer Feststoffkonzentration werden Gewebe aus rauhen, unregelmäßigen Stapelfasern eingesetzt. Nachteil dieser Gewebe ist eine höhere Gefahr der Verstopfung. Die Einheit zur Beschreibung der Fadendicke ist nach ISO 1144 das „tex“. Ein Faden mit einem tex besitzt ein Gewicht von 1 Gramm pro 1000 Meter Länge [1, 14].



**Abbildung 10: Gewebearten**

Durch die Art des Gewebeaufbaus und den Fadentyp werden die Eigenschaften der Gewebe maßgeblich bestimmt. Leinengewebe besitzen quadratische Porenöffnungen, die durch die abwechselnde Überlagerung von Kett- und Schussfäden erzeugt werden. Aufgrund ihrer höheren Festigkeit werden bei der Kuchenfiltration hauptsächlich Atlas- und Körpergewebe aus Multifilament-Fasern eingesetzt. Die Abscheideleistung von sehr feinen Partikeln wird durch die Kombination von steifen Geweben als Stützschiicht für weiche, engporige Gewebe erreicht. Die Ausbildung noch feinerer Porenöffnungen erfolgt durch die Kalandrierung der Rohgewebe. Durch diesen Weiterverarbeitungsschritt verringert sich die Oberflächenrauheit, wodurch der Kuchenabwurf erleichtert wird [14, 1].

## **2.5. Filtrationsapparate**

Für die industrielle Entwässerung von Kohle werden Filter verschiedener Bauart verwendet. Man unterscheidet hinsichtlich der Betriebsweise und der Druckaufbringung. Zu Filtern mit kontinuierlicher Arbeitsweise zählen Siebbandpressen, Band-, Trommel- und Scheibenfilter. Filterpressen werden hingegen diskontinuierlich betrieben. Nach der Art der Druckanlegung wird wiederum zwischen Vakuum- und Druckfiltration unterschieden. Die Aufbringung von hohen Drücken bei kompressiblen Kuchen führt zur Verdichtung des Materials und daraus resultieren hohe spezifische Widerstände [10, 32].

### **2.5.1. Filterpresse**

Filterpressen werden schon seit Beginn des zwanzigsten Jahrhunderts zur Entwässerung eingesetzt, aber erst mit der fortschreitenden Automatisierung in den 1960er und 1970er Jahren wurden sie für den industriellen Einsatz zu Trommelfiltern und Siebbandpressen konkurrenzfähig. Sie sind aus einem unbeweglichen Kopf- und einem beweglichen Endstück gebaut, zwischen denen sich die Filterplatten befinden. Mit Plattenfiltern werden Filterflächen von über 1000 m<sup>2</sup> erreicht. Jede einzelne Platte ist mit einem Filtertuch überspannt. Die Suspension wird in den Hohlraum zwischen den Platten eingebracht. In diesen Kammern bilden sich die Filterkuchen aus. Das Filtrat fließt durch Bohrungen in den Filterplatten oder durch Kanäle in der Ecken der Platten ab. Bei Membranfilterpressen strömt Druckluft bis 20 bar in Gummimembranen auf den Platten und presst den Filterkuchen aus. Damit lassen sich geringere Restfeuchten der Kuchen erzielen. Zum Austragen der Filterkuchen müssen die Platten geöffnet werden. Der Kuchen wird durch Abschütteln oder Abstreifen entfernt [10, 2].

### **2.5.2. Siebbandpresse**

Siebbandpressen werden hauptsächlich zur Entwässerung von Schlämmen eingesetzt. Ein durchgehendes Filterband wird gespannt und über Rollen mit immer geringeren Durchmessern geführt. Die Suspension wird auf das Band aufgebracht und in der ersten Zone nur durch die Schwerkraft vorentwässert.

Anschließend wird der Druck auf den Kuchen in der „Wedge Zone“ zwischen zwei keilförmig zusammenlaufenden Filterbändern kontinuierlich gesteigert. In der Presszone wird der Kuchen zwischen Presswalzen s-förmig hindurchgeführt. Dabei wirkt zwischen den Presswalzen ein Druck von bis zu  $2000000 \text{ N/m}^2$  auf den Filterkuchen. Vorteile von Siebbandpressen liegen im geringen Energieverbrauch und langen Einsatzzeiten [2].

### **2.5.3. Trommelfilter**

Eine rotierende Filtertrommel wird horizontal mit ca. 30 % ihrer Oberfläche in eine Suspension eingetaucht. Die Oberfläche ist in Zellen unterteilt, über die ein Vakuum angelegt wird. Über jede Zelle ist ein Filtertuch gespannt. Durch das anliegende Vakuum wird die Suspension angesaugt. Es bildet sich ein Filterkuchen auf dem Tuch. In der Trocknungszone wird Luft durch den Kuchen gesaugt. Der Kuchen entwässert bis er in die Kuchenwaschzone eintritt. Durch das Aufsprühen des Waschmediums wird der Filterkuchen gewaschen und anschließend mit Vakuum wieder getrocknet. Der Feststoff wird mit einem Schaber von der Tuchoberfläche abgenommen. Trommelfilter werden auch als Druck-Trommelfilter ausgeführt. Dabei entfeuchtet der Kuchen nicht durch ein Vakuum in den Zellen des Trommelfilters, sondern durch eine aufgeprägte Druckdifferenz. Trommelfilter werden bis zu einem Durchmesser von 5 Metern produziert. Sie erreichen Restfeuchten von ca. 30 % [10, 2, 32].

### **2.5.4. Scheibenfilter**

Im Vergleich zu Trommelfiltern werden mit Scheibenfiltern wesentlich höhere spezifische Filterflächen erreicht. Das Haupteinsatzgebiet von Scheibenfiltern ist die Aufbereitung von Erzen und Kohle. Scheibenfilter werden als Vakuumscheibenfilter (VDF) und als Hyperbare Scheibenfilter (HBF) ausgeführt [10, 2].

Filterflächen bis zu  $500\text{m}^2$  werden bei 6 m Durchmesser erreicht. Auf einer Welle sind mehrere Filterscheiben parallel angeordnet. Jede Scheibe ist in bis zu 20 Segmente unterteilt, über diese sind Filtertücher gespannt. Die Scheiben werden bis zu 50 % in die Suspension eingetaucht. Die einzelnen Segmente der Scheiben sind innen hohl [10, 2].

Durch das angelegte Vakuum/den Überdruck strömt das Filtrat durch die Zellen und fließt durch die Welle ab [10, 2].

Sobald die Zelle zur Gänze in die Suspension eintaucht, setzt die Kuchenbildung ein. Die Filterkuchen erreichen eine Dicke von 10 - 20 mm. Taucht die Zelle wieder aus der Suspension auf, wird sie in der Kuchentrocknungszone von Luft durchströmt. Mit der hyperbaren Filtration werden niedrigere Restfeuchten als bei der Vakuumfiltration erreicht. Durch die größere Druckdifferenz wird Wasser auch aus den sehr feinen Poren entfernt. Der entfeuchtete Kuchen wird mit einem kurzen Luftstoss in der Filterzelle vom Filtertuch abgeworfen. Beim HBF wird der Filterkuchen über eine zweistufige Entlade-Schleuse auf ein darunter befindliches Förderband ausgetragen [10].

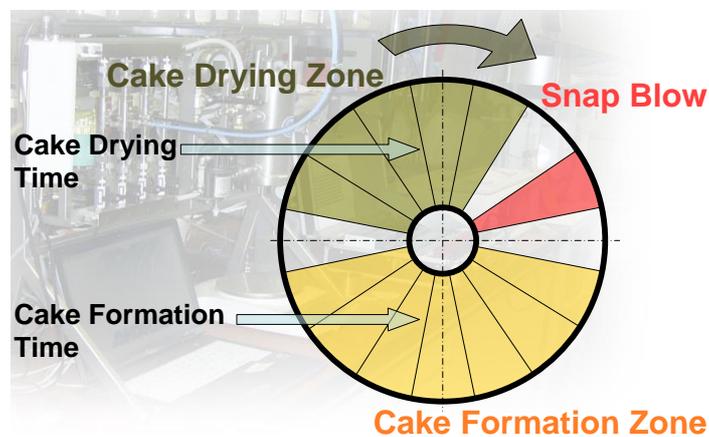


Abbildung 11: Prozessverlauf (Scheibenfilter)

### **3. Die Verwitterung von Kohlen**

Sobald Kohle nach dem Abbau in Kontakt mit Sauerstoff  $O_2$  kommt, wird aufgrund der Reaktivität ein Verwitterungsprozess in Gang gesetzt. Dieser Prozess ist maßgeblich für die Alterung von Kohle. Überwiegend beeinflussen diesen Prozess der mineralische Aufbau, die chemische Zusammensetzung und die Umgebungsbedingungen, denen die Kohle ausgesetzt ist. Der Rang der Kohle ist hingegen von geringerer Bedeutung für den Oxidationsvorgang [5].

Bei der Oxidation kommt es zur Aufnahme von Sauerstoff an der Kohleoberfläche und zu einer Wandlung der Struktur und molekularen Zusammensetzung durch chemische Reaktionen. Dieser Prozess verändert zudem die Masse der Kohle. Mit fortschreitender Oxidationsdauer verschlechtern sich Heizwert und Kokungsvermögen. Außerdem führt die Oxidation zur selbstständigen Erhitzung und in weiterer Folge zur spontanen Entzündung der Kohle. Dieses Phänomen birgt eine große Gefahr für den Kohletransport und die Kohlelagerung [5, 33].

#### **3.1. Einflussfaktoren auf den Oxidationsvorgang**

Der Oxidationsprozess von Kohle läuft an der Oberfläche der Partikel und der inneren Oberfläche, d.h. in den Poren ab. Die innere Porenoberfläche ist um ein vielfaches größer als die äußere Partikeloberfläche. Dadurch beeinflusst erstere die Oxidation maßgeblich. Kohlen bestehen aus unterschiedlichen aromatischen und nichtaromatischen Kohlenstoffverbindungen, weshalb das Oxidationsverhalten von vielen verschiedenen Faktoren abhängig ist [5, 33].

##### **3.1.1. Partikelgröße**

Mit abnehmender Partikelgröße steigen die Oxidationsrate und die von den Partikeln aufgenommene Sauerstoffmenge, die sich proportional zur inneren Porenoberfläche verhält. Dieses Phänomen ist bis zu einem kritischen Partikeldurchmesser von etwa 100  $\mu\text{m}$  zu beobachten. Bei kleineren Partikeln bleibt die Oxidationsrate jedoch konstant.

Der Sauerstofftransport durch Diffusion in den Poren beeinflusst die Oxidation wesentlich. Ist dies der limitierende (= begrenzende) Faktor spricht man von Makroporenoxidation. Bei sehr kleinen Partikeln spricht man von Mikroporenoxidation, bei der der Sauerstoffgehalt in den Poren dem der Gasphase entspricht. Bei letzterer sind chemische Reaktionen limitierend für die Oxidationsrate [33, 6, 34].

### **3.1.2. Chemische Zusammensetzung und Kohlerang**

Der Rang von Kohle wird anhand der elementaren Zusammensetzung definiert. Kohlen von niedrigerem Rang enthalten mehr flüchtige Komponenten, weisen eine höhere Porosität und somit auch eine größere innere Porenoberfläche auf. Durch die geringere Kompaktheit dieser Kohlen kann die Oxidation rascher voranschreiten. Mit zunehmendem Kohlenstoffgehalt sinkt die Fähigkeit der Kohlen zur Aufnahme von Sauerstoff. Aufgrund der unterschiedlichen Zusammensetzung und dem variablen Aufbau der Struktur weisen selbst Kohlen des gleichen Typs ein unterschiedliches Oxidationsverhalten auf [6, 33].

Hygroskopisches Wasser, das in den Poren der Kohlepartikeln, und chemisch gebundenes Wasser, das in der Struktur vorkommt, kann sich auf verschiedene Arten auf die Oxidation auswirken. Ein geringer Wassergehalt von Kohle ( $< 1\%$ ) verstärkt die Oxidation. Mit sinkendem Wassergehalt wird in den Poren eine größere Oberfläche für die Reaktion mit Sauerstoff frei und dieser kann einfacher in die Poren eindringen. Bei einem hohen Wassergehalt in den Poren, ist die Sauerstoffzufuhr durch die Wassermolekülschichten an die Porenoberflächen kaum möglich [33, 35, 34].

### **3.1.3. Temperatur**

Der Oxidationsvorgang und damit die Umwandlung und Zersetzung der Kohlestruktur wird maßgeblich von der vorherrschenden Umgebungstemperatur beeinflusst. Der Verlauf der Oxidation in Abhängigkeit der Temperatur kann in drei Stufen unterteilt werden [5].

Die Freisetzungsrates von CO und CO<sub>2</sub> hängt sehr stark von der Temperatur ab. Aufgrund der unterschiedlichen Aktivierungsenergien von Kohlenmonoxid und Kohlendioxid wird bis zu einer Temperatur von ca. 60 °C nur CO<sub>2</sub> durch den Oxidationsprozess freigesetzt und erst bei höheren Temperaturen kommt es zur Bildung von CO [36]. Mit zunehmender Temperatur steigt die Oxidationsrate und damit die Produktion von Kohlenmonoxid (CO) und Kohlendioxid (CO<sub>2</sub>) rasant an [5, 37].

Für die Lagerung und den Transport von Kohle stellt schon die Erwärmung um wenige Grad Celsius eine große Gefahr dar. Bei Zunahme der Temperatur um 10 °C kommt es zur Verdoppelung der Aufnahme von Sauerstoff. Die dabei freigesetzte Wärme beschleunigt die Reaktion weiter, wodurch die Gefahr der spontanen Entzündung der Kohle erhöht wird [34, 33].

### **3.1.4. Oxidationszeit**

Der Kontakt von frischer Kohle mit Sauerstoff führt zur Adsorption von O<sub>2</sub> an den reaktiven Stellen der Oberfläche. Zu Beginn des Oxidationsvorganges gibt es eine Vielzahl von reaktiven Plätzen. Die Reaktion von Kohle und Sauerstoff führt zur Bildung von wenig reaktiven Zwischenprodukten und unreaktiven, festen Sauerstoff-Kohle-Komplexen. Dadurch nimmt die Zahl der reaktiven Stellen ab, die Oxidationsrate sinkt. Die Zersetzung der Zwischenprodukte führt zur Regeneration der reaktiven Stellen. Dieser Prozess ist sehr langsam verglichen mit der Adsorption. Bei höheren Temperaturen zerfallen mehr instabile Komplexe, jedoch verliert die physikalische Adsorption gegenüber der Chemisorption immer mehr an Bedeutung [38, 39].

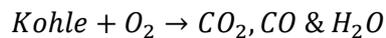
Mit zunehmender Zeit bildet sich eine immer größere Anzahl an stabilen Sauerstoffverbindungen. Als Folge dessen nähert sich die Oxidationsrate einem konstanten Wert [38, 39].

### 3.2. Der Oxidationsprozess von Kohle

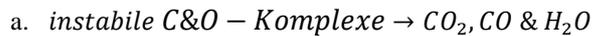
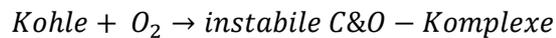
Der Oxidationsvorgang beginnt, sobald frische Kohle in Kontakt mit Sauerstoff kommt. Der Sauerstoff bindet sich mittels physikalischer Adsorption und Chemisorption an die Kohle. Zusammensetzung und Struktur der Kohle ändern sich als Folge der Sauerstoffaufnahme. Die Bindungskräfte der Chemisorption sind viel stärker, als die der physikalischen Adsorption [5, 7].

In Abhängigkeit der Temperatur ändern sich Verlauf und Intensität der Oxidation. Wie in der Literatur beschrieben, kann der Prozess in drei Stufen eingeteilt werden [5, 7, 33, 36]. Die erste Stufe der Oxidation findet bei Temperaturen bis zu ca. 70 °C statt. Bei niedrigen Temperaturen läuft der Oxidationsprozess über zwei unterschiedliche Reaktionen ab [33]:

#### 1. Burnoff-Reaktion



#### 2. Sorptionsprozess



In dieser Phase kommt es durch Chemisorption an der Partikel- und Porenoberfläche zur Bildung von Phenolverbindungen und wenig stabilen Peroxyd-Komplexen (-O-O-). Bei der Anwesenheit von Feuchtigkeit bilden sich durch die Abspaltung von Wasserstoffatomen zusätzlich Hydroperoxyd-Verbindungen (-O-O-H-) und Huminsäuren. Huminsäuren sind komplexe Verbindungen, enthalten meist -OH, -C=O und -COOH Gruppen, sind alkalilöslich und thermisch bis zu einer Temperatur von ca. 150 °C beständig [33, 5, 36].

Die Oxidationsraten sind in dieser Phase so gering, dass der Sauerstoff schnell genug an die Reaktionsflächen gelangen kann, um nicht als limitierender Faktor in Erscheinung zu treten [5, 33].

Bei zunehmender Temperatur (bis ca. 150 °C) verlieren Peroxide zunehmend an Stabilität. Die dabei entstehenden und sich wieder zersetzenden sauerstoffhaltigen Zwischenprodukte führen zu einer vermehrten Bildung von CO<sub>2</sub> und Sauerstoffverbindungen an der Oberfläche der Kohle. Über 70 °C löst der Transport von O<sub>2</sub> an die Reaktionsoberflächen die Chemisorption als limitierenden Faktor für die Oxidation ab [5, 6].

Die Oxidationsrate steigt mit der Temperatur an und mit ihr die Zersetzungsrate der Sauerstoff enthaltenden Komplexe. Dies führt zur vermehrten Freisetzung von CO und CO<sub>2</sub>, die sich in verschiedenen Zersetzungsreaktionen bilden. In dieser Phase der Oxidation nimmt die Masse der Kohlepartikel durch die Abgabe von Kohlenstoff, Sauerstoff und das Ausdampfen des eingelagerten Wassers ab. CO bildet sich als Folge der Zersetzung von Carbonylgruppen, wohingegen CO<sub>2</sub> nur aus Carboxylgruppen entsteht [36, 7].

Im Temperaturbereich von 150 °C < T < 230 °C bilden sich vermehrt Huminsäuren aus der Zersetzung von instabilen Zwischenprodukten. Die Bildung von stabilen Sauerstoffkomplexen führt zur Erhöhung der Masse der Kohlepartikel [5].

Wird die Temperatur von 230 °C überschritten, erhitzt sich die Kohle durch die Freisetzung von Wärme weiterhin, ab 350 °C kommt es zur spontanen Entzündung.

## 4. Versuchsaufbau und Messgeräte

### 4.1. Versuchsanlage

In Abbildung 12 ist der Aufbau der Versuchsanlage abgebildet, mit der die Messungen des Filtrationsverhaltens durchgeführt wurden.

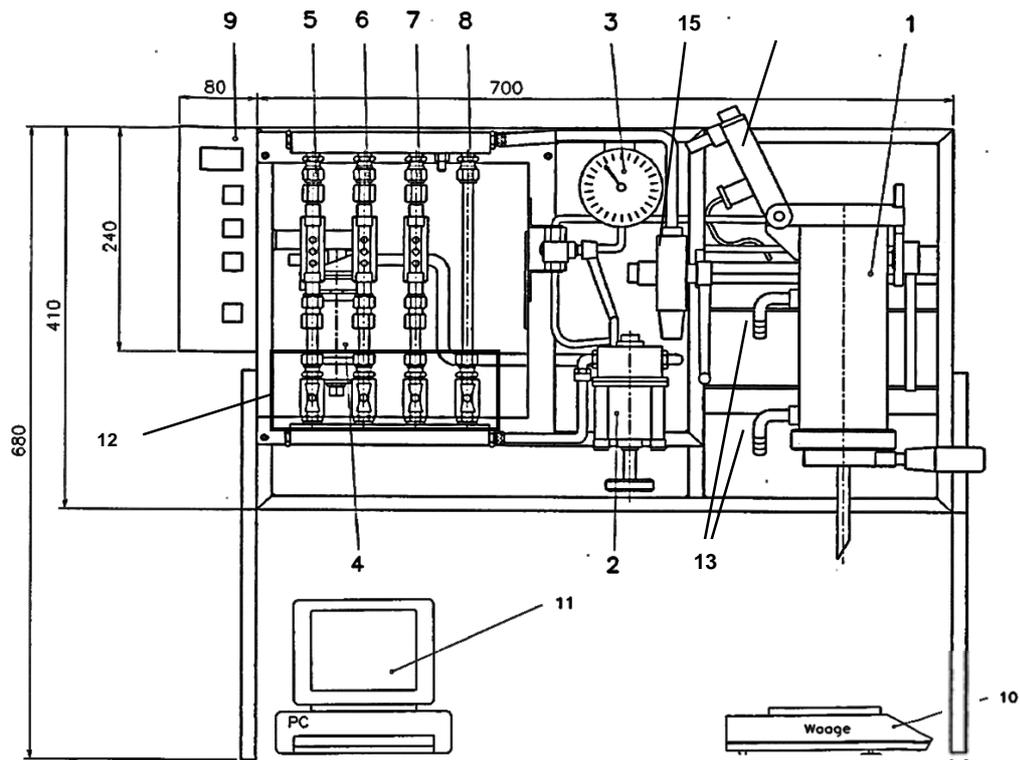


Abbildung 12: Aufbau der BOKELA Versuchsanlage

Die Versuchsanlage besteht aus:

14

- |   |   |
|---|---|
| 1. Druckfilterzelle                                 | 2. Präzisionsdruckminderer                              |
| 3. Druckanzeiger                                    | 4. Luftfilter   |
| 5. Messblende S Ø 1mm                               | 6. Messblende Z Ø 2mm                                   |
| 7. Messblende X Ø 4mm                               | 8. Bypass – Rohr  |
| 9. Volumenstrommessgerät                            | 10. Präzisionswaage zur elektronischen Filtraterfassung |
| 11. Laptop mit Software „FILTRATEST“ zur Auswertung | 12. Ventile zum Verschließen der Messblenden            |
| 13. Doppelmantel -                                  | 14. Sichtfenster  |
| 15. T-förmiges Entastungsventil                     |   |

Die Druckfilterzelle ist das zentrale Element der Versuchsanlage und ihr Aufbau entspricht der „VDI Richtlinie 2762“ [16]. Sie besteht aus einem beheizbaren Zylinder mit Doppelmantel, in den die Suspension eingefüllt wird, einem schnell verschließbaren Deckel und Bodenteil. Es ist möglich, die Filterzelle bis zu einer Temperatur von 120 °C aufzuheizen. Die Filterfläche der Drucknutsche beträgt 19,63 cm<sup>2</sup>, womit eine Kuchenhöhe von maximal 50 mm erzeugt werden kann. Das Füllvolumen beträgt 380 cm<sup>3</sup>. Der Deckel enthält ein Schauglas mit Beleuchtung, wodurch das Absinken des Flüssigkeitsspiegels auf die Kuchenoberfläche beobachtet wird.

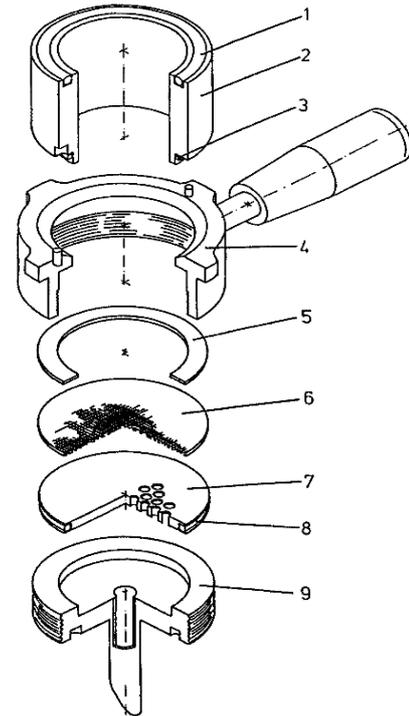


Abbildung 13: Aufbau des Bodenteils

Für die Messungen kann eine konstante Filtrationsdruckdifferenz  $\Delta p$  von 0 – 10 bar erzeugt werden. Diese Druckdifferenz kann stufenlos mit der Druckeinstellschraube am Präzisionsdruckminderer geregelt und mit einem Manometer gemessen werden. Vor dem Einströmen in den Präzisionsdruckminderer wird die Luft im Druckfilter gereinigt.

Das Bodenteil der Filterzelle, auf dem die Kuchenbildung stattfindet, ist in Abbildung 13 dargestellt. Zur einfachen Handhabung wird das Bodenteil mit dem Körper der Druckfilterzelle mittels Bajonettverschluss verbunden. Es besteht aus einem Kuchenaufnahmering (2), an dessen Ober- und Unterseite sich jeweils ein O- Dichtring (1,3,8) befindet, dem Griffstück (4), in das ein flacher Dichtring (5), das Filtertuch (6), die Lochplatte (7) und der Ablaufboden mit dem Ablaufrohr (9) eingeschraubt werden.

#### 4.1.1. Gewichtsmessung

Zur Messung des Filtratgewichtes wurde eine Laborwaage der Firma METTLER TOLEDO des Typs PB3002-S/FACT verwendet. Die Auflösung liegt bei 0,01 g, die Höchstlast bei 3100 g. Zur automatischen Datenerfassung ist die Waage mit einem Laptop verbunden. Die Einwaage der Suspensionsproben und die Auswaage der Filterkuchenmasse erfolgte mit einer SARTORIUS Laborwaage, Typ PRO 32/34F.

#### **4.1.2. Volumenstrommessung**

Die Durchflussmessung der Druckluft erfolgte mit einem Volumenstrommessgerät VSM-02 der Firma OPTISERVE. Der Messfehler dieses Gerätes liegt bei 2,5 % des Volumenstromes durch die Messblende. Neben dem Volumenstrom misst das VSM-02 auch die Temperatur der durchströmenden Luft mit einer Genauigkeit von  $\pm 1$  °C. Die Messsignale werden über eine RS232-Schnittstelle an einen Laptop zur Aufzeichnung und Auswertung übertragen.

#### **4.1.3. Druck**

Zur Bereitstellung der Druckluft diente ein Kompressor der Firma KAESSER, mit dem ein Druck von bis zu 15 bar erzeugt werden kann. Der Betriebsdruck stellt sich in der Druckfilterzelle in weniger als 0,5 Sekunden ein. Die Druckluft durchströmt zuerst zur Reinigung den Luftfilter und anschließend eine der Messblenden bevor sie in die Druckfilterzelle eintritt. Die maximale Temperatur im Luftfilter darf 50 °C nicht überschreiten. Die Messblenden unterscheiden sich voneinander nur durch deren Innendurchmesser. Das Manometer misst den Druck mit einer Genauigkeit von  $\pm 0,05$  bar.

#### **4.1.4. Kuchen Dicke**

Die Messung der Kuchendicke wurde mit einer Präzisionsmessuhr der Firma KÄFER durchgeführt. Die Messgenauigkeit liegt dabei bei 0,01 mm. Da die Kuchenbildung über die gesamte Filterfläche nicht immer gleichmäßig verläuft, wurde jeder Filterkuchen an mindestens drei Punkten vermessen und der arithmetische Mittelwert daraus gebildet. Im Rahmen der Versuchsdurchführung zeigten sich zwei Schwierigkeiten bei der Messung der Kuchenhöhe:

1. Ein Problem waren Risse im Filterkuchen, die entstehen, wenn der Luftstrom durch den Kuchen bricht. Im Bereich der Risse wird der Kuchen durch den Luftstrom vom Filtertuch angehoben. Die Vermessung solcher Filterkuchen wird durch ein behutsames Aufsetzen der Messuhr möglich. Dabei setzt sich der Kuchen wieder auf das Filtertuch, wobei beachtet werden muss, dass es nicht zur Kompression des Filterkuchens durch zu große Druckbelastung kommt.

2. Weitaus schwieriger gestaltete sich im Vergleich dazu die exakte Bestimmung der Kuchenhöhe bei Filterkuchen aus Suspensionen mit hohem Schaumanteil. Der Schaum führt zu ungleichmäßigem Aufbau des Filterkuchens. Die Oberfläche wird dadurch unregelmäßig und die Kuchenhöhe schwankt an den Messpunkten um mehrere Millimeter.



**Abbildung 14: Filterkuchen einer Suspension mit Schaum**

### **4.1.5. Mahlung**

Für die Aufbereitung des grobkörnigen Materials wurden die Proben B und C mit einer Schneidmühle der Firma AEG, Typ AMEB 80 FX2 gemahlen. Das Mahlgut wird durch aufgeprägte Schnitt- und Scherkräfte zerkleinert. Die Rotormesser werden mit einer Motorleistung von 1,1 kW angetrieben. Damit erreichen diese Drehgeschwindigkeiten von 2890 U/min.

### **4.1.6. Siebung**

Die Partikelfractionen wurde zur Vereinfachung der darauffolgenden Partikelgrößenanalyse mit einer FRITSCH Laborsiebmaschine, Typ „analysette 3 – SPARTAN“ klassiert. Die Unterteilung des Mahlgutes erfolgte in Fraktionen < 250, 500, 1000 und > 1000  $\mu\text{m}$ .

#### 4.1.7. Partikelgrößenanalyse

Für alle Proben wurde eine Analyse der Partikelgrößenverteilung (PGV) durchgeführt. Bei den Proben B und C war die Analyse notwendig, um aus dem gemahlene Material Suspensionen herzustellen, deren Partikelgrößenverteilung vergleichbar mit der der Originalsuspension war. Zur Analyse wurden das HELOS- und das QICPIC-Messgerät der Firma SYMPATEC verwendet. Es war aufgrund der unterschiedlichen Messbereiche nicht möglich die PGV der Proben mit nur einem Gerät zu vermessen.

##### HELOS Messgerät:

Die Partikelgrößen werden bei diesem Gerät mittels Laserbeugung vermessen. Der Messbereich deckt Größen von 0,1 – 875  $\mu\text{m}$  ab. Mit der Trockendispersiervorrichtung OASIS/L wird ein konstanter Probemassenstrom für die Partikelgrößenbestimmung ermöglicht. Jedes Partikel reflektiert ein schwaches Beugungssignal. Um gute Detektionssignale zu erhalten, müssen viele Partikel gleichzeitig in die Messzone einfallen. Bei sehr feinen Partikel bildet das eintretende Pulver einen Nebel in der Detektionszone. Dadurch ergibt sich ein starkes Detektionssignal und die Messungen werden sehr genau. Einzelne grobe Partikel reflektieren hingegen ein schwaches Signal. Für gute Ergebnisse bedarf es daher vieler grober Partikel. Treten gleichzeitig grobe und feine Teilchen in die Detektionszone ein, so überlagert das Signal des feinen Partikelnebels das der groben Teilchen. Die Analyse einer Probe mit großer Partikelgrößenverteilung liefert daher ungenaue Daten. Aus diesem Grund wurde das gemahlene Material zuvor mit einer Siebung klassiert.

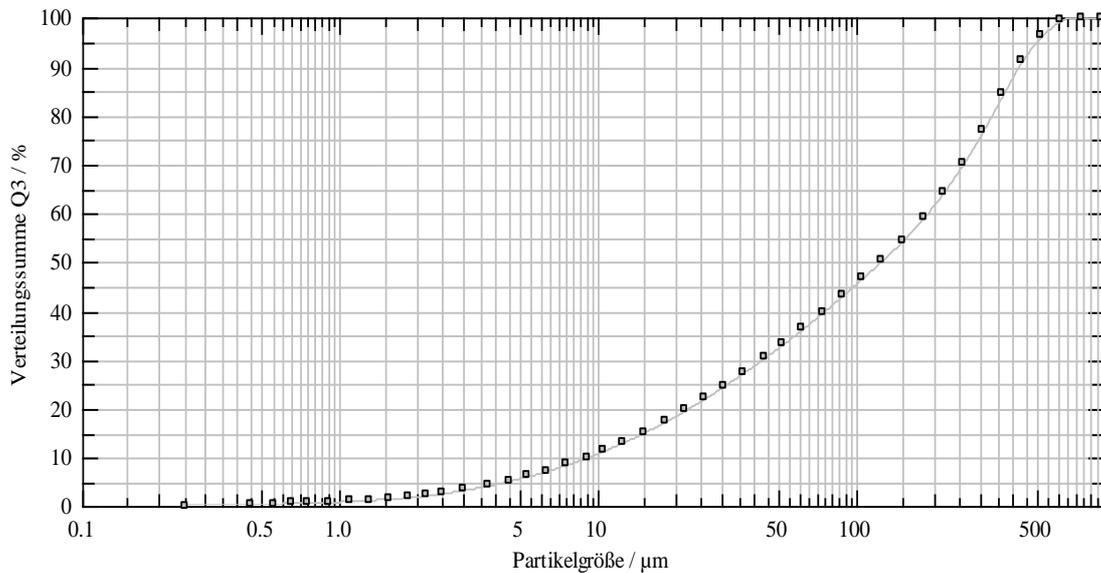


Abbildung 15: Laserbeugungsmessgerät HELOS [40]

Probe :	$x_{10}$ [ $\mu\text{m}$ ]	$x_{50}$ [ $\mu\text{m}$ ]	$x_{90}$ [ $\mu\text{m}$ ]
C gesamt	9,13 +/- 0,26	123,40 +/- 7,00	422,62 +/- 7,74
C < 250 $\mu\text{m}$	6,72 +/- 0,08	59,98 +/- 0,09	211,44 +/- 2,14
C < 500 $\mu\text{m}$	241,72 +/- 8,89	415,94 +/- 8,89	733,43 +/- 17,77

**Tabelle 1: HELOS Partikelgrößenanalyse**

Die 10 %, 50 % und 90 % Quantile der volumsbezogenen Partikelgrößenverteilung (PGV), vermessen mittels HELOS Analyse, der Kohleprobe C sind in Tabelle 1 exemplarisch dargestellt. Die zugehörige PGV folgt aus Abbildung 16. Im Anhang befinden sich die vollständigen Analyseberichte aller Proben.



**Abbildung 16: Partikelgrößenverteilung Kohle C**

*QICPIC Messgerät:*

Dieses Messsystem wertet die Daten nach der Methode der Bildanalyse aus. Mit der Kamera werden bis zu 450 Bilder/s gemacht und die Partikelränder automatisch vermessen. Der Vorteil des QICPIC ist der Messbereich von 1  $\mu\text{m}$  – 30 mm. Allerdings kann die Ausrichtung der Teilchen beim Eintritt in die Messzone nicht beeinflusst werden. Die Partikelgröße kann anhand der äquivalenten Kreisfläche, dem äquivalenten Umfang oder dem umschließenden Viereck ausgewertet werden [40].

### 4.1.8. Datenauswertung

Alle Daten wurden an einen Laptop übermittelt und die Verarbeitung und Auswertung erfolgt mit einer speziellen Software der Firma BOKELA, namens „FILTRATEST“. Das Messsignal der Waage wird über eine RS 232 Schnittstelle mit einer Baudrate von 9600 an den Laptop übertragen. Die Messwerte des Filtratgewichtes, des Druckverlaufes und des Luftdurchflusses über die Zeit werden mit diesem Programm erfasst und deren Verläufe in einem Diagramm dargestellt.



Abbildung 17: Schematischer Testverlauf (Screenshot)

## **4.2. Einflüsse auf die Messungen bzw. Ermittlung des Betriebsfeldes für die Versuchsdurchführung**

Um relevante und reproduzierbare Daten zu ermitteln, gilt es die Frage zu klären, unter welchen Bedingungen die Versuche durchzuführen sind und welche Größen einen Einfluss auf die Versuchsergebnisse haben. Dazu müssen alle potentiellen Fehlerquellen ermittelt und nach Möglichkeit ausgeschlossen, zumindest aber quantifiziert werden. In der Versuchsauswertung sind Fehlereinflüsse, die nicht vermieden oder beseitigt werden können, wie z.B. Unschärfen der Messungen durch den Druckaufbau, zu berücksichtigen.

### **4.2.1. Filtrationsdauer**

Die Kuchenbildungszeit ist von mehreren unterschiedlichen Einflussgrößen abhängig. Dazu zählen die Filterfläche, die Druckdifferenz während der Filtration, die dynamische Viskosität der Flüssigkeit, der Tuch-, der Kuchenwiderstand und die Suspensionsmenge. Die Filtrationszeitmessung wird manuell gestartet. Dabei beginnt die Aufzeichnung mit dem Drücken der Leertaste und dem gleichzeitigen Öffnen des Druckluftzufuhrhebels. Eine exakt gleichzeitige Ausführung ist selbst für den geübten Benutzer der Versuchsanlage nicht möglich. Die zeitliche Differenz liegt im Bereich von  $\pm 0.5$  Sekunden. Der Verlauf der Filtration wird durch das Schauglas am Deckel der Drucknutsche verfolgt und mit einem Doppelklick auf die Leertaste beendet, sobald sich keine Flüssigkeit mehr an der Kuchenoberfläche befindet. Das Beenden des Filtrationsvorganges hängt von der Einschätzung des Beobachters ab und dabei liegt der Zeitfehler bei  $\pm 1.0$  Sekunden. Die Restfeuchte ist abhängig von der Entfeuchtungszeit, die ebenfalls manuell gestoppt wird. Auch hier liegt der Zeitfehler bei  $\pm 0.5$  Sekunden. Im Extremfall ist somit ein maximaler Zeitfehler bei der Messung der Filtrationszeit von  $\pm 2$  Sekunden möglich.

Aufgrund dieser Fehlerzeit liefern Versuche mit Filtrationszeiten von wenigen Sekunden keine signifikanten Ergebnisse. Um relevante Daten aus den Versuchen zu ermitteln, ist eine Filtrationsdauer von mindestens 15 Sekunden notwendig.

### 4.2.2. Einfluss der Temperatur / Viskosität

Die Versuche wurden bei Raumtemperatur durchgeführt. Die Temperatur hat direkten Einfluss auf die Dichte und die Viskosität des Fluids. Bei einer Temperaturänderung von 5 °C liegt der relative Fehler der Dichte von Wasser bei maximal 0.35 %, wodurch der Einfluss der Temperatur auf die Dichte vernachlässigt werden kann. Wie in Abbildung 18 abgebildet ist, variiert die Viskosität bei einer geringen Temperaturänderung wesentlich stärker als die Dichte. Der relative Fehler liegt bei der Viskosität bei maximal 15 %. Auf die Berechnung des Volumenstroms hat die Viskosität linearen Einfluss, was aus der Darcy Gleichung 2.3-1 hervorgeht. Aufgrund der großen Varianz der dynamischen Viskosität bei geringen Änderungen der Temperatur sollen die Messungen bei einer möglichst konstanten Temperatur durchgeführt werden. Während einer Messreihe sollte die Temperatur um maximal  $\pm 1$  °C schwanken. Dies ist auch die Messgenauigkeit des Temperatursensors der Versuchsanlage.

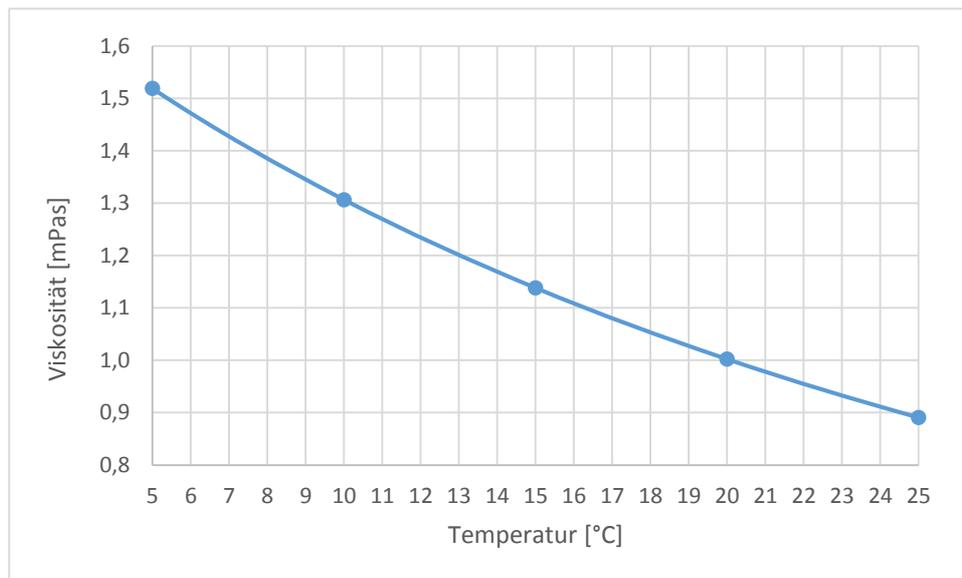


Abbildung 18: Einfluss der Temperatur auf die Viskosität von Wasser

### 4.2.3. Suspensionsmenge / Feststoffgehalt der Suspension

Einen wesentlichen Einfluss auf den Versuchsablauf und die Messergebnisse haben die eingesetzte Suspensionsmenge und der darin enthaltene Feststoffanteil. Für die industrielle Verwendung sind Suspensionen mit einem hohen Feststoffgehalt gewünscht, da mit den Filtern eine höhere Durchsatzleistung erzielt wird.

Der Betrieb mit Suspensionen mit hohem Feststoffanteil ist wirtschaftlicher, weil sie weniger Flüssigkeit enthalten, die abgetrennt werden muss [1].

Mit steigender Probenmenge und höher werdendem Feststoffanteil ändert sich die Filtrationszeit und die Kuchenhöhe  $h_k$ . Die Kuchenhöhe ist direkt proportional zur eingebrachten Probenmenge.

$$\frac{w_1}{w_2} = \frac{h_1}{h_2} \quad (4.2-1)$$

Die maximale Probenmenge  $w$  ist mit dem Füllvolumen der Drucknutsche begrenzt und beträgt  $380 \text{ cm}^3$ . Die Einschränkung für die Mindestprobenmenge ist die geforderte Filtrationszeit von mindestens 15 Sekunden, die erreicht werden muss. Eine weitere Forderung an die Probenmenge liefert die Kuchenhöhe, die im Bereich von zehn bis max. 20 Millimeter liegen soll. Je nach Feststoffgehalt werden für die Versuche Probenmengen von 50 - 150 g verwendet. Das Einfüllen der Probe soll möglichst schnell vor sich gehen, um Sedimentationseffekt weitestgehend zu vermeiden. Zusätzlich ist beim Einfüllen der Suspension in die Filterzelle darauf zu achten, dass die Probe direkt auf den Filter gegossen wird und nicht an der Wand auf den Filter hinabläuft. Dadurch bildet sich während der Filtration ein gleichmäßiger Kuchen und es bleiben keine Feststoffreste an der Wand der Filterzelle zurück.

#### **4.2.4. Einfluss des Rückhaltevermögens**

Ein Problem bei der Auswertung der Messversuche stellt das Rückhaltevolumen der Drucknutsche dar. Das Rückhalte- bzw. Ablaufvolumen bezeichnet das Volumen unter dem Filtermittel im Bodenteil. Dazu zählen die Lochplatte, das Abflussrohr und der Abflussboden. Dieses Volumen beträgt 7 ml [1].

Bei einer Messung muss das Filtrat erst das Rückhaltevolumen durchströmen, bis es von der Filtrat-Waage aufgezeichnet werden kann. Dadurch ergibt sich eine Totzeit, die bei kurzen Versuchen länger ist, als die Filtrationszeit von wenigen Sekunden.

Als Folge bleibt die automatische Filtratauswertung, bei der die Mittelwerte der Kuchen- und Tuchwiderstände und die Ersatzkuchenhöhe berechnet werden, ergebnislos. Dies ist ein weiterer Grund für eine Mindestversuchsdauer von 15 Sekunden.

## 5. Versuchsdurchführung

Im Rahmen vorangegangener Versuche der ANDRITZ AG wurde der Effekt beobachtet, dass sich Kohlesuspensionen in ihrem Filtrationsverhalten von der frischen Probe bis zu einer mehrere Wochen alten Probe wesentlich unterschieden [4]. Die Kuchenbildung verschlechterte sich zunehmend mit dem Suspensionsalter. Um auszuschließen, dass dieses Phänomen auf die spezifische Zusammensetzung oder den strukturellen Aufbau einer speziellen Kohle zurückzuführen ist, wurden Versuchsreihen mit verschiedenen Kohlen durchgeführt.

Für die experimentelle Untersuchung des Alterungseinflusses auf die Filtrationsleistung wurden folgende drei Steinkohlen unterschiedlicher Herkunft verwendet, die in Tabelle 2 aufgelistet sind.

Versuchsreihe	Bezeichnung	Herkunft
A	Jindal Kohle	Indien (Jindal)
B	CSM Kohle	Tschechien
C	RAG Kohle	Deutschland (Bottrop)

**Tabelle 2: Kohleproben für die Versuchsdurchführung**

Mit den Versuchen sollte geklärt werden, ob ein Alterungseinfluss bei allen Kohlen auftritt. Von Interesse war es auch, den Verlauf und die Auswirkungen auf die Filtrationseigenschaften zu quantifizieren. Besonderes Interesse galt der Bestimmung, der für den Alterungsprozess verantwortlichen Ursache bzw. dem Ausschluss von möglichen Einflussfaktoren oder Prozessschritten. Ein Teilziel lag in der Ermittlung einer Möglichkeit zur Verhinderung des Einsetzens des Alterungsprozesses. Mit der Durchführung von Regenerationsversuchen sollte eine Methode entwickelt werden, um gealterte Steinkohlesuspensionen auf ihren Ausgangszustand zurück zu bringen. Dazu wurden die Auswirkung der Zugabe von Tensiden und das teilweise Ausdampfen von Flotationsmittelresten auf die Filtrationseigenschaften überprüft.

Die verwendeten Kohlen wurden vor ihrer Suspendierung individuell aufbereitet, um die vorgegebenen Problemstellungen untersuchen zu können. Die spezifische Aufbereitung war notwendig, da die Kohleproben aus unterschiedlichen Aufbereitungsschritten stammten. Alle Kohlen (A, B und C) standen in Form von Filterkuchen zur Verfügung, die bereits den gesamten Aufbereitungsprozess in der Großanlage durchlaufen hatten. Zusätzlich standen die Kohlen B und C noch in grobkörniger Form (< 20 mm) zur Probenvorbereitung zur Verfügung.



**Abbildung 19: Feine und grobe Kohleproben (Kohle B)**

### 5.1. Versuchsmaterial A – Jindal Kohle

Mit den ersten Versuchen wurde der Einfluss unterschiedlicher Ausgangssituationen auf die Auswirkungen des Suspensionsalters untersucht. Die Messungen sollten zeigen, ob die Alterung durch den Zusatz von Tensiden oder die Änderung des pH-Wertes beeinflusst oder sogar verhindert werden kann und welchen Einfluss die Wassereigenschaften auf die Suspension hat. Aus diesem Ansatz wurden vier unterschiedliche Suspensionen aus dem Filterkuchenmaterial A für Versuchsserien hergestellt.

#### Versuchsserien A:

- A1: Suspension mit Leitungswasser
- A2: Suspension mit deionisiertem Wasser
- A3: Suspension mit pH-Wert = 8
- A4: Suspension mit der nichtionischen Seife „Tween 80“

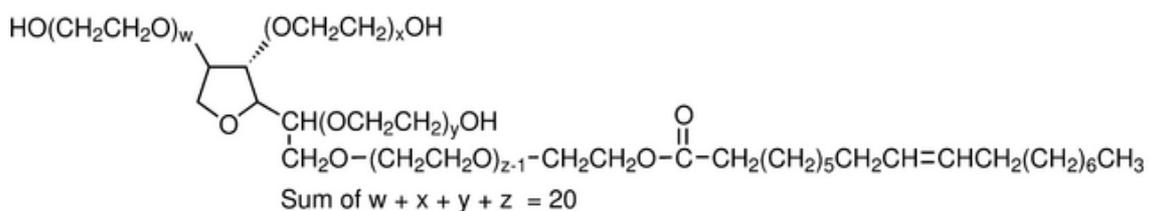
#### **Charakterisierung der Kohle A:**

<b>Art</b>	Steinkohlekonzentrat aus resuspendiertem Filterkuchen
<b>Trockensubstanz (DS) original Probe</b>	75,87 Gew.%
<b>Trockensubstanz (DS ) Versuche</b>	48,80 Gew.%
<b>Aschewert</b>	12,68 Gew.%
<b><math>\rho_s</math></b>	1,40 g/cm <sup>3</sup>
<b><math>\rho_{\text{Suspension}}</math></b>	1,16 g/cm <sup>3</sup>
<b>Feststoffgehalt Suspension</b>	488 g/l

**Tabelle 3: Charakterisierung der Kohle A**

Im Laufe der Versuche wurden der pH-Wert, das Redoxpotential, der Leitwert und die Temperatur der Suspensionen gemessen. Der pH-Wert wurde bei der Probe A3 nur beim frischen Ansetzen der Suspension mittels 2,013 g Kalk vom pH-Wert der Ursprungssuspension von 5,25 auf 8 eingestellt. Die Änderung des pH-Wertes wurde im Verlauf der Zeit beobachtet.

Um den Einfluss eines Tensides auf die Filtrationseigenschaften zu beobachten, wurde 1g des nichtionischen Tensides „Tween 80“ [41] auf einen Kilogramm Suspension zugegeben. Die chemische Bezeichnung des Tensides lautet Polyoxyethylen-80-sorbitanmonooleat bzw. Polysorbat 80, die chemische Struktur ist in Abbildung 20 abgebildet.



**Abbildung 20: Chemische Struktur von „Tween 80“ [48]**

Die Untersuchungen des Einflusses des Suspensionsalters auf die Filtrationseigenschaften wurden mit Versuchsreihen der frischen Probe, nach 48 Stunden, nach 1, 2, 3, 5 und 8 Wochen durchgeführt. Die Versuchsparameter sind Tabelle 4 zu entnehmen.

Als mögliche Ursache für die Alterung wurde die Bildung von Mikroorganismen in der Suspension untersucht. Um dieser Bildung entgegenzuwirken und die

Regenerationsfähigkeit einer Suspension durch den Zusatz von Tensiden zu prüfen, wurden der Probe A1 nach 5 Wochen zwei handelsübliche Schwimmbadreinigungsmittel zugegeben.

- A1.1 Regeneration mit Algenschutzmittel
- A1.2 Regeneration mit biologischem Schwimmbadmittel ohne Chlor

Die Regenerationsmittel wurden der Suspension im Konzentrationsverhältnis von 1:320g zugesetzt. Die Vermessungen dieser Versuchsserien wurden in Versuchsreihen direkt nach der Tensid-Zugabe, nach 3 und 6 Wochen durchgeführt.

Anlagenparameter	Versuchsparameter	
<b>Druck</b>	1,0 bar ü	1,0 bar ü
<b>Kuchenbildungswinkel</b>	72 °	≈ 12 s
<b>Entfeuchtungswinkel</b>	118°	≈ 20 s
<b>Filtertuch</b>	SK 030	SK 030

**Tabelle 4: Anlagen- und Versuchsparameter Kohle A**

<b>SEFA Bezeichnung</b>	05-1550-SK-030	05 = Polypropylen (PP) SK = speziell kalandriert
<b>Bindungsart</b>	STN	Satin/Atlas
<b>Boil-over Bubble Point</b>	130-170 [mmWS]	
<b>Luftdurchlass</b>	90 [l <sub>(n)</sub> /m <sup>2</sup> s]	bei 2 mbar n = Normdichte (1013,25 mbar; 10°C)
<b>Toleranz</b>	± 20 [l <sub>(n)</sub> /m <sup>2</sup> s]	
<b>Dicke</b>	470 [µm]	Prüfmethode DIN 53855
<b>Gewicht</b>	290 [g/m <sup>2</sup> ]	Prüfmethode DIN 53854
<b>Max. Bruchdehnung Kette</b>	42 [%]	
<b>Max. Bruchdehnung Schuss</b>	22 [%]	
<b>Min. Zugfestigkeit Kette</b>	70 [daN/lin.cm]	Prüfmethode DIN 53803
<b>Min. Zugfestigkeit Schuss</b>	37 [daN/lin.cm]	Prüfmethode DIN 53803

**Tabelle 5: Technische Daten des Filtergewebes SK030 [42]**

## 5.2. Versuchsmaterial B – CSM Kohle

Mit dem Material B gab es schon Messungen vor dieser Arbeit, um den Vergleich einer Großanlage mit den Laborversuchen ziehen zu können. Die dabei verwendete Suspension stammte direkt aus dem Aufbereitungsprozess der Produktion.

Während des Aufbereitungsprozesses wird beim Trennschritt der Flotation ein Flotationsmittel zugesetzt. An der Feststoffoberfläche lagern sich Gasblasen an den hydrophoben Kohlepartikeln an, diese schwimmen an der Oberfläche auf, das absinkende taube Gestein wird abgetrennt. Die Tenside ändern die Benetzungseigenschaften der Kohle. Um die Auswirkungen dieses Effektes nachzuweisen, wurden zwei Suspensionen angesetzt.

Für eine Suspension wurde der Filterkuchen resuspendiert, an dessen Partikeln noch Flotationsmittel anhafteten. Die chemische Zusammensetzung der Kohleprobe B wurde in einer Elementaranalyse bestimmt. Die CSM Kohle zählt zu den Esskohlen. Dies geht aus dem Vergleich der Analysewerte in Abbildung 21 mit Abbildung 1 hervor.

<b>ELEMENTARANALYSE</b>			
<b>CSM Filterkuchen</b>			
<b>Analyseergebnisse</b>	<b>Mittelwerte</b>		
<b>in %-en</b>	<b>wasserfrei</b>	<b>analysenfeucht</b>	<b>wie angeliefert</b>
<b>Kohlenstoff</b>	<b>85,9</b>	<b>85,0</b>	<b>85,0</b>
<b>Wasserstoff</b>	<b>4,7</b>	<b>4,67</b>	<b>4,7</b>
<b>Sauerstoff</b>	<b>2,1</b>	<b>2,0</b>	<b>2,0</b>
<b>Stickstoff</b>	<b>1,21</b>	<b>1,20</b>	<b>1,2</b>
<b>Gesamtschwefel</b>	<b>0,71</b>	<b>0,70</b>	<b>0,7</b>
<b>Wasser</b>	<b>0,0</b>	<b>1,0</b>	<b>1,0</b>
<b>Asche</b>	<b>5,4</b>	<b>5,4</b>	<b>5,4</b>
<b>Chlor</b>	<b>0,1</b>	<b>0,06</b>	<b>0,06</b>
<b>Ho in kJ/kg</b>	<b>34403</b>	<b>34045</b>	<b>34045</b>
<b>Hu in kJ/kg</b>	<b>33373</b>	<b>33000</b>	<b>33000</b>

**Abbildung 21: Elementaranalyse der Kohle B**

Als zweite Probe diente eine Probe aus Kohlestücken (< 20 mm) mit taubem Gestein. Vor der Mahlung wurde das Material bei 20 °C zwei Wochen lang luftgetrocknet.

Versuchsserien B:

- B1 Suspension aus Filterkuchen
- B2 Suspension aus stückigem Material (selbst gemahlen)

Die Ausgangszusammensetzung der Proben sollte für vergleichbare Ergebnisse möglichst ähnlich sein. Zur Senkung des Aschegehaltes wurde das taube Gestein per Hand aussortiert. Die Partikelgrößenverteilung der originalen Probe war aus den Vorversuchen bekannt. Nach der Trocknung erfolgte die Mahlung mit einer Schneidmühle der Firma AEG, Typ AMEB 80 FX 2. Mit einer Siebung wurde die Probe anschließend für die Partikelgrößenanalyse vorbereitet.



**Abbildung 22:**  
**Siebung der Kohle B**

**Charakterisierung der Kohle B:**

Art	Steinkohlekonzentrat aus gemahlenem Material	Steinkohlekonzentrat aus resuspendiertem Filterkuchen
<b>DS original Probe</b>	99,01 Gew.%	81,95 Gew.%
<b>DS Versuche</b>	20,30 Gew.%	20,30 Gew.%
<b>Aschewert</b>	26,06 Gew.%	5,41 Gew.%
<b><math>\rho_s</math></b>	1,31 g/cm <sup>3</sup>	1,31 g/cm <sup>3</sup>
<b><math>\rho_{\text{Suspension}}</math></b>	1,05 g/cm <sup>3</sup>	1,05 g/cm <sup>3</sup>
<b>Feststoffgehalt</b>	203 g/l	203 g/l

**Tabelle 6: Charakterisierung von Kohle B**

Die Laborversuche wurden unter den gleichen Bedingungen durchgeführt, wie sie auch an der Großanlage in Tschechien angewandt werden. Die Beobachtung des Alterungsprozesses erfolgte in Versuchsreihen direkt nach dem Ansetzen der Suspensionen nach 1, 2, 3, 4 und 8 Wochen.

Der fehlende Flotationsprozess zeigt sich in Tabelle 6 deutlich am Aschegehalt der Probe. Der höhere Aschegehalt folgt daraus, dass es durch die manuelle Selektion nicht möglich war, mehr Stücke des tauben Gesteines zu entfernen.

Anlagedaten CSM			
Typ	HBF S96/8		
Drehzahl	1 rpm		
Druck	3,1 bar ü		
Kuchenbildungswinkel	105 °	≈	18 s
Entfeuchtungswinkel	117°	≈	20 s
Filtertuch	CSM		

Tabelle 7: Anlagedaten Kohle B

Das gemahlene Material wurde nach Kapitel 4.1.6 klassiert. Für die Klassierung in feinere Partikelgrößen wurde die Partikelgrößenverteilung (PGV) der vier gesiebten Proben mittels HELOS Messgerät analysiert. Die Ergebnisse der HELOS Messungen befinden sich im dritten Teil des Anhangs. Um eine Suspension zu erhalten, die mit der Originalprobe vergleichbar ist, wurden die vier Proben anteilig (Massen%) vermengt. Durch die typische Bruchcharakteristik von Kohle konnte die Originalprobe gut mit der gemahlene reproduziert werden. Die gute Reproduzierbarkeit ist in Abbildung 23 erkennbar. Die mittlere Abweichung beträgt 1,74 %.

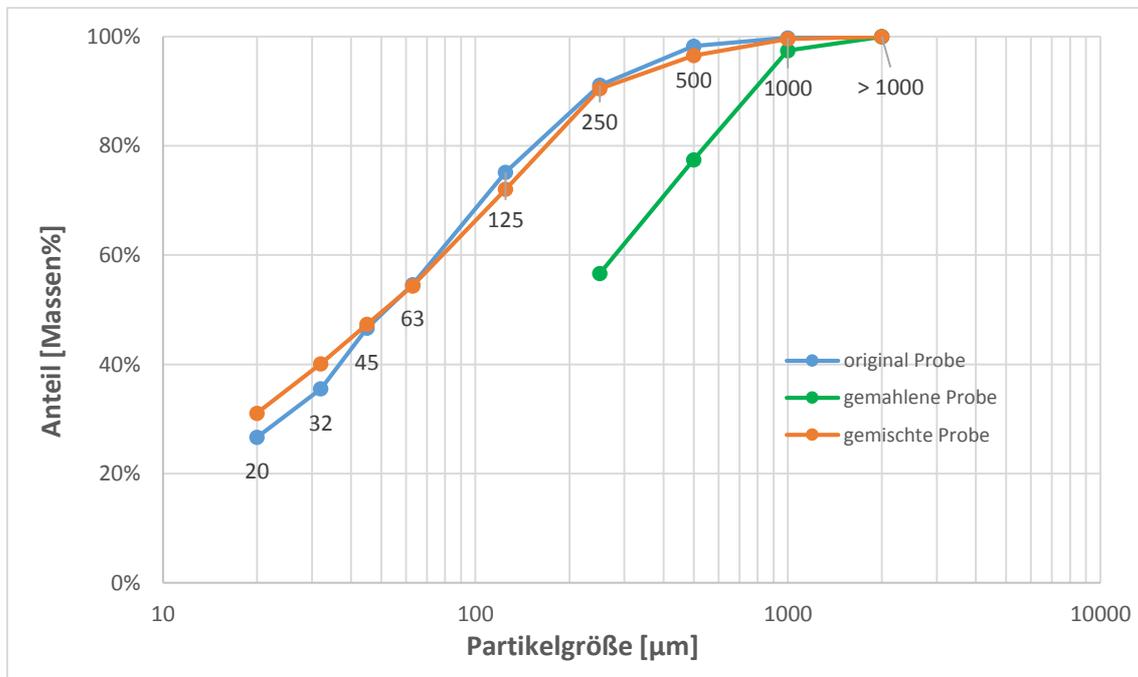


Abbildung 23: Partikelgrößenverteilung Kohle B

### 5.3. Versuchsmaterial C – RAG Kohle

Von großem Interesse war die Vergleichbarkeit der Ergebnisse mit der Laborausrüstung und den Betriebsdaten einer Großanlage. Am Standort Prosper-Haniel in Bottrop ermöglichte die Firma RAG, die Abwicklung dieser Messungen. Die Probenahme vor Ort gestaltete sich sehr kompliziert, da an der Anlage keine Probenahmestellen vorgesehen sind. Es war aber möglich, eine Probe vor dem Flotationsprozess zu ziehen. Die Suspension vor dem Scheibenfilter war von einer ca. 15 m hohen Schaumdecke überlagert, wodurch der Zugriff auf die Suspension nicht möglich war. Es konnte nur Schaum als Probematerial entnommen werden.

Dies zog große Schwierigkeiten bei den Messungen nach sich. Das Konzentrat vor der Flotation enthielt einen Feststoffgehalt von 23,73 %. Während der Versuchsdurchführung „erblindete“ das Filtertuch, was zu Kuchenbildungszeiten von über 100 Sekunden führte. Die Kuchenbildung in der Großanlage dauert bei einer Drehzahl von 1rpm und einem Kuchenbildungswinkel von 70° ca. 12 Sekunden. Damit war eine Vergleichbarkeit nicht gegeben. Der Schaum der Suspension, mit der die Scheibenfilter versorgt werden, wies eine Partikelverteilung von überwiegend Feinstoffen auf ( $x_{50} = 21,75 \pm 0,73 \mu\text{m}$ ). Der Schaum bestand aus den kleinsten Partikeln, wodurch die Kuchenbildung über 20 Minuten und damit mehr als 100 Mal länger als in der Großanlage dauerte. Aufgrund der extremen Abweichungen der Filtrationseigenschaften schieden diese Suspensionen für Messserien aus.

Anlagedaten RAG			
Typ	Boozer M8 Filter		
Drehzahl	1 rpm		
Druck	2,0 bar ü		
Kuchenbildungswinkel	70 °	≈	12 s
Entfeuchtungswinkel	n.b.		
Filtertuch	RAG		

Tabelle 8: Anlagedaten Kohle C

Aus dem Aufbereitungsprozess standen noch stückige Kohle (< 20 mm) und Filterkuchen für die Messreihen bereit. Im Verarbeitungsprozess werden für die Filtration pro Tonne Kohle 18 Gramm Flockungsmittel SEDIPUR 402AF zugesetzt.

Für die Versuche wurde der Filterkuchen resuspendiert und eine Messserie mit Flockungsmittel sowie eine ohne abgewickelt. Die grobkörnige Kohle war frei von taubem Gestein und die Suspension wurde analog zu Kapitel 5.2 hergestellt.

Versuchsserien C:

- C1 Suspension aus Filterkuchen
  - o C1.1 mit Flockungsmittel
  - o C2.2 ohne Flockungsmittel
- C2 Suspension aus grobkörnigem Material (selbst gemahlen) ohne Flotationsmittel

Als Regenerationsmöglichkeit wurden parallel zu den Alterungsversuchen Teile der Suspensionen von C1.1 und C1.2 für ca. fünf Minuten aufgekocht. Dies sollte zum Entfernen der an den Partikeln haftenden Tensiden führen. Durch die Zugabe von Wasser wurde im Anschluss wieder die Ausgangskonzentration vor dem Ausdampfen erreicht.

**Charakterisierung der Kohle C:**

Art	Steinkohlekonzentrat aus gemahlenem Material	Steinkohlekonzentrat aus resuspendiertem Filterkuchen
<b>DS original Probe</b>	98,22 Gew.%	78,86 Gew.%
<b>DS Versuche</b>	20,9 Gew.%	20,30 Gew.%
<b>Aschewert</b>	16,25 Gew.%	9,10 Gew.%
<b><math>\rho_s</math></b>	1,18g/cm <sup>3</sup>	1,18 g/cm <sup>3</sup>
<b><math>\rho_{\text{Suspension}}</math></b>	1,37 g/cm <sup>3</sup>	1,37 g/cm <sup>3</sup>
<b>Feststoffgehalt</b>	209 g/l	212 g/l

**Tabelle 9: Charakterisierung Probe C**

Die Versuche wurden mit der ausgekühlten Probe je einmal mit und ohne die Zugabe von Flockungsmittel (FM) wiederholt. Auf den Einsatz von FM bei den Versuchen der gemahlene Probe wurde, bedingt durch die kurzen Filtrationszeiten, verzichtet. Die Probe für das Ansetzen der Suspension wurde analog zu Kapitel 5.2 hergestellt. Der Vergleich der Partikelgrößenverteilung ist Abbildung 24 dargestellt. Die mittlere Abweichung liegt bei 4,71 %.

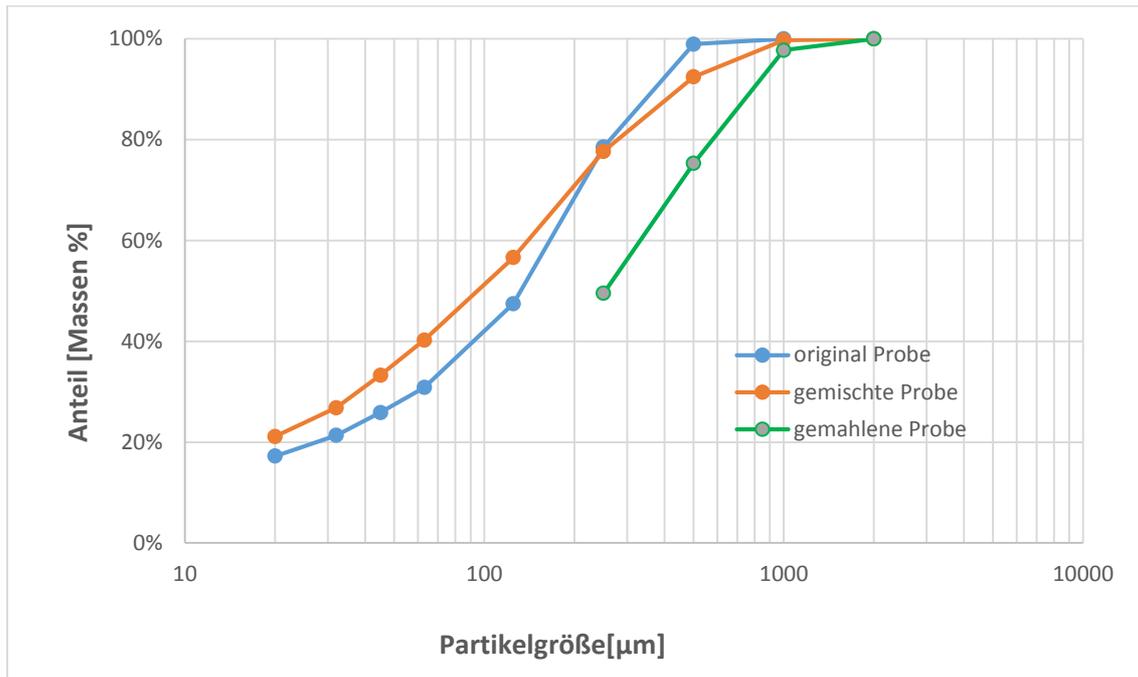


Abbildung 24: Partikelgrößenverteilung Kohle C

## 5.4. Kontaktwinkelmessungen

Als Kontakt- oder Benetzungswinkel bezeichnet man den Winkel, der sich zwischen einem Flüssigkeitstropfen und einer Feststoffoberfläche ausbildet. Die Größe des Kontaktwinkels ist ein Maß für die Benetzbarkeit von Feststoffen. Hydrophobe Materialien sind schlecht benetzend und weisen große Kontaktwinkel auf. Der Dreiphasen Kontaktwinkel kann Werte von  $0^\circ$ - $110^\circ$  annehmen. Großen Einfluss auf die Ausbildung hat die Oberflächenbeschaffenheit des Materials [8, 43]. Der Zusammenhang zwischen der Grenzflächenspannung  $\gamma_{sl}$  und dem Kontaktwinkel  $\theta$  wurde 1805 von YOUNG folgend beschrieben [44]:

$$\sigma_s = \gamma_{sl} + \sigma_l * \cos \theta \quad (5.4-1)$$

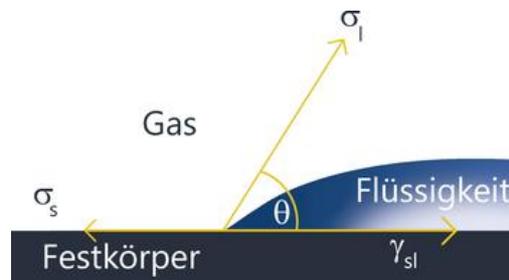


Abbildung 25: Kontaktwinkel [45]

Man unterscheidet den voran- und den rückschreitenden Kontaktwinkel. Für perfekt glatte Oberflächen eines homogenen Materials sind diese Winkel identisch. Bei Wassertropfen auf mineralischen Oberflächen kann der Unterschied zwischen beiden Winkeln bis zu  $50^\circ$  ausmachen. Der Benetzungswinkel kann auf mehrere Arten experimentell bestimmt werden. Eine Möglichkeit ist die „Sessile Drop“ Methode, bei der ein Tropfen auf die Oberfläche aufgebracht und der Winkel vermessen wird. Weit verbreitet ist auch die „Sessile Bubble“ Methode. Dabei wird der Feststoff unter Wasser getaucht und der Winkel zwischen einer aufbrachten Luftblase und der Feststoffoberfläche gemessen [43].

Es wurden Kontaktwinkelmessungen auf Material der Proben B und C durchgeführt. Als Flüssigkeiten dienten reines Wasser und Wasser mit Regenerationsmitteln aus den Versuchsreihen 1.1 und 1.2. Die Regenerationsmittel wurden im Verhältnis 1:164 g beigemischt. Zusätzlich wurden die Oberflächenspannungen ermittelt.

Die Werte der Oberflächenspannung sind Tabelle 10 zu entnehmen.

<b>Flüssigkeit</b>	<b>Oberflächenspannung</b>
	[mN/m]
Wasser	71.73 ± 0.11
Wasser + Algenschutzmittel	71.18 ± 0.05
Wasser + bio. Schwimmbadmittel	71.23 ± 0.03

**Tabelle 10: Oberflächenspannungsmessungen**

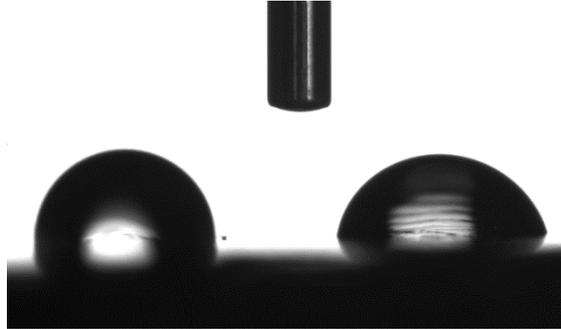
Es wurde das Kontaktwinkelmesssystem „EasyDrop“ der Firma KRÜSS verwendet. Dieses Messverfahren beruht auf der Sessile Drop Methode. Mit Hilfe einer Spritze wird ein Tropfen auf die Oberfläche aufgebracht. Von einer Seite beleuchtet eine Lampe den Tropfen, eine Kamera nimmt ihn auf. Zur Analyse des Tropfens wird die DSA-Software verwendet [46].

Die Probenstücke wurden geschliffen und poliert. Damit sollte eine möglichst glatte Oberfläche erzeugt werden. Für die mechanische Behandlung wurden keine Hilfsstoffe beim Schleifen verwendet. Um die Oberflächeneigenschaften der Kohlestücke nicht zu beeinflussen wurde auf die Verwendung einer Polierpaste verzichtet. Aufgrund der Heterogenität der Kohle konnte keine perfekt glatte Oberfläche ohne Ausbrüche und Rillen hergestellt werden. Es wurden jeweils drei Kohlestücke der CSM- und RAG-Kohle vermessen. Mindestens fünf Tropfen wurden pro Probestück aufgebracht und der mittlere Kontaktwinkel bestimmt. In Tabelle 11 sind die Messergebnisse aufgelistet. Aufgrund der heterogenen Zusammensetzung wurden stark schwankende Winkel gemessen.

<b>Bezeichnung</b>	<b>Winkel</b>
	[°]
Ca_H2O_CSM_1	90.1 ± 10.32
Ca_H2O_CSM_1_algzu	84.5 ± 8.33
Ca_H2O_CSM_1_biozu	84.2 ± 3.20
Ca_H2O_CSM_2	81.9 ± 6.91
Ca_H2O_CSM_2_algzu	77.5 ± 4.74
Ca_H2O_CSM_2_biozu	86.4 ± 1.43
Ca_H2O_CSM_3	93.0 ± 9.69
Ca_H2O_CSM_3_algzu	92.0 ± 4.94
Ca_H2O_CSM_3_biozu	94.0 ± 6.80
Ca_H2O_RAG_1	97.1 ± 2.77
Ca_H2O_RAG_1_algzu	83.8 ± 4.17
Ca_H2O_RAG_1_biozu	84.8 ± 3.26
Ca_H2O_RAG_2	87.7 ± 5.71
Ca_H2O_RAG_2_algzu	81.9 ± 2.60
Ca_H2O_RAG_2_biozu	78.3 ± 7.05
Ca_H2O_RAG_3	91.1 ± 4.73
Ca_H2O_RAG_3_algzu	88.4 ± 3.78
Ca_H2O_RAG_3_biozu	81.5 ± 9.85

**Tabelle 11: Kontaktwinkelmessungen**

Auf der Probe zeigte schon eine geringe Positionsänderung des Tropfens unterschiedliche Ergebnisse. Der gemessene Winkel variierte auf einem Kohlestück zwischen  $77,1^\circ$  und  $104,5^\circ$ . Die Zugabe der Tenside ließ größere Benetzungswinkel infolge der herabgesetzten Oberflächenspannung erwarten. Aufgrund der großen Schwankungsbreite der Messergebnisse konnte dies allerdings nicht eindeutig festgestellt werden.



**Abbildung 26: Unterschiedliche Kontaktwinkel auf Probe C**

Abbildung 26 zeigt die unterschiedlichen Kontaktwinkel zweier Tropfen in unmittelbarer Nähe auf einem Kohlestück. Als Referenz zur Bestimmung des Abstandes zwischen den Tropfen dient die Breite der Nadel (1,8 mm). Die Werte der Benetzungswinkel in Abbildung 26 sind  $96,6^\circ$  (rechts) bzw.  $77,1^\circ$  (links).

## 6. Ergebnisse

### 6.1. Auswertungsmethodik

Im Rahmen der experimentellen Untersuchungen wurden mehr als 300 Messungen durchgeführt. Die Auswertung der Ergebnisse beruht auf der Filtrationstheorie nach Darcy. Um qualitative und quantitative Aussagen über den Alterungseinfluss treffen zu können, mussten vor der Datenauswertung die Messfehler ermittelt werden. Die Berechnung der theoretischen Filtrationsdauer ist in Gleichung 2.3-14 dargestellt. Der spezifische Kuchenwiderstand und der Tuchwiderstand waren die unbekannt Parameter dieser Gleichung. Unter Anwendung der Methode der kleinsten Fehlerquadrate wurden die Widerstände für alle Messserien und –reihen bestimmt. Bestätigung fand die Verwendung der Methode der kleinsten Fehlerquadrate durch den Vergleich mit exemplarisch ermittelten Widerstandswerten nach Kapitel 2.3.2. Die Auftragung der experimentell bestimmten Filtrationsdauer über der berechneten Filtrationsdauer erfolgte in einem Parity Plot. Aus dieser Art der Darstellung wird die Qualität des Datenzusammenhangs ersichtlich. Je näher die Korrelation der Werte mit der Gleichung  $y = x$  beschrieben werden kann, desto besser ist die Datenqualität. Abbildung 27 zeigt, dass die Korrelation für einzelne Messreihen besser ist, als für die gesamte Messserie A1.

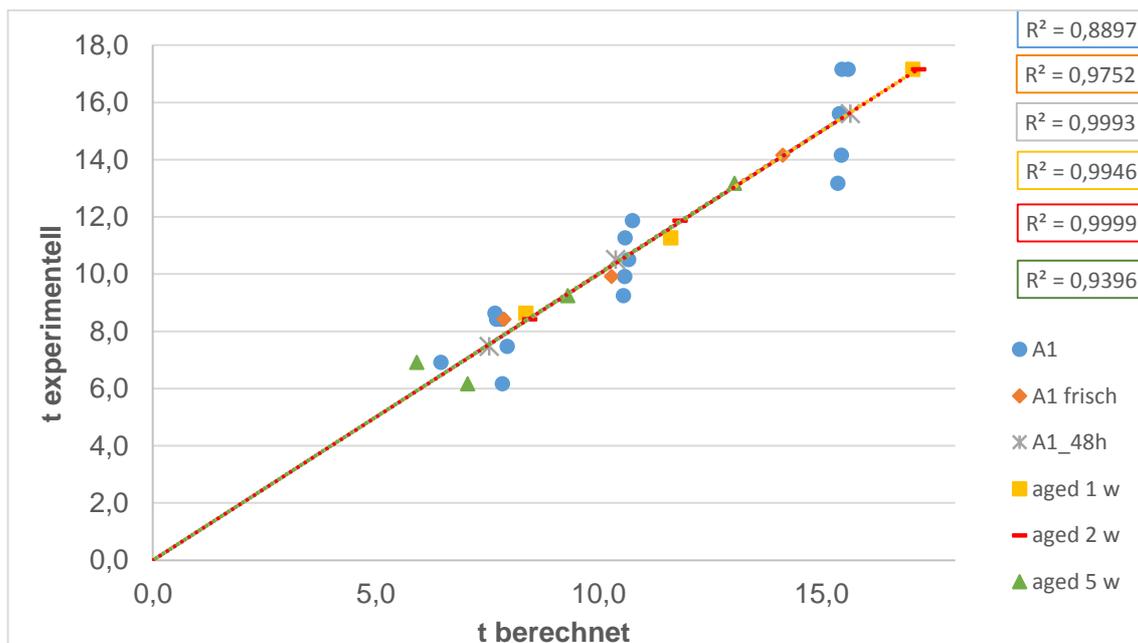


Abbildung 27: Parity Plot der Messserie und –reihen A1

Aus Abbildung 27 ist ersichtlich, dass das Filtrationsverhalten nicht für alle Messreihen der gesamten Messserie konstant ist. Es verändert sich mit dem Suspensionsalter. Als Kriterium für die Datenanalyse wurden max. 15 % der Messpunkte als Ausreißer zugelassen. Aus dieser Definition folgte die Bestimmung der Streuung für die Reproduzierbarkeit der Versuche.

Als graphische Darstellungsart wurde die Auftragung der Filterkuchenmasse  $W$  [kg(DS)/m<sup>2</sup>] über die Wurzel der Zeit  $t$  [s<sup>^(1/2)</sup>], sowie des Durchsatzes  $\dot{Q}$  [kg/(m<sup>2</sup>\*h)] über die Wurzel der Drehzahl  $n$  [(1/min)<sup>^(1/2)</sup>] gewählt. Die Diagramme des Durchsatzes über der Wurzel der Drehzahl sind im zweiten Teil des Anhangs abgebildet. Für die Darstellung in den Diagrammen gilt die Bedingung, dass der Punkt (0/0) enthalten sein muss. Die Vergleichbarkeit der Ergebnisse wird durch den linearen Zusammenhang in dieser Darstellungsart begünstigt. Die Linearität folgt aus den Gleichungen:

$$W = \rho_s * \sqrt{\frac{2 * \kappa}{\alpha_k * \eta}} * \sqrt{\Delta p} * \sqrt{t_1} = \left[ \frac{kg \ DS}{m^2} \right] \quad (6.1-1)$$

$$\dot{Q} = \rho_s * \sqrt{\frac{2 * \kappa}{\alpha_k * \eta}} * \sqrt{\frac{\alpha_1}{360}} * \sqrt{60 * \Delta p} * \sqrt{n} = \left[ \frac{kg}{m^2 * h} \right] \quad (6.1-2)$$

## 6.2. Einfluss biologischer Prozesse auf die Verwitterung wässriger Kohlesuspensionen

Als mögliche Ursache für die Alterung wurde die Bildung von Mikroorganismen bzw. Algen in Kohlesuspensionen vermutet, die die Poren des Filtertuchs verstopfen und zu dessen Erblindung führen bzw. die Oberflächeneigenschaften der Kohlepartikel verändern, die wiederum die Filtrationseigenschaften beeinflussen.

Die rasche Veränderung der Filtrationseigenschaften ist nicht durch biologische Prozesse erklärbar. Das Wachstum einer Anzahl von Mikroorganismen, die zum Erblinden des Filtertuchs führen, benötigt mehrere Wochen. Die erkennbare Alterung der Suspension nach 48 Stunden kann daher nicht auf biologische Prozesse zurückgeführt werden [47]. Mit einer PCR Analyse (Polymerase Chain Reaction) konnte keine DNA auf dem Filtertuch oder im Filterkuchen nachgewiesen werden. Die mikroskopische Untersuchung der Suspension zeigte kein Vorkommen von Mikroorganismen. Dadurch wurden biologische Einflussfaktoren als Ursache für den Alterungsprozess ausgeschlossen.

### 6.3. Probe A – Jindal Kohle

#### 6.3.1. Verlauf der Alterung

Der Einfluss der Alterung auf das Filtrationsverhalten ist aus den Ergebnissen der Versuchsserie A2 schon nach 48 Stunden deutlich zu erkennen. Die Filtrationseigenschaften verschlechterten sich kontinuierlich mit der Zeit. Nach 1 bis 2 Wochen erreichte die Suspension ein Niveau, ab dem sich das Filtrationsverhalten nicht mehr veränderte. In Abbildung 28 ist die Verschlechterung der Filterkuchenmasse  $W$  [kg(DS)/(m<sup>2</sup>)] durch den Alterungsprozess abgebildet. Die Streuung der Messpunkte beträgt max. 10 %. Mit „Zero“ wird eine am selben Tag angesetzte Probe bezeichnet. Allerdings muss bemerkt werden, dass ebenfalls einige Tage zwischen der Probenahme des Materials an der Anlage und den ersten Filtrationsversuchen mit der angesetzten (Zero) Suspension verstrichen waren.

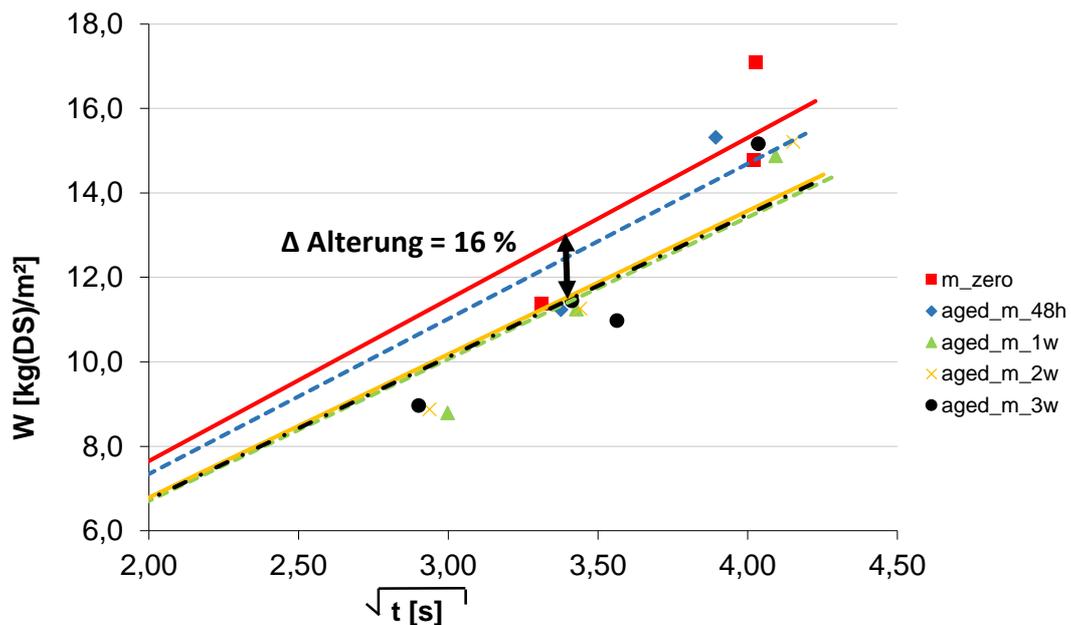


Abbildung 28: Alterung – Kohle A mit deionisiertem Wasser

Der Alterungsprozess der Suspension mit Leitungswasser ähnelt bis zur zweiten Woche stark dem mit deionisiertem Wasser (siehe Abbildung 29). Nach fünf Wochen war das Filtrationsverhalten jedoch besser als bei den Versuchen der „Zero“-Suspension bei Leitungswasser. Dieses Ergebnis steht im Widerspruch zur Hypothese, dass sich das Filtrationsverhalten der Suspension zunehmend verschlechtert und nach mehreren Wochen einem konstanten Niveau annähert.

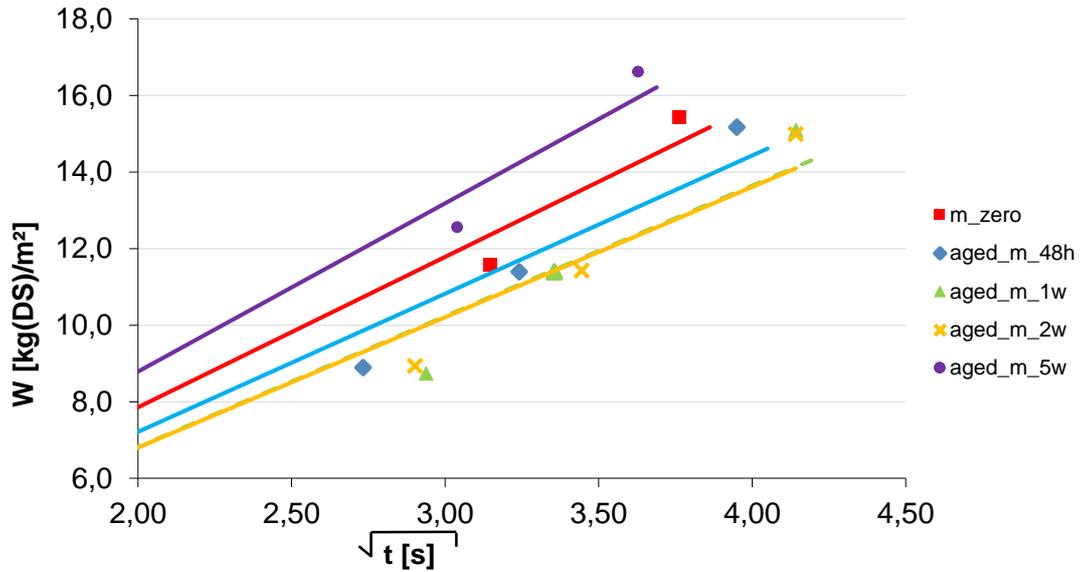


Abbildung 29: Alterung – Kohle A mit Leitungswasser

Die Resultate der Messserie A3 ähneln auf den ersten Blick den Ergebnissen der Messserie A2. Die Daten der Suspension mit eingestelltem pH-Wert 8 zeigen keine signifikanten Unterschiede zwischen den einzelnen Messreihen (siehe Abbildung 30). Die Ergebnisse der Messreihen unterscheiden sich um weniger als 5 %. Daher kann aus den Messdaten der Versuchsserie A3 kein Einfluss auf die Filtration gefunden werden.

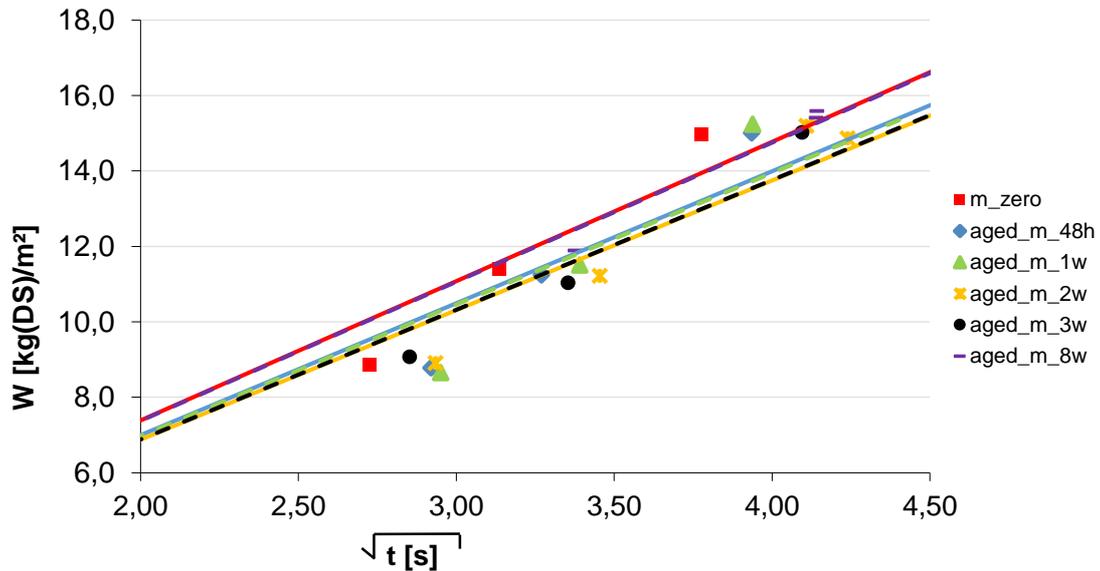


Abbildung 30: Alterung – Kohle A mit pH-Wert 8

Um den Einfluss von Tensiden auf den Alterungsprozess zu untersuchen, wurde der Suspension in der Messserie A4 das nichtionische Tensid „Tween 80“ zugesetzt. Nichtionische Tenside sind polarer als ionische Tenside. Sie verdrängen diese von der Partikeloberfläche und senken die Oberflächenspannung des Fluids. Dies ließ kurze Filtrationszeiten und geringe Restfeuchten erwarten. Entgegen den Erwartungen zeigten die Ergebnisse der „Zero“-Suspension ein deutlich schlechteres Filtrationsverhalten als die der „Zero“-Suspension ohne Tensid. Die Filtration dauerte dreimal länger. Die Versuche mit der „Zero“-Suspension führten zum „Erblinden“ des Filtertuches. Das Filtrat trat als Schaum aus dem Ablaufrohr. Nach 48 h waren signifikant bessere Filtrationseigenschaften zu beobachten. Abbildung 31 zeigt eine Steigerung um 94%. Die mittlere Restfeuchte des Filterkuchens aus „Zero“-Suspension lag bei 30,1 %. Mit gealterter Suspension wurden mit 25,0 % die geringsten Restfeuchten aller Messungen mit Jindal Kohle erreicht. Der chemische Effekt, der zu diesem Filtrationsverhalten führt, konnte im Rahmen dieser Arbeit nicht geklärt werden. Aus den Messungen zeigt sich, wie stark die Änderung der Oberflächeneigenschaften die Filtration beeinflussen kann.

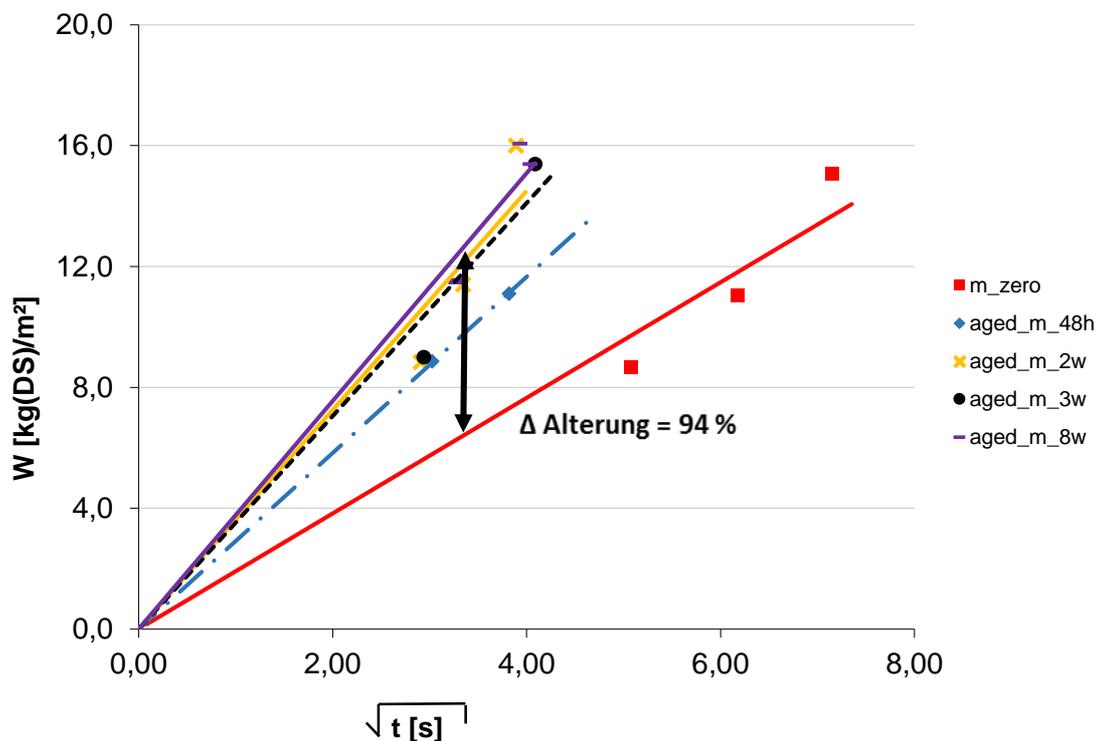


Abbildung 31: Alterung – Kohle A mit nichtionischer Seife

### 6.3.2. Regeneration mit Tensiden (A1.1 & A1.2)

Die Regenerationsversuche der 5 Wochen alten Suspension zeigten eine deutliche Verbesserung des Filtrationsverhaltens durch die Zugabe von handelsüblichen Pool-Reinigungsmitteln als Regenerationsmittel. Die Streuung der Messwerte liegt unter 5 %. Durch den Zusatz eines chlorhaltigen Algenschutzmittels konnte die Filterkuchenmasse gegenüber der gealterten Suspension um 49 % erhöht werden. Gleichzeitig verringerte sich die mittlere Restfeuchte im Filterkuchen um 4,3 % auf 26,3 %. Auch die Zugabe eines chlorfreien, biologischen Regenerationsmittels führte zur Steigerung der Filterkuchenmasse um 37 %. Die mittlere Restfeuchte dieser Versuchsreihe lag bei 25,7%.

Nach der Zugabe der Regenerationsmittel zeigten die Suspensionen keine Alterungserscheinungen. Aus den Ergebnissen in Abbildung 32 ist auch nach sechs Wochen ein konstantes Filtrationsverhalten zu erkennen.

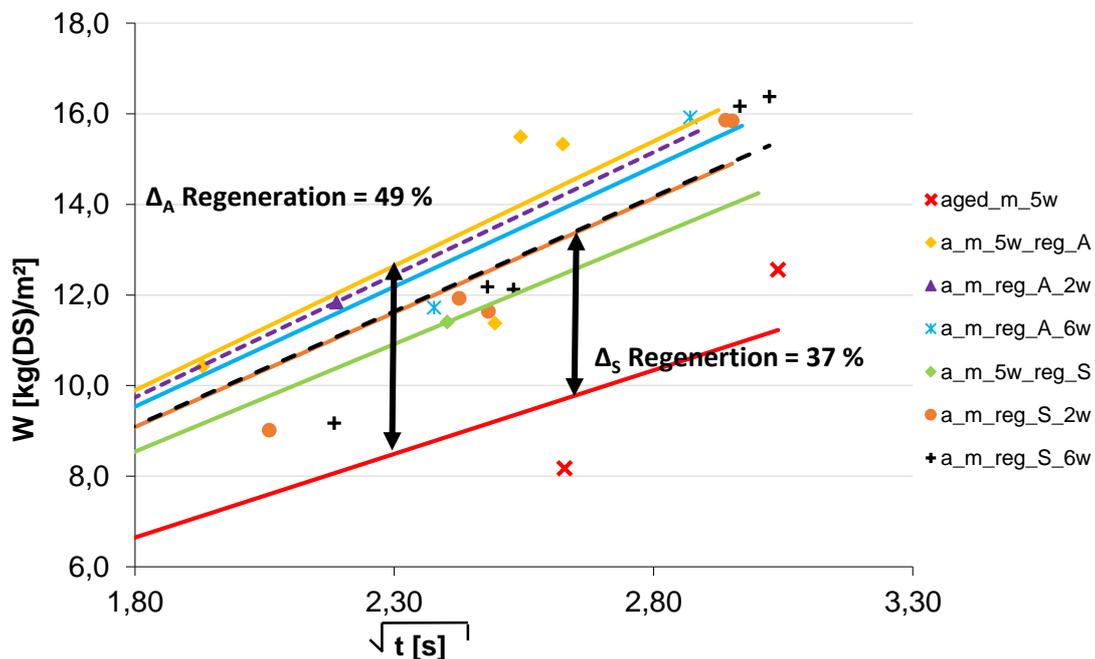


Abbildung 32: Kohle A - Regenerationsversuche

## 6.4. Probe B – CSM Kohle

Eine signifikante Verschlechterung des Filtrationsverhaltens mit zunehmendem Suspensionsalter ist aus den Versuchsdaten erkennbar (Abbildung 33). Schon nach nur einer Woche wies der Vergleich der Ergebnisse mit der „Zero“-Suspension eine Reduktion der Filterkuchenmasse um 19 % auf. Im Rahmen vorhergegangener Versuche der ANDRITZ AG wurde mit diesem Material eine Durchsatzverringering von 18 % gemessen [4]. Mit einer mittleren Restfeuchte von 20,6 % decken sich die Ergebnisse mit denen der Vorversuche. Dabei lag die mittlere Restfeuchte bei 20,9 %. Die Filtrationseigenschaften verschlechterten sich nach einer Woche mit zunehmender Alterung nicht mehr.

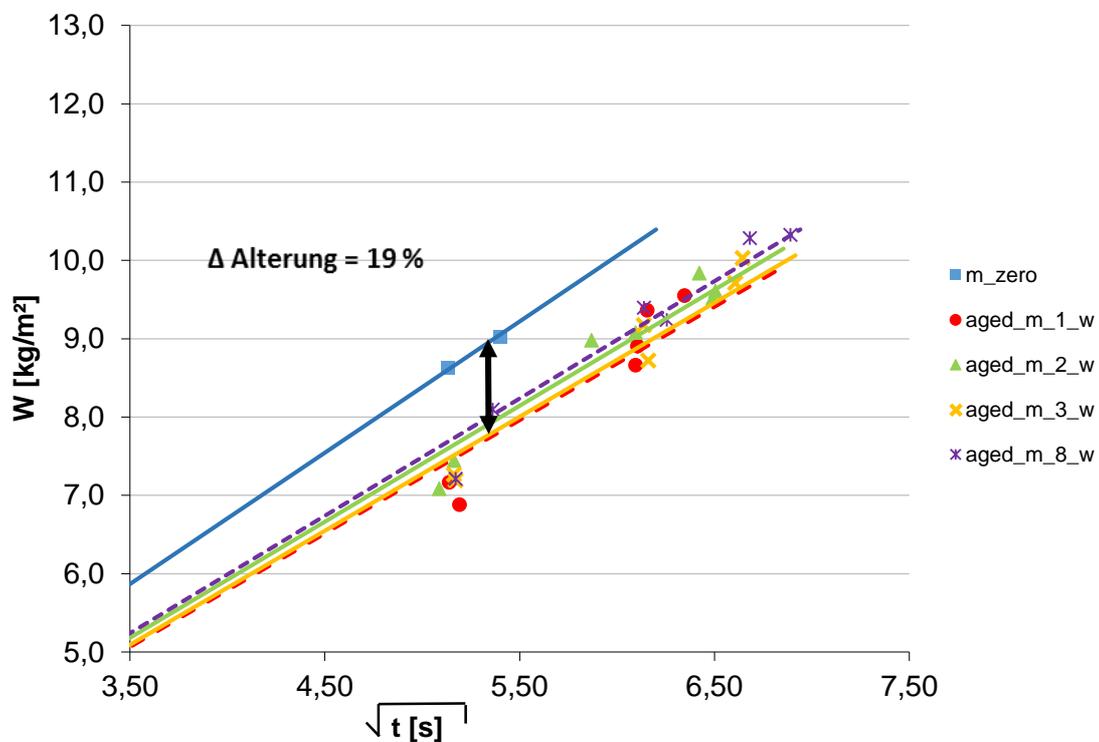


Abbildung 33: Alterung Kohle B (Serie B1)

Das Filtrationsverhalten und der Kuchenaufbau der Suspension aus gemahlenem Material B waren unregelmäßig, verglichen mit der Versuchsserie B1. Gründe dafür waren die Schaumbildung der Suspension und der hohe Aschegehalt durch den fehlenden Flotationsprozess. Der Schaum zersetzte sich nach ca. 48 Stunden. In den späteren Versuchen führte dies zu einem gleichmäßigeren Kuchenaufbau. Mit dem Suspensionsalter verringerte sich die Streuung der Ergebnisse.

Die max. Streuung der Messpunkte beträgt 15 % (siehe Abbildung 34). Die Ergebnisse der Versuchsserie B2 zeigten keine Alterungseinflüsse auf das Filtrationsverhalten. Es wurde eine mittlere Restfeuchte von 22,5 % erreicht.

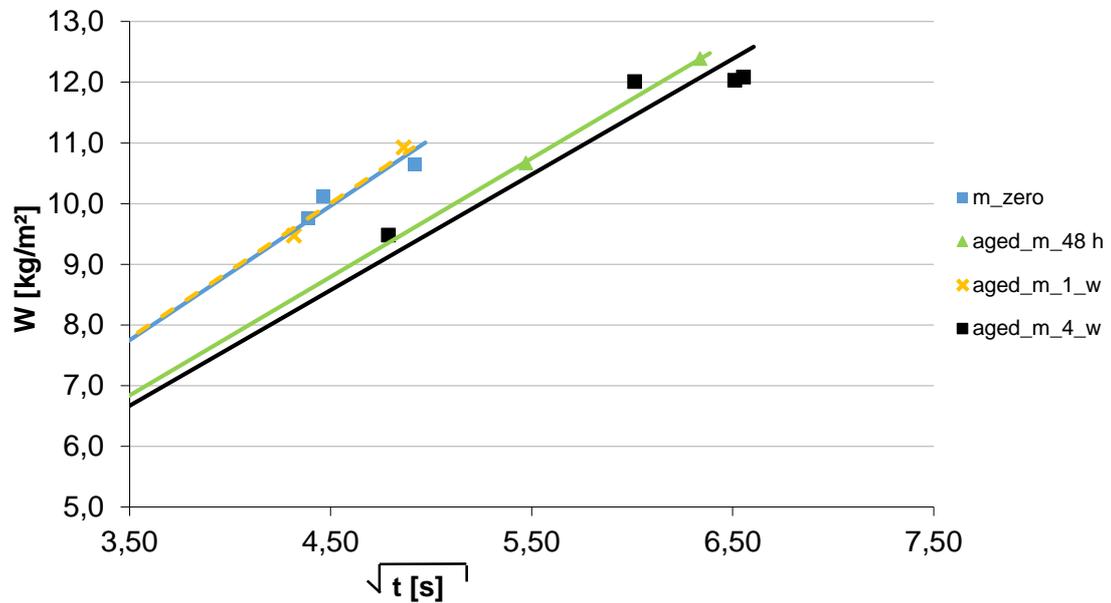


Abbildung 34: Alterung Kohle B (Serie B2)

## 6.5. Probe C – RAG Kohle

Aus den Messdaten der Versuchsserie C1 ist kein klarer Trend des Alterungsverlaufes zu erkennen. Der mittlere Fehler der Daten liegt bei 2,3 %. Während der ersten beiden Wochen verschlechterten sich die Filtrationseigenschaften um 17 %. Nach vier Wochen war keine signifikante Differenz des Filtrationsverhaltens zu dem der „Zero“- Suspension erkennbar. Die mittlere Restfeuchte der Filterkuchen lag bei 25,4 %.

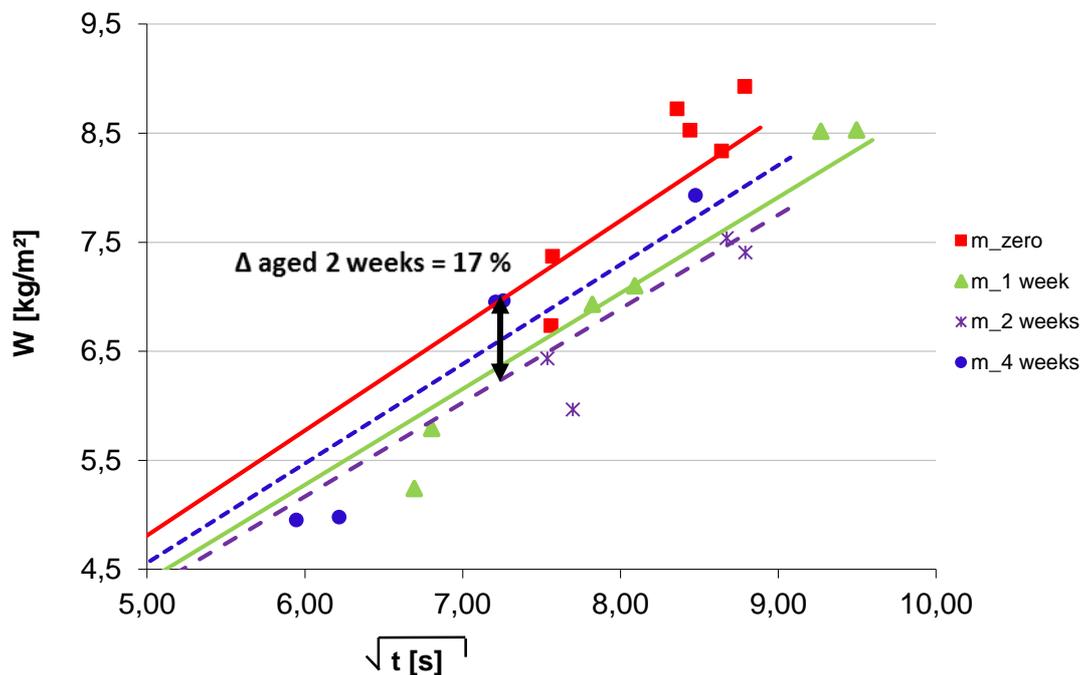


Abbildung 35: Alterung Kohle C (Serie C1)

Das Filtrationsverhalten der Versuchsserie C2 war sehr unregelmäßig. Nur bei 9 von 46 Messpunkten liegt der relative Fehler unter 10 %. Daher eigneten sich die Ergebnisse nicht für eine Aussage über die Alterung. Bei konstanter Suspensionsmenge variierte die Filtrationszeit aufeinanderfolgender Versuche um das Vierfache. Aufgrund des extrem unregelmäßigen Kuchenaufbaus wurden bei Versuchen mit geringerer Suspensionsmenge längere Versuchszeiten gemessen. Mit zunehmendem Alter verbesserte sich das Filtrationsverhalten. Der Kuchenaufbau wurde gleichmäßiger und die Filtrationsdauer variierte weniger stark. Die Ergebnisse der Messungen streuen um bis zu 88,5 %. Der mittlere relative Fehler liegt bei 28,3 %.

In Abbildung 36 ist ein Filterkuchen dieser Messserie dargestellt. Der ungleichförmige Aufbau ist deutlich zu erkennen.



Abbildung 36: Filterkuchen – Versuchsreihe C2

Beim Ansetzen der Suspension aus gemahlener Kohle C bildete sich eine ca. 5 cm dicke Schaumdecke. Bis zum vollständigen Zerfall der Schaumdecke dauerte es vier Stunden. Das Filtrationsverhalten des gemahlene Materials war signifikant besser, als das der Versuchsreihen C1 und C2. Mit einem relativen Fehler von 3,76 % war die Datenqualität vergleichsweise gut. Es wurde eine mittlere Restfeuchte von 19,5 % erreicht. Auch bei dieser Suspension aus gemahlenem Material waren keine Alterungserscheinungen festzustellen. Das konstante Filtrationsverhalten ist in Abbildung 37 dargestellt.

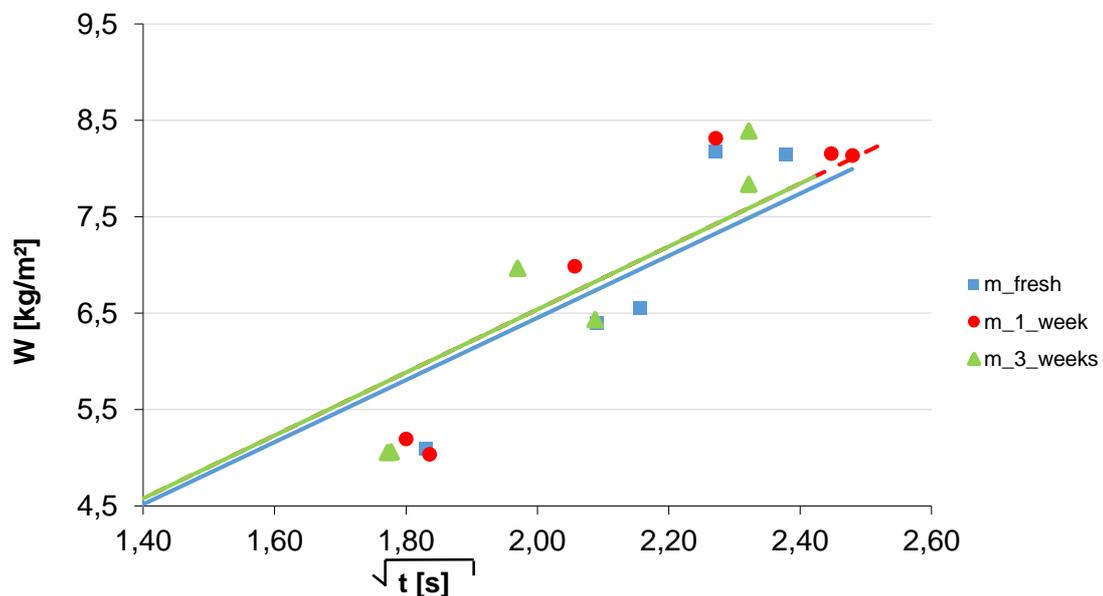


Abbildung 37: Alterung Kohle C (grobkörniges Rohmaterial)

## 6.6. Regenerationsversuche

Die Versuchsergebnisse zeigen, dass eine Regeneration gealterter Suspensionen durch Aufkochen möglich ist. Die Regenerationsversuche wurden mit Jindal Kohle nach einer Alterungszeit von 12 Wochen durchgeführt. Damit konnten die Filtrationseigenschaften durch das Aufkochen auf das Ausgangsniveau zurückgebracht werden. In Abbildung 38 ist die Steigerung der Filterkuchenmasse um 18 % auf das Ausgangsniveau dargestellt.

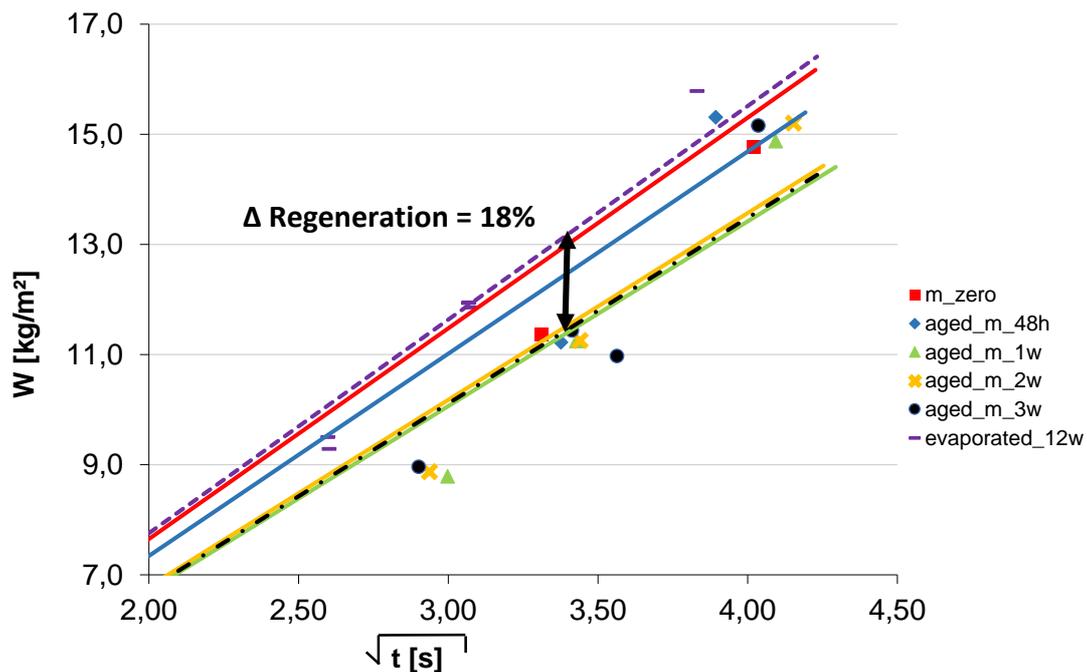


Abbildung 38: Regeneration Kohle A (Filterkuchen)

Die Ergebnisse der Versuche mit den Kohlen B und C bestätigen, dass auch hier die Filtrationseigenschaften verbessert werden können. Aufgrund der einfachen Anwendbarkeit dieser Methode können die Versuche leicht reproduziert werden. Der Messfehler war mit 2,0 % sehr gering. Die Restfeuchten der Versuchsreihe blieben gegenüber den Versuchen ohne Regeneration konstant. Die Daten der Versuchsreihe B1 zeigen eine Steigerung des Durchsatzes um 28 %. Damit übertraf die Filtrationsleistung der regenerierten Probe die der „Zero“-Suspension.

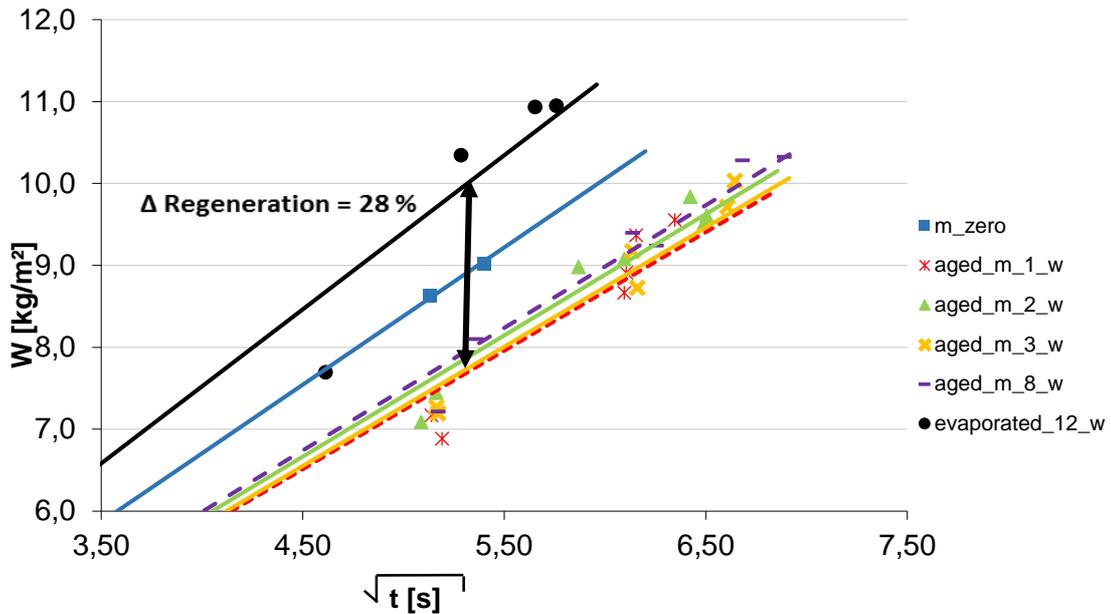


Abbildung 39: Regeneration Kohle B (Filterkuchen)

Obwohl kein eindeutiger Alterungsverlauf aus der Versuchsreihe C1 feststellbar war, zeigte sich durch das Regenerieren der Suspension eine Verbesserung der Filtrationseigenschaften. Nach einer und nach vier Wochen wurde versucht, den Ausgangszustand wiederherzustellen. Das Filtrationsverhalten nach beiden Regenerationsbehandlungen war nahezu identisch und lag auf dem Niveau der „Zero“-Probe (siehe Abbildung 40). Auch die mittlere Restfeuchte des Filterkuchens war mit 26,8 % mit den Versuchen vor der Regeneration (27,8 %) vergleichbar. Die Qualität der Daten ist mit einem mittleren relativen Fehler von 3,2 % sehr gut. Bei 35 Messungen gab es nur einen Messausreißer.

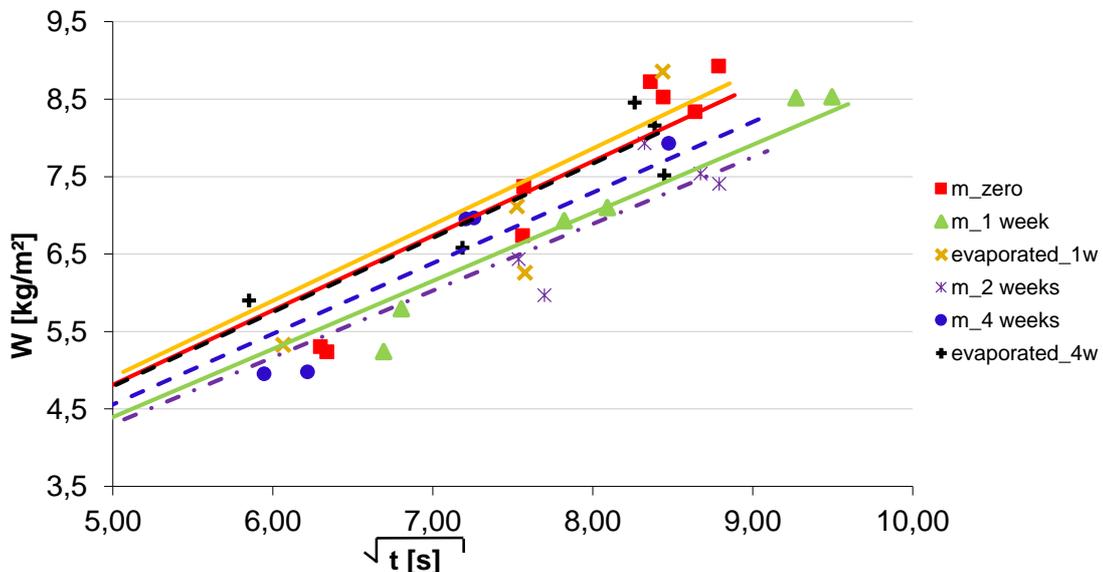


Abbildung 40: Regeneration Kohle C (Filterkuchen)

## 6.7. Diskussion

Aus den Messergebnissen war es nicht möglich, bei allen Messserien klare Trends zu erkennen. Ein Grund dafür war das unregelmäßige Filtrationsverhalten mancher Proben. Ein weiterer Grund lag in der geringen Anzahl von Datenpunkten der einzelnen Messreihen. Pro Messreihe wurden zwischen drei und zehn Versuche durchgeführt. Nach der Bestimmung der Ausreißer blieben für die Auswertung einzelner Messreihen mitunter nur zwei Datenpunkte übrig. Dies ist neben der Heterogenität des Materials mit ein Grund für Streuungen von bis zu 15 %.

Das Filterkuchenmaterial der Kohle A lagerte schon sieben Monate vor der Resuspendierung. Der oxidativer Einfluss der Lagerung auf die Kohlepartikel während der Lagerung wurde nicht untersucht.

Die Ergebnisse zeigten einen Alterungseinfluss nur bei Suspensionen aus resuspendiertem Filterkuchenmaterial. Dieser Alterungseinfluss ist auch bei Suspensionen nach der Flotation zu erwarten, da das Filterkuchenmaterial durch die Filtration von Suspensionen nach der Flotation gewonnen wird. Von der Kohle C wurden Versuche mit Material nach der Flotation durchgeführt. Aufgrund der extrem schlechten Filtrationseigenschaften war keine Aussage aus diesen Versuchen möglich. An den Partikeln der Filterkuchen hafteten wahrscheinlich noch oberflächenaktive Flotationsreagenzien an, die das Filtrationsverhalten beeinflussen. Ein Alterungseinfluss war bereits nach zwei Tagen zu erkennen. Die Alterung verschlechterte die Filtrationseigenschaften über mehrere Wochen lang, bevor sich diese einem konstanten Niveau annäherten. Ein möglicher Grund für den langsamen Verlauf der Alterung ist die langsame Diffusion der oberflächenaktiven Stoffe in Wasser bis zur Anlagerung an der Feststoffoberfläche.

Aus den Versuchsergebnissen geht hervor, dass die Alterung keine Auswirkung auf die Restfeuchte der Filterkuchen hat. Es wurde mit den Versuchsserien B2 und C3 gezeigt, dass es ohne Flotationsprozess nicht zur Alterung kommt. Daraus folgt, dass der Effekt der Alterung wahrscheinlich von den Flotationsreagenzien herrührt, die die Oberflächeneigenschaften der Feststoffpartikel verändern. Durch diese Versuchsreihen scheint der ursächliche Zusammenhang der Flotation mit der Alterung wässriger Kohlesuspensionen bestätigt.

Aus den Ergebnissen der Versuchsserien A1.1, A1.2 und A3 zeigten sich unterschiedliche Auswirkungen durch die Zugabe von Tensiden. Die erwartete Verbesserung der Filtrationseigenschaften durch das Herabsetzen der Oberflächenspannung wurde mit den Regenerationsversuchen der Versuchsreihen A1.1 und A1.2 bestätigt. Nach der Zugabe der Tenside blieb das Filtrationsverhalten konstant. Dies deutet darauf hin, dass die anhaftenden Flotationschemikalien von den stärker polaren Regenerationsmitteln verdrängt werden. Die Zugabe von „Tween 80“ brachte eine signifikante Verschlechterung des Filtrationsverhaltens der „Zero“-Suspension. Nach zwei Tagen verbesserten sich die Filtrationseigenschaften deutlich und blieben acht Wochen lang konstant. Aufgrund der Vielzahl komplexer Kohlenwasserstoffverbindungen sind der genaue Ablauf und Einfluss chemischer Reaktionen und physikalischer Wechselwirkungen zwischen Kohle und Tensiden bis heute ungeklärt.

Die Regenerationsmöglichkeit durch das Aufkochen gealterter Suspensionen wurde experimentell nachgewiesen. Die Versuchsergebnisse zeigten eine deutliche Verbesserung der Filtrationseigenschaften. Durch das Aufkochen lösen sich bzw. desorbieren die Flotationsreagenzien von den Kohlepartikeln und dampfen teilweise aus. Eine mögliche Erklärung für die Verbesserung der Filtrationseigenschaften ist, dass die Moleküle der Flotationsreagenzien durch das Aufkochen gecrackt werden. Analytisch wurde dies im Rahmen dieser Arbeit nicht nachgewiesen.

### **6.8. Schlussfolgerung**

Die Ergebnisse bestätigen, dass die Oberflächeneigenschaften der Kohlepartikel das Filtrationsverhalten deutlich stärker als die Oxidation beeinflussen. Die untersuchten Phänomene gelten für Steinkohlesuspensionen bei Raumtemperatur. Im Aufbereitungsprozess werden diese Eigenschaften durch die Zugabe von Flotationsmitteln verändert. Aus den Daten der Versuchsserien folgt, dass die Flotation der verantwortliche Prozessschritt für die Alterung von wässrigen Kohlesuspensionen ist. Bestätigt wurde dies durch die Ergebnisse der Versuchsreihen A2, B1 und B2 bzw. C1 und C3.

Durch die fehlende Alterung nach Zugabe der Regenerationsmittel (RM) konnte die Oxidation aus den Messdaten der Versuchsserien A1.1 und A1.2 als deren Hauptursache nach folgender Überlegung ausgeschlossen werden: Wäre die Oxidation verantwortlich

für den primären Alterungseffekt und die Oberflächeneigenschaften der Kohle würden durch das Regenerationsmittel auf das Ausgangsniveau zurückgebracht, so müsste die Alterung durch Oxidation anschließend wieder einsetzen.

Da keine Alterung mit Regenerationsmittel mehr eintrat, kann der Einfluss der Oxidation nicht maßgeblich sein. Daher konnte die Oxidation als Hauptursache der Alterung ausgeschlossen werden.

Aus den Untersuchungen der Regenerationsmöglichkeiten für gealterte Suspensionen waren zwei Erkenntnisse wesentlich. Das Filtrationsverhalten kann durch den Zusatz einzelner Tenside verbessert werden. Die Ergebnisse der Versuchsreihe A4 zeigten aber, dass diese Aussage nicht für alle Tenside gilt. Aufgrund der unterschiedlichen Effekte auf das Filtrationsverhalten ist es ohne weitere experimentelle Untersuchungen nicht möglich, Tenside als Regenerationsmittel für Laboranwendungen einzusetzen.

Mit der Methode des Aufkochens gealterter Kohlesuspensionen wurde eine zuverlässige Regenerationsmöglichkeit gefunden. Aufgrund der geringen technischen Anforderungen, der guten Reproduzierbarkeit und der einfachen Durchführung ist dieses Verfahren gut für den Einsatz in Laborversuchen geeignet.

Die Auswertung der Messdaten und die Ermittlung der Ausreißer führen zu dem Schluss, dass quantitative Ergebnisse nur durch eine größere Anzahl an Versuchen möglich sind. Für die Durchführung von Folgeversuchen empfiehlt es sich, Versuchsreihen mit mindestens drei unterschiedlichen Suspensionsmengen zu realisieren. Mit jeder Suspensionsmenge sollen mindestens fünf Messpunkte bestimmt werden. Umfangreichere Versuche führen zu einer geringeren Streuung der Daten und zu klarer erkennbaren Tendenzen des Filtrationsverhaltens.

## 7. Fazit und Ausblick

Für die Bestimmung der Veränderung der Filtrationseigenschaften ist die verwendete Versuchsanlage gut geeignet. Um aussagekräftige Ergebnisse zu erhalten, muss das Betriebsfeld bei der Versuchsdurchführung eingehalten werden. Es empfiehlt sich, dass die Messungen einzelner Versuchsserien von derselben Person durchgeführt werden. Dadurch kann eine einheitliche Versuchsdurchführung gewährleistet werden, woraus vergleichbare Ergebnisse resultieren.

Zur Bestätigung der Flotation als Ursache für den Alterungseffekt sollen zusätzliche Versuchsreihen aus Filterkuchenmaterial zum Vergleich mit gemahlenem grobkörnigem Material durchgeführt werden. Von Interesse wäre es zusätzlich das gemahlene Material in Laborversuchen zu flotieren und den Alterungsverlauf mit dem resuspendierten Material zu vergleichen. Um geringere Streuungen zu erreichen, ist die Bestimmung von mindestens 15 Messpunkten pro Messreihe empfehlenswert. Die Erkennung von Trends im Filtrationsverhalten wird durch eine höhere Zahl an Messpunkten zusätzlich erleichtert.

Besonderes Interesse liegt in der weiteren Untersuchung der Regenerationsmethode durch das Aufkochen gealterter Suspensionen. Es soll die Frage geklärt werden, ob diese Regenerationsmethode für alle industriell eingesetzten Flotationsmittel verwendet werden kann. Ergänzende Regenerationsversuche sollen mit Tensiden durchgeführt werden, wengleich sich die Ermittlung der chemischen Reaktionen und Auswirkungen ungleich schwerer gestaltet.

Mit der Kenntnis der quantitativen Verschlechterung der Filtrationseigenschaften durch die Alterung kann die Auslegung der Filtrationsapparate optimiert werden. Die Vermeidung der Überdimensionierung birgt ein finanzielles Einsparungspotential für die Produktion der Apparate. Ein zusätzlicher wirtschaftlicher Vorteil der geringeren Produktionskosten besteht in der höheren Attraktivität für potentielle Kunden durch niedrigere Investitionskosten.

## 8. Literaturverzeichnis

- [1] J. W. Tichy, *Zum Einfluss des Filtermittels und der auftretenden Interferenzen zwischen Filterkuchen und Filtermittel bei der Kuchenfiltration (TU Karlsruhe)*, VDI-Verlag, 2007.
- [2] S. Heinrich, *Handbuch der mechanischen Verfahrenstechnik*, 1. Auflage Hrsg., Weinheim: Wiley-VCH Verlag, 2012.
- [3] D. G. Krammer, [Interview]. 17 Dezember 2013.
- [4] S. Orthofer und T. Schwarzer, „Untersuchungsbericht zum Thema Vergleich Betriebs/Labordaten sowie Alterungsverhalten von Steinkohleflotationskonzentrat, Einfluss auf die Filtrationsfähigkeit,“ ANDRITZ AG, GRAZ, 2013.
- [5] N. Berkowitz, *The Chemistry of Coal*, Bd. Coal Science and Technology 7, Amsterdam: Elsevier Verlag, 1985.
- [6] *Understanding the self-ignition of coal*, Work Package 2000 Hrsg., Deutsche Montantechnologie GmbH (DTM) and Federal Institute for Materials and Testing (BAM), 2000, pp. 1-4.
- [7] D. W. van Krevelen, *Coal: Typology, Chemistry, Physics, Constitution.*, 3. Auflage Hrsg., Amsterdam: Elsevier Verlag, 1981.
- [8] T. D. Wheelock und J. Drzymala, „Coal Hydrophobicity and its Role in Filtration and Dewatering,“ *Filtration & Separation*, pp. 351-354, September/Oktober 1991.
- [9] W. Dolsak, *Kohlenaufbereitung*, Leoben: TU Leoben, Skriptum, 2005.
- [10] D. S. Christen, *Praxiswissen der chemischen Verfahrenstechnik*, 2. Auflage Hrsg., Heidelberg: Springer Verlag, 2010.
- [11] K. Wiese, J. Schmitz und G. Wollmann, „Das Mineral-Anreicherungsverfahren Flotation,“ Kernforschungszentrum Karlsruhe GmbH, Bericht, Karlsruhe, 1978.

- [12] M. Kraume, „Transportvorgänge in der Verfahrenstechnik,“ Heidelberg, Springer Verlag, 2012, p. 277 ff.
- [13] S. Rippberger, W. Gösele, C. Alt und T. Loewe, „Filtration, 1. Fundamentals,“ in *Ullmann's Encyclopedia of Industrial Chemistry*, Weinheim, Wiley-VCH Verlag, 2013.
- [14] H. Anlauf, „Filtermedien zur Kuchenfiltration - Schnittstelle zwischen Suspension und Apparat,“ *Chemie Ingenieur Technik*, Bd. 79, pp. 1821-1831, 2007.
- [15] H. Darcy, *Les Fontaines Publiques de la ville de Dijon*, Paris: Victor Dalmont, 1856.
- [16] V. D. Ingenieure, Hrsg., *VDI 2762: Filtrierbarkeit von Suspensionen*, Berlin: Beuth Verlag, 1997.
- [17] Carman, „FLUID FLOW THROUGH GRANULAR BEDS,“ *Transactions of the Institution of Chemical Engineers*, Nr. 15, pp. 32-48, 1937.
- [18] R. Wakeman, „The influence of particle properties on filtration,“ *Separation and Purification Technology*, Bd. 58, pp. 234-241, 2007.
- [19] M. Stieß, *Mechanische Verfahrenstechnik - Partikeltechnologie 1, 3., vollst. neu bearb Auflage Hrsg.*, Heidelberg: Springer Verlag, 2009.
- [20] C. Selomulya, J. Liao, G. Bickert und R. Amal, „Micro-properties of coal aggregates: Implications on hyperbaric filtration performance for coal dewatering,“ *International Journal of Mineral Processing*, Bd. 80, pp. 189-197, 2006.
- [21] Y. Endo und M. Alonson, „Physical Meaning of Specific Cake Resistance and Effects of Cake Properties in Compressible Cake Filtration,“ *Filtration & Separation*, pp. 43-46, September 2001.
- [22] M. Nazarboland, X. Chen, J. Hearle, R. Lydon und M. Moss, „Effect of different Particle Shapes on the Modelling of Woven Fabric Filtration,“ *Journal of Information and Computing Science*, Bd. 2, Nr. 2, pp. 111-118, 2007.

- [23] H. Anlauf und J. A. Sorrentino, „Einfluss des Partikelkollektives auf die Filterkuchenbildung und -entfeuchtung,“ *Chemie Ingenieur Technik*, pp. 1254-1258, September 2003.
- [24] R. Bott, H. Anlauf und W. Stahl, „Kontinuierliche Druckfiltration feinstkörniger Kohlekonzentrate,“ *Aufbereitungs-Technik*, pp. 245-258, Mai 1984.
- [25] C. M. Alles, *Prozeßstrategien für die Filtration mit kompressiblen Kuchen*, Karlsruhe: Dissertation, 2000.
- [26] I. Leitschkis und W. Rammensee, „Influence of zeta-potential on the filtration efficiency of aqueous suspension on precoat filters,“ *Colloids and Surfaces*, Nr. 159, pp. 405-412, 1999.
- [27] S. Mori, T. Hara und K. Aso, „Potential of Coal Fine-Particles in Aqueous Suspension,“ *Powder technology*, Nr. 40, pp. 161-165, 1984.
- [28] Botsaris, *Interfacial Phenomena in Coal Technology*, 1. Ausgabe Hrsg., Taylor and Francis Group, Hrsg., Boca Ranton: CRC Press, 1988, pp. 167-172.
- [29] S. Dey, „Enhancement in hydrophobicity of low rank coal by surfactants,“ *Fuel Processing Technology*, vol. 94, pp. 151-158, 2012.
- [30] B. Singh, „The Influence of Surface Phenomena on the Dewatering of Fine Clean Coal,“ *Filtration & Separation*, pp. 159-163, März 1997.
- [31] R. Bott, „Mikroporöse Filtermedien für die Kuchenfiltration,“ *Chemie Ingenieur Technik*, Bd. 62, pp. 718-724, 1990.
- [32] K. Sutherland, *Filters and Filtration Handbook*, Amsterdam: Elsevier Verlag, 2008.
- [33] H. Wang , B. Z. Dlugogorski und E. M. Kennedy, *Coal oxidation at low temperatures: oxygen consumption, oxidation products, reaction mechanism and kinetic modelling*, Amsterdam: Elsevier Verlag, 2003, pp. 487-513.
- [34] G. J. de Korte, „Benefication of Weathered Coal,“ CSIR Division of Mining Technology, Report, Protoria, 2001.

- [35] J. G. Speight, *The Chemistry and Technology of Coal*, 3. Auflage Hrsg., Boca Raton: CRC Press, 2012, pp. 185-190.
- [36] H. Wang, B. Z. Dlugogorski und E. M. Kennedy, „Thermal decomposition of solid oxygenated complexes formed by coal oxidation at low temperatures,“ *Fuel*, Nr. 81, pp. 1913-1923, Juni 2002.
- [37] E. Beier, „Zur Verwitterung von Kohlen,“ *Bergbau*, pp. 505-509, November 2010.
- [38] H. Wang, B. Dlugogorski und E. Kennedy, „Kinetic Modelling of Low-Temperature Oxidation of Coal,“ *Combustion and Flame*, Nr. 131, pp. 452-469, 2002.
- [39] H. Wang, B. Z. Dlugogorski und E. M. Kennedy, „Low-Temperature oxidation of coal at elevated pressures,“ *Journal of Loss Prevention in the Process Industries*, Nr. 11, pp. 373-381, 1998.
- [40] S. GmbH, „<http://www.sympatec.com>,“ SYMPATEC, [Online]. Available: [http://www.sympatec.com/images/LaserDiffraction/HELOS\\_KR\\_OASIS-L\\_640.jpg](http://www.sympatec.com/images/LaserDiffraction/HELOS_KR_OASIS-L_640.jpg). [Zugriff am 26 Mai 2014].
- [41] S.-A. C. LLC., „<http://www.sigmaaldrich.com>,“ [Online]. Available: <http://www.sigmaaldrich.com/MSDS/MSDS/DisplayMSDSPage.do?country=AT&language=de&productNumber=P4780&brand=SIGMA&PageToGoToURL=http%3A%2F%2Fwww.sigmaaldrich.com%2Fcatalog%2Fproduct%2Fsigma%2Fp4780%3Flang%3Dde>. [Zugriff am 10 Mai 2014].
- [42] *Technische Liste - Filtergewebe*, Ruschlikon, Schweiz: SEFAR Inc., Datenblatt, 2001.
- [43] A. W. Adamson und A. P. Gast, *Physical Chemistry of Surfactants*, 6 Hrsg., New York: John Wiley & Sons, Inc., 1997.
- [44] T. Young, „An Essay on the Cohesion of fluids,“ *Philosophical Transactions of the Royal Society*, pp. 65-87, 1 Jänner 1805.

- [45] K. GmbH, „[www.kruss.de](http://www.kruss.de),“ KRÜSS GmbH, [Online]. Available: <http://www.kruss.de/de/service/schulung-theorie/glossar/kontaktwinkel/>. [Zugriff am 1 Juni 2014].
- [46] K. GmbH, *Installation und Bedienung "Easy Drop standard Tropfenanalyse-System"*, Hamburg: KRÜSS GmbH, 2009.
- [47] A.-P. M. D. M. Grube, *Beeinflussen biologische Bildungsprozesse die Alterung von Kohle in wässrigen Suspensionen?*. [Interview]. 11 März 2014.
- [48] „<http://www.sigmaaldrich.com>,“ SIGMA-ALDRICH, [Online]. Available: <http://www.sigmaaldrich.com/catalog/product/sigma/p4780?lang=de&region=AT>. [Zugriff am 10 Mai 2014].
- [49] Bundesanstalt für Geowissenschaften und Rohstoffe, Hrsg. Reserven, Ressourcen und Verfügbarkeit von Energierohstoffen, *Rohstoffwirtschaftliche Länderstudien*, Nr. Heft 28, 2003.

## 9. Abbildungsverzeichnis

Abbildung 1: Internationale Kohleklassifizierung [49].....	5
Abbildung 2: Standard Steinkohle-Aufbereitungsverfahren [9] .....	7
Abbildung 3: Filtrationsarten [1].....	9
Abbildung 4: t/v und dt/dV Diagramm [16].....	15
Abbildung 5: Zusammenhang der Partikelgröße mit dem Filterwiderstand $\alpha_k$ [13] .....	16
Abbildung 6: Unabhängigkeit der Porosität von der Partikelgröße bei regelmäßiger Anordnung [19] .....	22
Abbildung 7: Hohe Porosität bei kleinen Partikeln durch die Wechselwirkungskräfte [19] .....	23
Abbildung 8: Aufbau von Tensiden .....	25
Abbildung 9: Unterschiedliche Faserarten .....	27
Abbildung 10: Gewebearten.....	27
Abbildung 11: Prozessverlauf (Scheibenfilter) .....	30
Abbildung 12: Aufbau der BOKELA Versuchsanlage .....	36
Abbildung 13: Aufbau des Bodenteils .....	37
Abbildung 14: Filterkuchen einer Suspension mit Schaum .....	39
Abbildung 15: Laserbeugungsmessgerät HELOS [40] .....	40
Abbildung 16: Partikelgrößenverteilung Kohle C.....	41
Abbildung 17: Schematischer Testverlauf (Screenshot) .....	42
Abbildung 18: Einfluss der Temperatur auf die Viskosität von Wasser .....	44
Abbildung 19: Feine und grobe Kohleproben (Kohle B).....	47
Abbildung 20: Chemische Struktur von „Tween 80“ [48].....	48
Abbildung 21: Elementaranalyse der Kohle B .....	50
Abbildung 22: Siebung der Kohle B .....	51
Abbildung 23: Partikelgrößenverteilung Kohle B.....	52
Abbildung 24: Partikelgrößenverteilung Kohle C.....	55
Abbildung 25: Kontaktwinkel [45] .....	56
Abbildung 26: Unterschiedliche Kontaktwinkel auf Probe C.....	58
Abbildung 27: Parity Plot der Messserie und –reihen A1 .....	59
Abbildung 28: Alterung – Kohle A mit deionisiertem Wasser .....	61
Abbildung 29: Alterung – Kohle A mit Leitungswasser.....	62
Abbildung 30: Alterung – Kohle A mit pH-Wert 8.....	62

Abbildung 31: Alterung – Kohle A mit nichtionischer Seife.....	63
Abbildung 32: Kohle A - Regenerationsversuche.....	64
Abbildung 33: Alterung Kohle B (Serie B1).....	65
Abbildung 34: Alterung Kohle B (Serie B2).....	66
Abbildung 35: Alterung Kohle C (Serie C1).....	67
Abbildung 36: Filterkuchen – Versuchsreihe C2 .....	68
Abbildung 37: Alterung Kohle C (grobkörniges Rohmaterial).....	68
Abbildung 38: Regeneration Kohle A (Filterkuchen).....	69
Abbildung 39: Regeneration Kohle B (Filterkuchen) .....	70
Abbildung 40: Regeneration Kohle C (Filterkuchen) .....	70
Abbildung 41: Alterung - Kohle A mit deionisiertem Wasser ( $Q - n^{1/2}$ ).....	87
Abbildung 42: Alterung - Kohle A mit Leitungswasser ( $Q - n^{1/2}$ ) .....	87
Abbildung 43: Alterung - Kohle A mit pH-Wert 8 ( $Q - n^{1/2}$ ).....	88
Abbildung 44: Alterung - Kohle A mit nichtionischer Seife ( $Q - n^{1/2}$ ) .....	88
Abbildung 45: Alterung - Kohle A Regerationsversuche ( $Q - n^{1/2}$ ).....	89
Abbildung 46: Alterung - Kohle B (Serie B1) - ( $Q - n^{1/2}$ ).....	89
Abbildung 47: Alterung - Kohle B (Serie B2) - ( $Q - n^{1/2}$ ).....	90
Abbildung 48: Alterung - Kohle C (Serie C1) - ( $Q - n^{1/2}$ ).....	90
Abbildung 49: Alterung - Kohle C (grobkörniges Material) - ( $Q - n^{1/2}$ ).....	91
Abbildung 50: Regeneration Kohle A (Filterkuchen) - ( $Q - n^{1/2}$ ) .....	91
Abbildung 51: Regeneration Kohle B (Filterkuchen) - ( $Q - n^{1/2}$ ).....	92
Abbildung 52: Regeneration Kohle C (Filterkuchen) - ( $Q - n^{1/2}$ ).....	92

## 10. Tabellenverzeichnis

Tabelle 1: HELOS Partikelgrößenanalyse.....	41
Tabelle 2: Kohleproben für die Versuchsdurchführung .....	46
Tabelle 3: Charakterisierung der Kohle A.....	48
Tabelle 4: Anlagen- und Versuchsparameter Kohle A.....	49
Tabelle 5: Technische Daten des Filtergewebes SK030 [42].....	49
Tabelle 6: Charakterisierung von Kohle B .....	51
Tabelle 7: Anlagedaten Kohle B .....	52
Tabelle 8: Anlagedaten Kohle C .....	53
Tabelle 9: Charakterisierung Probe C .....	54
Tabelle 10: Oberflächenspannungsmessungen.....	57
Tabelle 11: Kontaktwinkelmessungen .....	57

## 11. Abkürzungsverzeichnis

Symbol	Einheit	Bedeutung
$\alpha$	$m^{-2}$	druckabhängiger Filterkuchenwiderstand
$\alpha_0$	$m^{-2}$	spezifischer Filterkuchenwiderstand ( $\Delta p \rightarrow 0$ )
$\alpha_1$	$^\circ$	Kuchenbildungswinkel
$\alpha_2$	$^\circ$	Entfeuchtungswinkel
$\alpha_k$	$m^{-2}$	spezifischer Filterkuchenwiderstand
A	$m^2$	Filterfläche (durchströmte Querschnittsfläche)
a	$s \text{ ml}^{-1}$	Ordinatenabschnitt von $dt/dV$ -V bzw. $t/V$ -V
$a_1$	-	Exponent
b bzw. b/2	$s \text{ ml}^{-2}$	Steigung von $dt/dV$ -V bzw. $t/V$ -V
$d_h$	m	hydraulischer Durchmesser
$d_k$	m	Kapillardurchmesser
$d_m$	m	mittlerer Partikeldurchmesser
$d_p$	m	Porendurchmesser
$d_{sv}; d_{sv}$	m	Sauterdurchmesser
DS	Gew. %	Trockensubstanz
FM	-	Flockungsmittel
$\varepsilon$	-	Porosität
h	m	Kuchenhöhe
$h_k$	m	Ersatzkuchenhöhe
$H_e$	m	Kuchenhöhe am Filtrationsende
k	$m \text{ s}^{-1}$	Permeabilität
$K_z$	-	Kozeny-Konstante (Korrekturfaktor der Porenform &-struktur)
$\kappa$	$m^3 \text{ m}^{-3}$	Konzentrationskonstante (Filtratvolumen/Kuchenvolumen am Filtrationsende)
$m_{kf}$	g	Feuchte Kuchenmasse
$m_{kt}$	g	Trockene Kuchenmasse
n	$\text{min}^{-1}$	Drehzahl
n.b.	-	nicht bekannt

## Anhang

---

$n_p$	-	Porenzahl
$\eta$	Pa s	dynamische Viskosität
$\Delta p$	Pa	Druckdifferenz
$\Delta p_k$	Pa	Druckdifferenz über den Filterkuchen
$\Delta p_t$	Pa	Druckdifferenz über das Filtermedium
$\dot{Q}$	kg m <sup>-2</sup> h <sup>-1</sup>	Durchsatz
$\dot{Q}_{Fz}$	kg m <sup>-2</sup> h <sup>-1</sup>	Durchsatz Formzone
PGV	-	Partikelgrößenverteilung
RF	Gew.%	Restfeuchte
$R_k$	m <sup>-1</sup>	Kuchenwiderstand
$R_t$	m <sup>-1</sup>	Filtermittelwiderstand
$\rho_l$	kg m <sup>-3</sup>	Flüssigkeitsdichte
$\rho_k$	kg m <sup>-3</sup>	Filterkuchendichte
$\rho_s$	kg m <sup>-3</sup>	Feststoffdichte
$S_V$	m <sup>-1</sup>	volumenspezifische Oberfläche des Partikelkollektivs
$\sigma$	N m <sup>-1</sup>	Oberflächenspannung
$\sigma_l$	N m <sup>-1</sup>	Oberflächenspannung der Flüssigkeit
$\sigma_s$	N m <sup>-1</sup>	Oberflächenspannung des Feststoffes
t	s	Zeit
$\Theta_r$	°	Rückschreitender Kontaktwinkel
$\dot{V}$	m <sup>3</sup> h <sup>-1</sup>	Filtratvolumenstrom
V	m <sup>3</sup>	Filtratvolumen
$V_e$	m <sup>3</sup>	Filtratvolumen am Filtrationsende
$V_H$	m <sup>3</sup>	Hohlraumvolumen
$V_S$	m <sup>3</sup>	Feststoffvolumen
$v_f$	m s <sup>-1</sup>	Geschwindigkeit
w	kg	Probenmenge
W	kg(DS) m <sup>-2</sup>	Filterkuchenmasse
$\gamma_{sl}$	N m <sup>-1</sup>	Grenzflächenspannung Feststoff/Flüssigkeit
$\zeta$	mV	Zeta-Potential

## ANHANG

### 1. Umrechnung der Messdaten in Filterkuchenmasse bzw. Durchsatz

Aus den Ergebnissen der Versuche mit der Laboranlage werden der Durchsatz, die Drehzahl, die Filterkuchenmasse, die Restfeuchte und die Dichte des Filterkuchens für eine Großanlage umgerechnet. Aus der FILTRATEST Auswertungssoftware erhält man die Größen  $\alpha_1$ ,  $\alpha_2$ ,  $\Delta p$ ,  $h$ ,  $t$ ,  $m_{kf}$ ,  $m_{kt}$ ,  $m_b$ . Für die Berechnung werden folgende Formeln verwendet:

*Restfeuchte*

$$RF = \left( 1 - \frac{m_{kt} [g]}{m_{kf} [g]} \right) * 100 = [Gew. \%]$$

*Trockensubstanz*  
*DS*

$$DS = \left( \frac{m_{kt} [g]}{m_{kf} [g]} \right) * 100 = [Gew. \%]$$

*Drehzahl*

$$n = \frac{60 \left[ \frac{s}{min} \right] * \alpha_1 [^\circ]}{t [s] * 360 [^\circ]} = \left[ \frac{1}{min} \right]$$

*Durchsatz*

$$\begin{aligned} \dot{Q} &= n \left[ \frac{1}{min} \right] * 60 \left[ \frac{min}{h} \right] * \frac{m_{kf} [g]}{A [m^2]} * 10^{-3} \left[ \frac{kg}{g} \right] \\ &= \left[ \frac{kg}{m^2 h} \right] \end{aligned}$$

*Durchsatz-*  
*Formzone*

$$\dot{Q}_{Fz} = \dot{Q} \left[ \frac{kg}{m^2 h} \right] * \frac{360 [^\circ]}{\alpha_1 [^\circ]} = \left[ \frac{kg}{m^2 h} \right]$$

*Filterkuchenmasse*

$$W = \dot{Q}_{Fz} \left[ \frac{kg}{m^2 h} \right] * t[s] * \frac{1}{3600} \left[ \frac{h}{s} \right] * DS [Gew. \%]$$
$$= \left[ \frac{kg(DS)}{m^2} \right]$$

*Filterkuchendichte*

$$\rho_k = \frac{W \left[ \frac{kg(DS)}{m^2} \right]}{h [m]} \left[ \frac{kg(DS)}{m^3} \right]$$

## 2. Darstellung der Ergebnisse - Durchsatz $\dot{Q}$ über $\sqrt{n}$

### 2.1. Probe A – Jindal Kohle

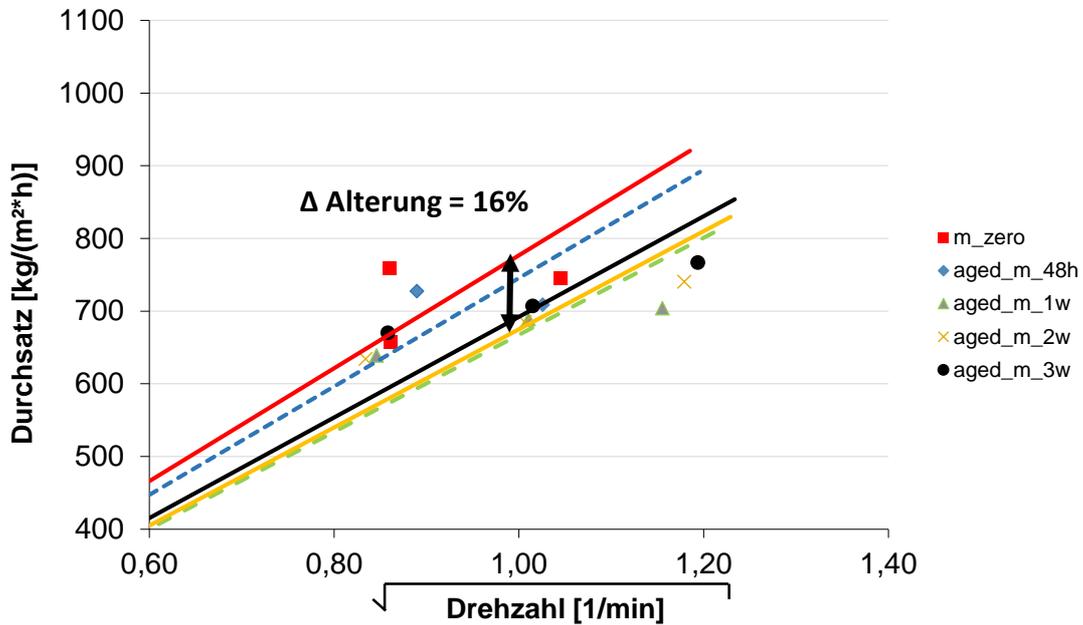


Abbildung 41: Alterung - Kohle A mit deionisiertem Wasser ( $Q - n^{1/2}$ )

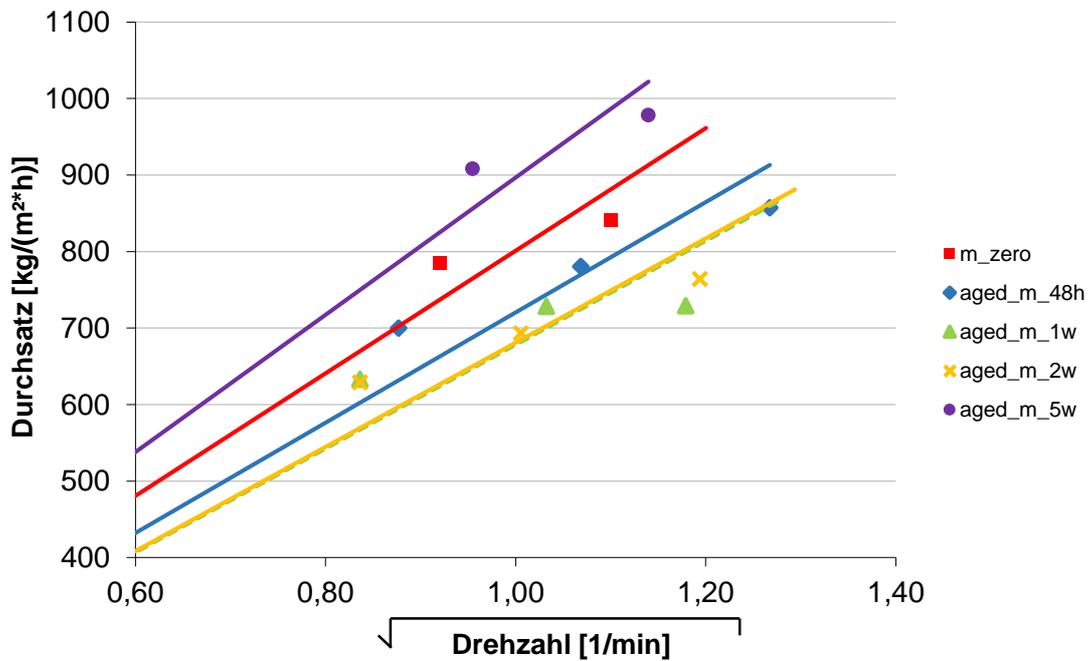


Abbildung 42: Alterung - Kohle A mit Leitungswasser ( $Q - n^{1/2}$ )

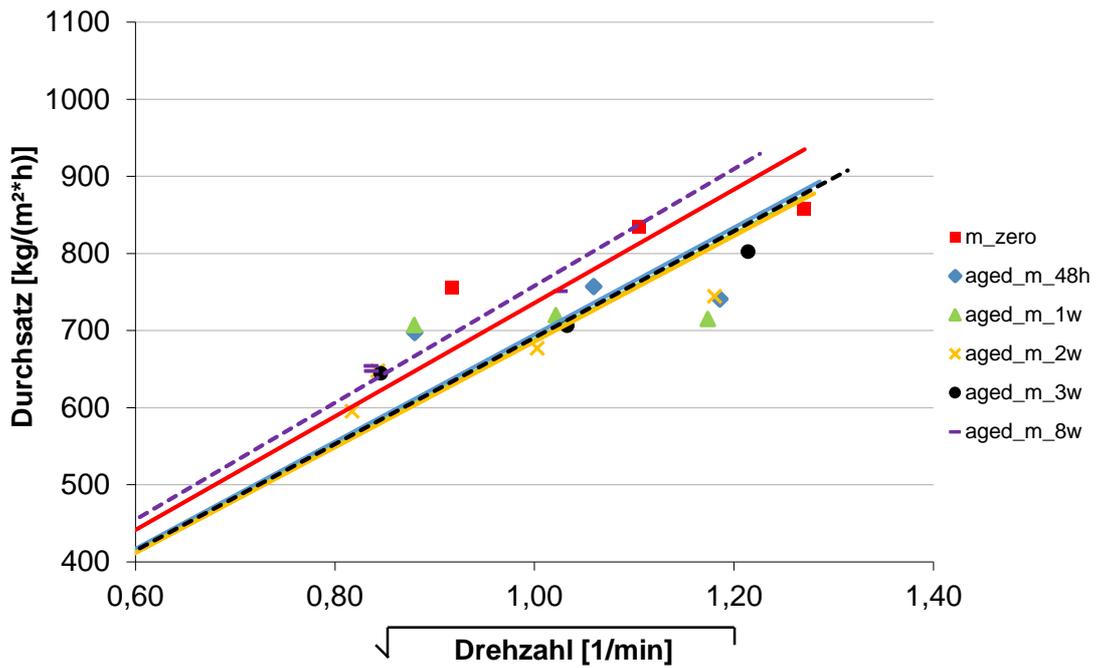


Abbildung 43: Alterung - Kohle A mit pH-Wert 8 ( $Q - n^{1/2}$ )

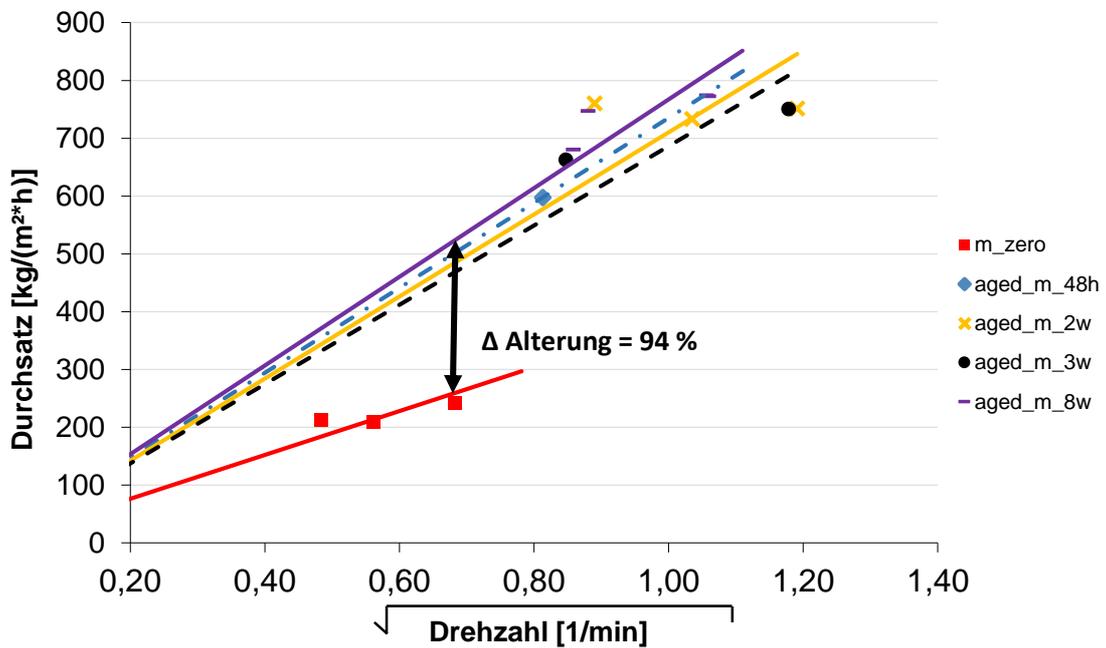


Abbildung 44: Alterung - Kohle A mit nichtionischer Seife ( $Q - n^{1/2}$ )

## 2.2. Regeneration mit Tensiden (A1.1 & A1.2)

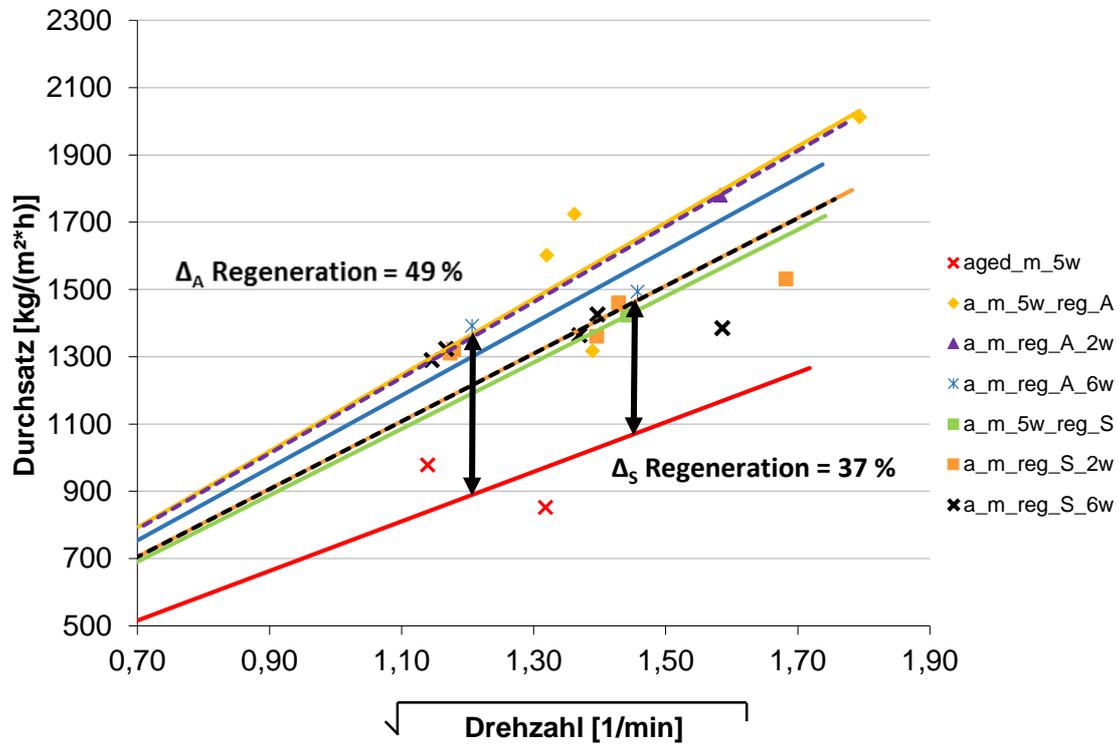


Abbildung 45: Alterung - Kohle A Regerationsversuche ( $Q - n^{1/2}$ )

## 2.3. Probe B – CSM Kohle

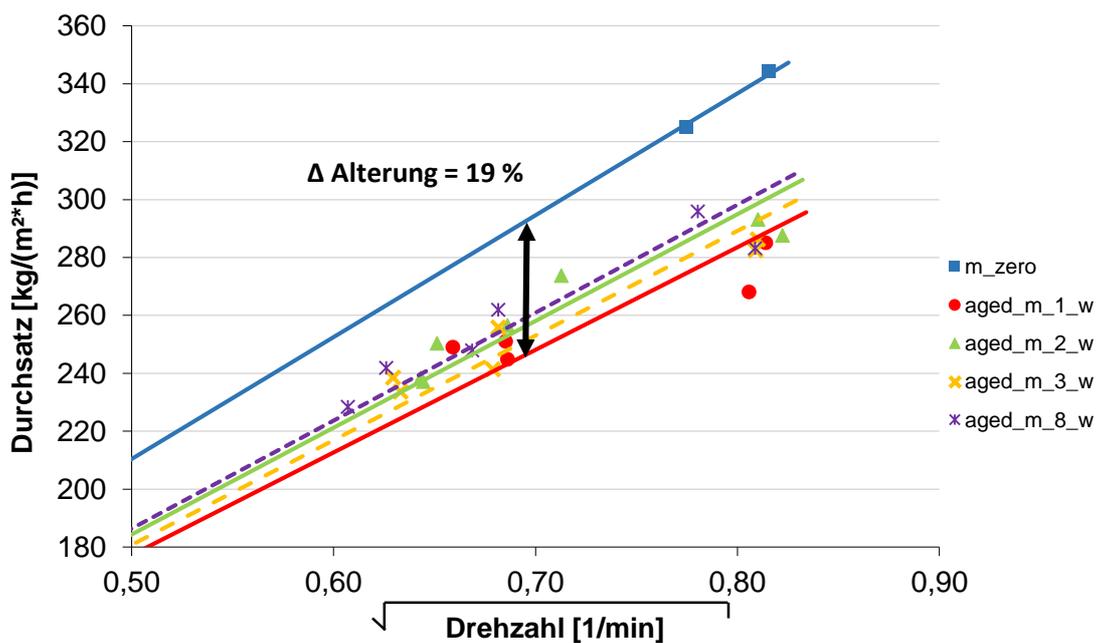


Abbildung 46: Alterung - Kohle B (Serie B1) - ( $Q - n^{1/2}$ )

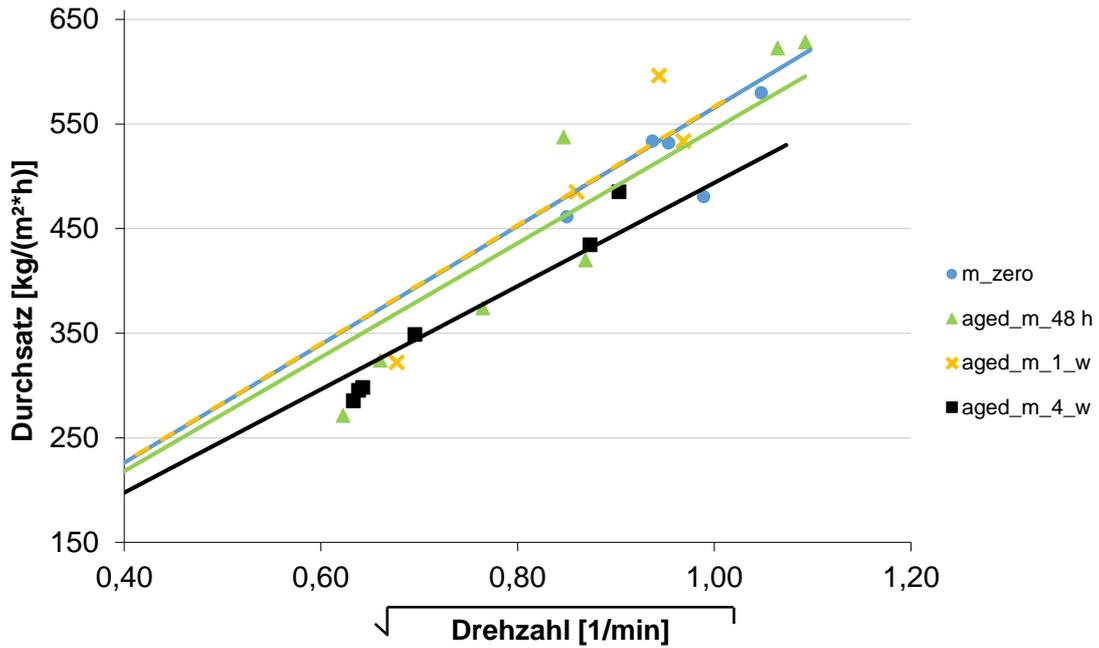


Abbildung 47: Alterung - Kohle B (Serie B2) - ( $Q - n^{1/2}$ )

## 2.4. Probe C – RAG Kohle

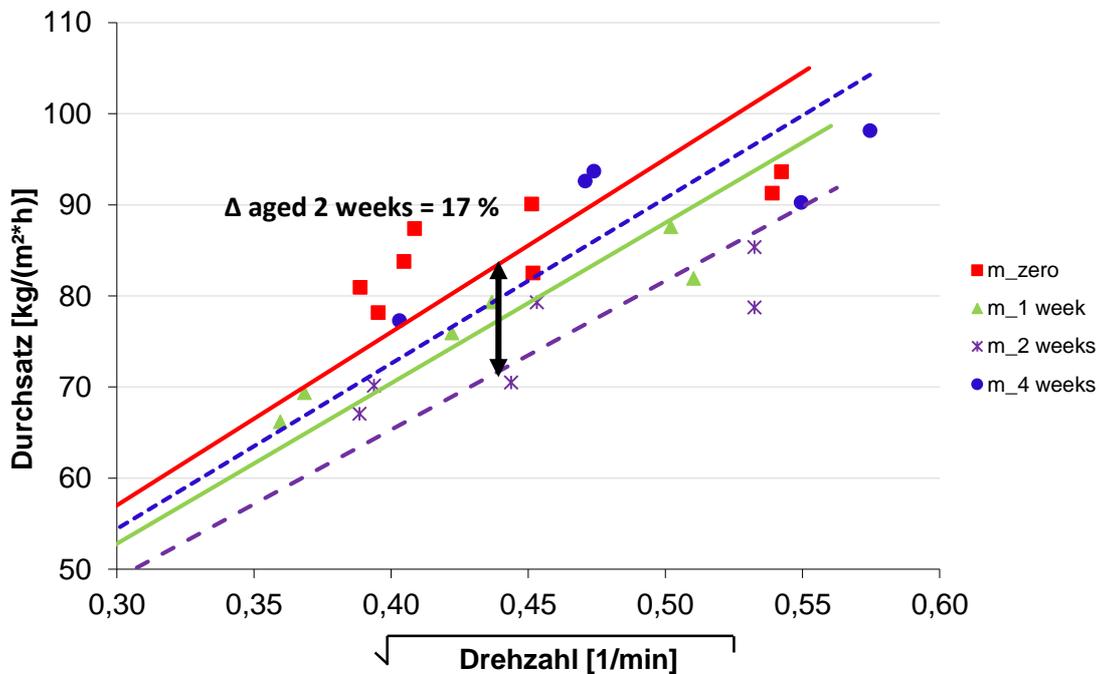


Abbildung 48: Alterung - Kohle C (Serie C1) - ( $Q - n^{1/2}$ )

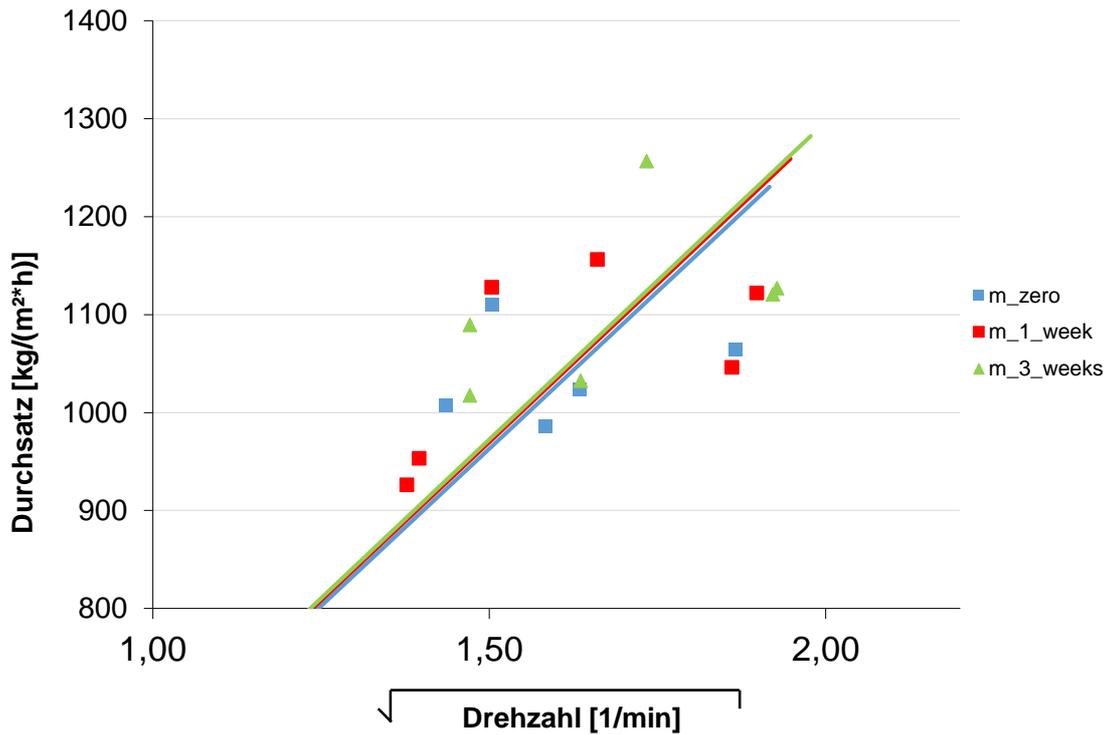


Abbildung 49: Alterung - Kohle C (grobkörniges Material) - ( $Q - n^{1/2}$ )

## 2.5. Regenerationsversuche

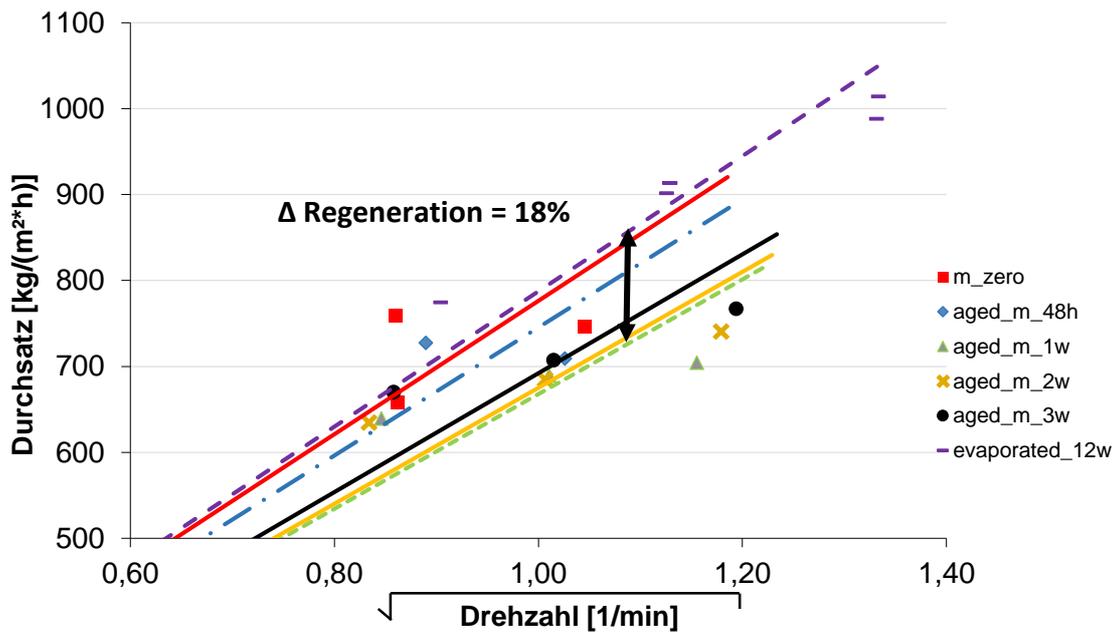


Abbildung 50: Regeneration Kohle A (Filterkuchen) - ( $Q - n^{1/2}$ )

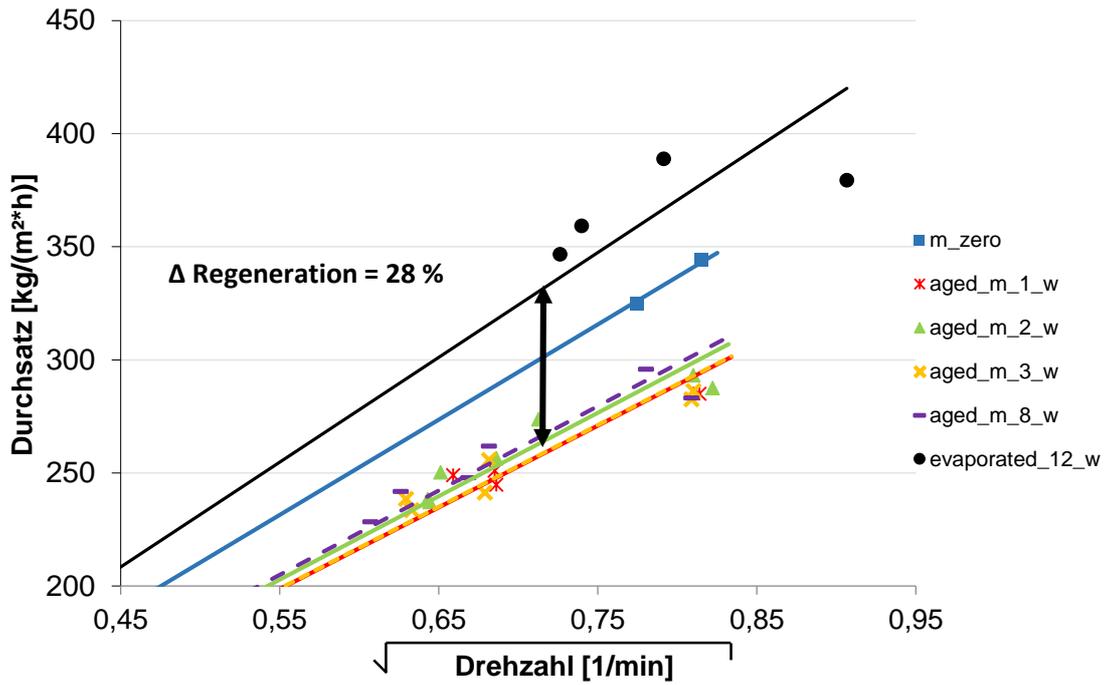


Abbildung 51: Regeneration Kohle B (Filterkuchen) - ( $Q - n^{1/2}$ )

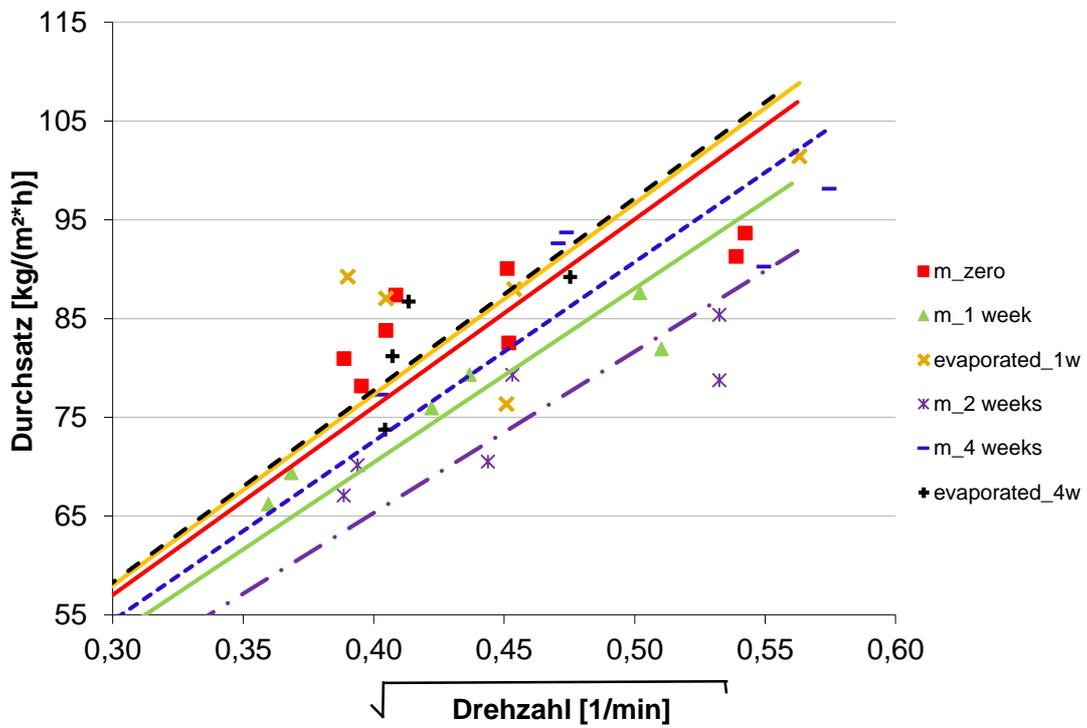


Abbildung 52: Regeneration Kohle C (Filterkuchen) - ( $Q - n^{1/2}$ )

### 3. Partikelgrößenanalyse

#### 3.1. CSM Kohle (selbst gemahlen) HELOS Analyse



Sympatec GmbH  
System-Partikel-Technik

HELOS-Partikelgrößenanalyse  
WINDOX 5

**HELOS (H2395) & RODOS, R5: 0.5/4.5...875µm**  
**Kohle**

**2014-03-05,**

$x_{10} = 222,69 \pm 3,37 \mu\text{m}$

$x_{50} = 382,68 \pm 8,44 \mu\text{m}$

$x_{90} = 657,97 \pm 41,62 \mu\text{m}$

$x_{16} = 257,91 \pm 3,28 \mu\text{m}$

$x_{84} = 581,38 \pm 35,78 \mu\text{m}$

$x_{99} = 848,25 \pm 8,06 \mu\text{m}$

VMD= 405,86 µm

SMD= 91,64

$C_{opt} = 6,86 \pm 4,29 \% [62,55 \%]$

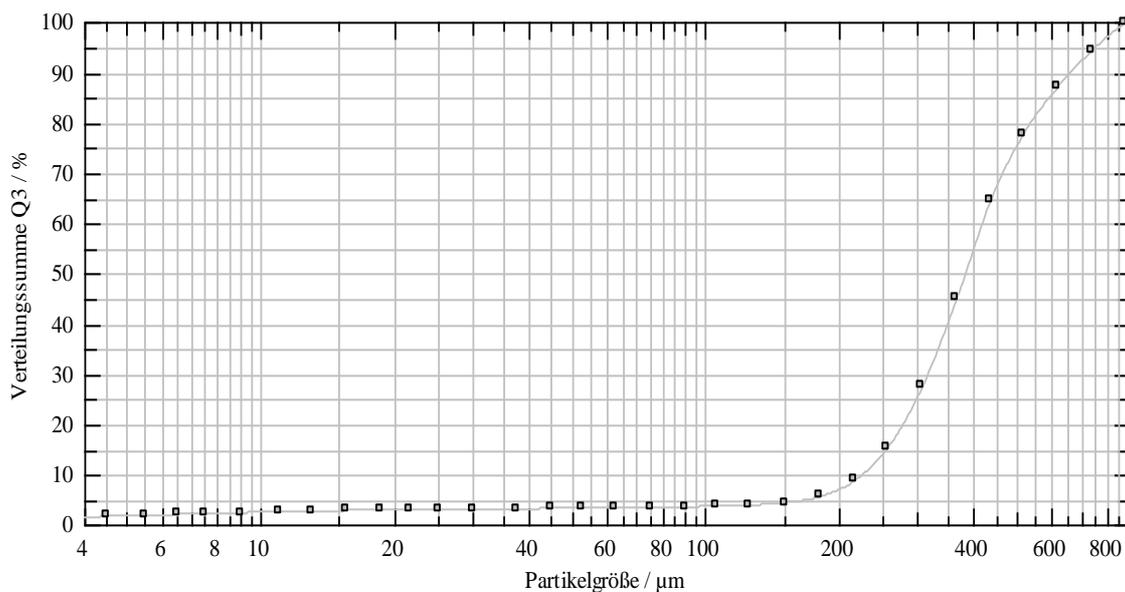
RRSB d' = 457,37

RRSB n = 1,60

#### Benutzerparameter:

Produkt: Kohle  
Auswertung: FREE (5.6.0.0)  
Trigger: Standard\_Trocken\_tolera..  
Disp.Meth.: Standard\_Trocken\_1bar

Benutzer: Piller -> Pöcheim Tobias  
Probe: CSM <500µm  
Nummer: 2,00  
Nummer:



#### Verteilungssumme mit Standardabweichung

$x_0/\mu\text{m}$	$Q_3/\%$	$SQ_3/\%abs$	$x_0/\mu\text{m}$	$Q_3/\%$	$SQ_3/\%abs$	$x_0/\mu\text{m}$	$Q_3/\%$	$SQ_3/\%abs$
4,50	1,63	0,04	37,50	3,14	0,10	305,00	27,49	1,22
5,50	1,84	0,04	45,00	3,20	0,11	365,00	45,16	2,00
6,50	2,02	0,05	52,50	3,26	0,11	435,00	64,67	3,13
7,50	2,17	0,05	62,50	3,33	0,12	515,00	77,76	3,61
9,00	2,35	0,06	75,00	3,42	0,13	615,00	87,09	3,18
11,00	2,53	0,07	90,00	3,53	0,15	735,00	94,39	1,89
13,00	2,67	0,07	105,00	3,65	0,17	875,00	100,00	0,00
15,50	2,79	0,08	125,00	3,86	0,19			
18,50	2,89	0,08	150,00	4,34	0,24			
21,50	2,96	0,08	180,00	5,60	0,33			
25,00	3,01	0,09	215,00	8,75	0,50			
30,00	3,07	0,09	255,00	15,31	0,76			

gemittelt wurde über die folgenden Messungen:

Datum, Uhrzeit und Gerät	Benutzer	Probe
2014-03-05 11:30:38.9840 3047 H	Piller -> Pöcheim Tobias	CSM <500µm
2014-03-05 11:30:06.8280 3047 H	Piller -> Pöcheim Tobias	CSM <500µm
2014-03-05 11:29:30.3430 3047 H	Piller -> Pöcheim Tobias	CSM <500µm



Sympatec GmbH  
System-Partikel-Technik

HELOS-Partikelgrößenanalyse  
WINDOX 5

HELOS (H2395) & RODOS, R2+R5  
Kohle

2014-03-05,

x<sub>10</sub> = 4,07 +/- 0,02 µm  
x<sub>16</sub> = 6,92 +/- 0,04 µm  
VMD= 79,26 µm  
RRSB d' = 75,92

x<sub>50</sub> = 46,67 +/- 0,30 µm  
x<sub>84</sub> = 169,54 +/- 1,09 µm  
SMD= 9,19  
RRSB n = 0,74

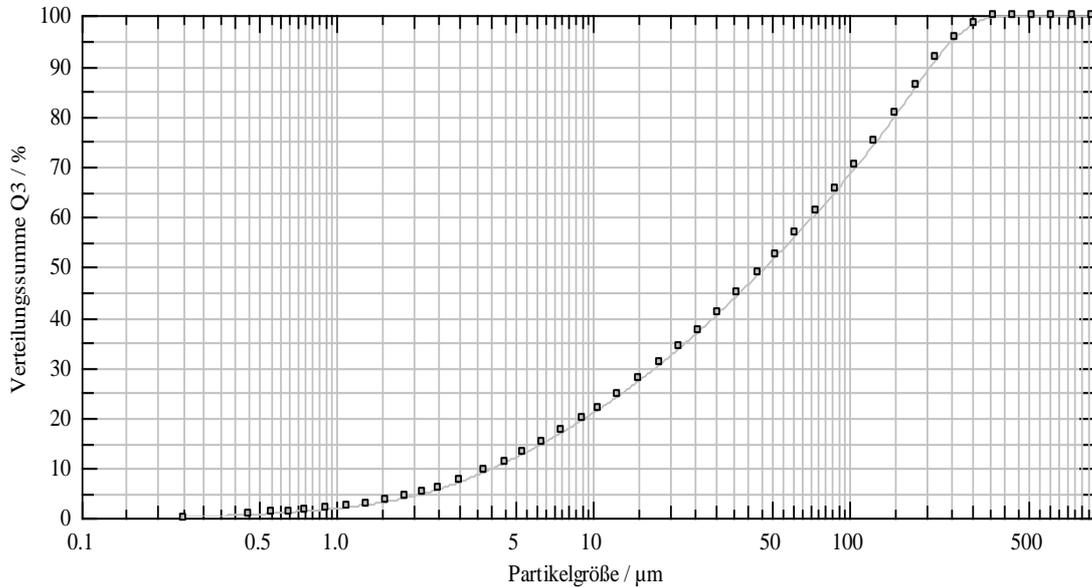
x<sub>90</sub> = 206,43 +/- 2,23 µm  
x<sub>99</sub> = 329,63 +/- 11,21 µm  
C<sub>opt</sub> = 8,60 +/- 0,78 % [9,09 %]

**Konditionen:**

Produkt: Kohle  
Auswertung: FREE (5.6.0.0)  
Trigger: Standard\_Trocken\_tolera..  
Disp.Meth.: Standard\_Trocken\_1bar

**Benutzerparameter:**

Benutzer: Piller -> Pöcheim Tobias  
Probe: CSM <250µm  
Nummer: 2,00  
Nummer:



**Verteilungssumme mit Standardabweichung**

x <sub>0</sub> /µm	Q <sub>3</sub> /%	SQ <sub>3</sub> /%abs	x <sub>0</sub> /µm	Q <sub>3</sub> /%	SQ <sub>3</sub> /%abs	x <sub>0</sub> /µm	Q <sub>3</sub> /%	SQ <sub>3</sub> /%abs
0,45	0,62	0,01	7,50	17,08	0,09	125,00	74,82	0,02
0,55	0,88	0,01	9,00	19,58	0,10	150,00	80,29	0,13
0,65	1,12	0,01	10,50	21,79	0,11	180,00	85,99	0,26
0,75	1,35	0,02	12,50	24,45	0,12	215,00	91,31	0,37
0,90	1,68	0,02	15,00	27,40	0,13	255,00	95,53	0,45
1,10	2,13	0,03	18,00	30,56	0,13	305,00	98,38	0,38
1,30	2,59	0,03	21,50	33,84	0,14	365,00	99,79	0,02
1,55	3,20	0,04	25,50	37,16	0,15	435,00	100,00	0,00
1,85	3,97	0,04	30,50	40,82	0,15	515,00	100,00	0,00
2,15	4,80	0,05	36,50	44,63	0,15	615,00	100,00	0,00
2,50	5,79	0,05	43,50	48,48	0,15	735,00	100,00	0,00
3,00	7,20	0,06	51,50	52,31	0,14	875,00	100,00	0,00
3,75	9,23	0,06	61,50	56,47	0,13			
4,50	11,06	0,06	73,50	60,79	0,11			
5,25	12,72	0,07	87,50	65,16	0,08			
6,25	14,76	0,08	105,00	69,95	0,05			

gemittelt wurde über die folgenden Messungen:

Datum, Uhrzeit und Gerät	Benutzer	Probe
2014-03-05 11:26:52.5000 3047 H	Piller -> Pöcheim Tobias	CSM <250µm
2014-03-05 11:26:48.9840 3047 H	Piller -> Pöcheim Tobias	CSM <250µm
2014-03-05 11:20:02.2030 3047 H	Piller -> Pöcheim Tobias	CSM <250µm

3.2. CSM Kohle (selbst gemahlen) QUICKPIC Analyse



Sympatec GmbH  
System-Partikel-Technik

QUICKPIC-Partikelgrößenanalyse  
WINDOX 5

**QUICKPIC (QP0112) & RODOS, 0.50 63.0 mm - M6 (5...1705µm)**

**Kohle**

**2014-03-05, 09:2:.....**

x10 = 601,05 +/- 8,08 µm  
x16 = 649,26 +/- 9,07 µm  
VMD = 851,63 µm +/- 7,52 µm  
SMD = 770,35 µm +/- 9,79 µm  
Partikelanzahl = 17192,67

x50 = 825,51 +/- 11,74 µm  
x84 = 1083,65 +/- 12,95 µm  
RRSB d' = 913,26 µm

x90 = 1146,67 +/- 29,19 µm  
x99 = 1372,28 +/- 9,57 µm  
C<sub>opt</sub> = 0,08 +/- 0,02 % [22,84 %]  
RRSB n = 4,28

x<sub>90</sub>/x<sub>10</sub> = 1,91

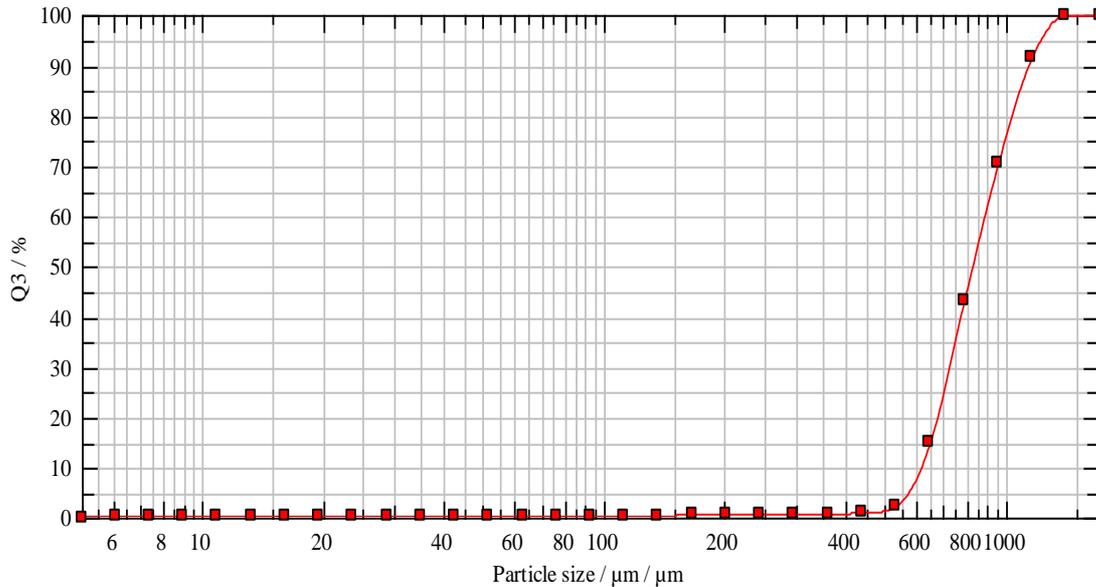
Monosized < 1,02  
Ultra narrow 1,02 - 1,05  
Narrow 1,05 - 1,5  
Medium 1,5 - 4  
Broad 4 - 10  
Very broad > 10

**Konditionen:**

Produkt: Kohle  
Auswertung: EQPC (5.6.0.0)  
Trigger: Standard400Hz\_Trocken\_Neu  
Disp.Meth.: Standard\_Trocken

**Benutzerparameter:**

Benutzer: Michael Piller -> Pöcheim Tobias  
Probenbezeichnung: CSM\_gemahlen <1000µm  
#Messung: 2,00  
Förderhöhe:



**Verteilungssumme mit Standardabweichung**

x3/µm	Q3/%	SQ3/%abs	x0/µm	Q3/%	SQ3/%abs	x0/µm	Q3/%	SQ3/%abs
5,00	0,00	0,00	51,53	0,07	0,01	531,10	2,26	0,37
6,07	0,00	0,00	62,59	0,12	0,01	645,06	14,99	1,58
7,38	0,00	0,00	76,02	0,18	0,02	783,47	43,17	1,96
8,96	0,00	0,00	92,33	0,24	0,03	951,59	70,42	1,77
10,88	0,00	0,00	112,14	0,30	0,03	1155,78	91,62	2,55
13,22	0,00	0,00	136,21	0,37	0,04	1403,78	100,00	0,00
16,05	0,00	0,00	165,43	0,43	0,05	1705,00	100,00	0,00
19,50	0,01	0,00	200,93	0,48	0,05	1826,94	100,00	0,00
23,68	0,01	0,00	244,05	0,56	0,07			
28,76	0,02	0,00	296,41	0,64	0,06			
34,93	0,03	0,00	360,02	0,74	0,03			
42,43	0,04	0,00	437,27	0,86	0,08			



Sympatec GmbH  
System-Partikel-Technik

QICPIC-Partikelgrößenanalyse  
WINDOX 5

**QICPIC (QP0112) & RODOS, 0.50 63.0 mm - M6 (5...1705µm)**

**Kohle**

**2014-03-05, 09:....**

x10 = 309,48 +/- 0,36 µm  
x16 = 330,37 +/- 1,41 µm  
VMD = 442,49 µm +/- 2,25 µm  
SMD = 399,55 µm +/- 1,69 µm  
Partikelanzahl = 41820,33

x50 = 433,99 +/- 1,38 µm  
x84 = 562,06 +/- 5,85 µm  
RRSB d' = 477,39 µm

x90 = 600,30 +/- 4,73 µm  
x99 = 734,47 +/- 14,30 µm  
C<sub>opt</sub> = 0,14 +/- 0,02 % [14,69 %]  
RRSB n = 4,42

x<sub>90</sub>/x<sub>10</sub> = 1,94

Monosized < 1,02  
Ultra narrow 1,02 - 1,05  
Narrow 1,05 - 1,5

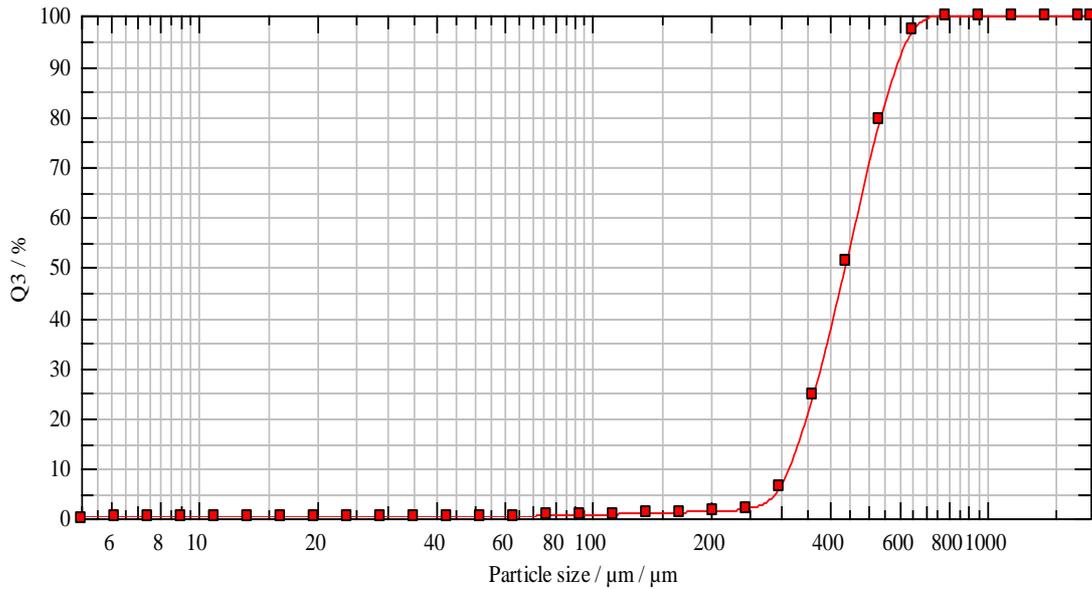
Medium 1,5 - 4  
Broad 4 - 10  
Very broad > 10

**Konditionen:**

Produkt: Kohle  
Auswertung: EQPC (5.6.0.0)  
Trigger: Standard400Hz\_Trocken\_Neu  
Disp.Meth.: Standard\_Trocken

**Benutzerparameter:**

Benutzer: Michael Piller -> Pöcheim Tobias  
Probenbezeichnung: CSM\_gemahlen <500µm  
#Messung: 2,00  
Förderhöhe:



**Verteilungssumme mit Standardabweichung**

x3/µm	Q3/%	SQ3/%abs	x0/µm	Q3/%	SQ3/%abs	x0/µm	Q3/%	SQ3/%abs
5,00	0,00	0,00	51,53	0,16	0,01	531,10	79,11	1,14
6,07	0,00	0,00	62,59	0,29	0,01	645,06	97,03	0,75
7,38	0,00	0,00	76,02	0,45	0,01	783,47	100,00	0,00
8,96	0,00	0,00	92,33	0,61	0,02	951,59	100,00	0,00
10,88	0,00	0,00	112,14	0,78	0,02	1155,78	100,00	0,00
13,22	0,00	0,00	136,21	0,96	0,03	1403,78	100,00	0,00
16,05	0,01	0,00	165,43	1,15	0,03	1705,00	100,00	0,00
19,50	0,01	0,00	200,93	1,39	0,04	1826,94	100,00	0,00
23,68	0,02	0,00	244,05	1,90	0,04			
28,76	0,04	0,00	296,41	6,24	0,09			
34,93	0,06	0,00	360,02	24,54	0,85			
42,43	0,09	0,00	437,27	51,14	0,51			



Sympatec GmbH  
System-Partikel-Technik

QICPIC-Partikelgrößenanalyse  
WINDOX 5

**QICPIC (QP0112) & RODOS, 0.50 63.0 mm - M6 (5...1705µm)**

**Kohle**

**2014-03-05, 09:4:.....**

x10 = 49,19 +/- 0,12 µm  
x16 = 57,80 +/- 0,04 µm  
VMD = 135,51 µm +/- 0,65 µm  
SMD = 87,32 µm +/- 0,12 µm  
Partikelanzahl = 5772514,33

x50 = 114,64 +/- 0,84 µm  
x84 = 227,90 +/- 1,00 µm  
RRSB d' = 149,73 µm

x90 = 258,10 +/- 1,11 µm  
x99 = 347,68 +/- 0,97 µm  
C<sub>opt</sub> = 0,30 +/- 0,03 % [11,44 %]  
RRSB n = 1,64

x90/x10 = 5,25

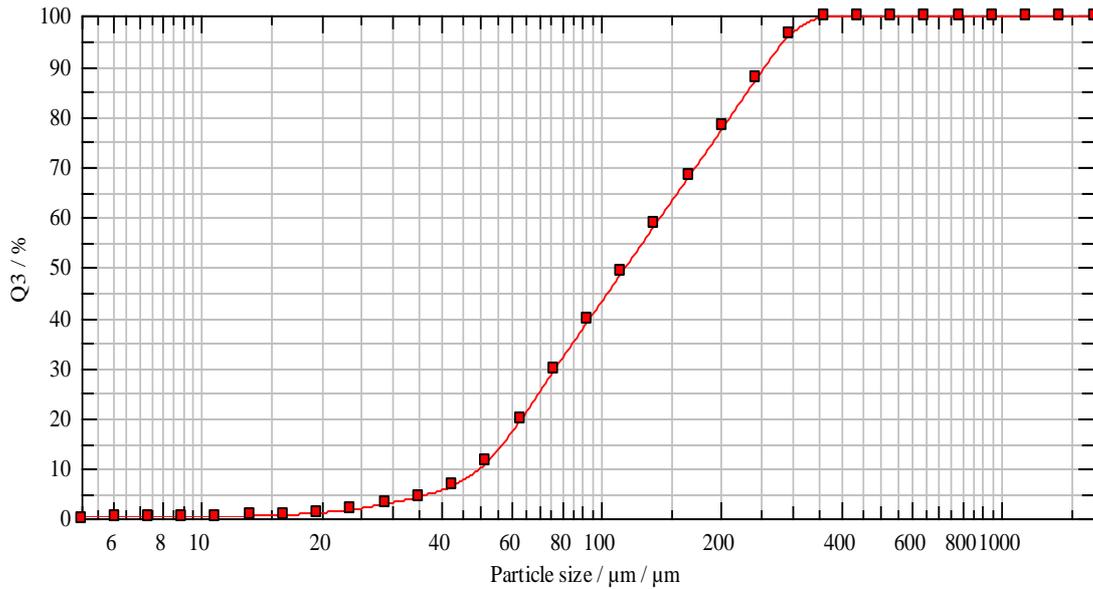
Monosized < 1,02  
Ultra narrow 1,02 - 1,05  
Narrow 1,05 - 1,5  
Medium 1,5 - 4  
Broad 4 - 10  
Very broad > 10

**Konditionen:**

Produkt: Kohle  
Auswertung: EQPC (5.6.0.0)  
Trigger: Standard400Hz\_Trocken\_Neu  
Disp.Meth.: Standard\_Trocken

**Benutzerparameter:**

Benutzer: Michael Piller -> Pöcheim Tobias  
Probenbezeichnung: CSM\_gemahlen <250µm  
#Messung: 2,00  
Förderhöhe:



**Verteilungssumme mit Standardabweichung**

x3/µm	Q3/%	SQ3/%abs	x0/µm	Q3/%	SQ3/%abs	x0/µm	Q3/%	SQ3/%abs
5,00	0,00	0,00	51,53	11,21	0,05	531,10	100,00	0,00
6,07	0,06	0,01	62,59	19,66	0,09	645,06	100,00	0,00
7,38	0,10	0,01	76,02	29,68	0,15	783,47	100,00	0,00
8,96	0,16	0,01	92,33	39,37	0,26	951,59	100,00	0,00
10,88	0,25	0,02	112,14	49,00	0,33	1155,78	100,00	0,00
13,22	0,41	0,03	136,21	58,64	0,40	1403,78	100,00	0,00
16,05	0,65	0,04	165,43	68,19	0,36	1705,00	100,00	0,00
19,50	1,04	0,05	200,93	77,84	0,32	1826,94	100,00	0,00
23,68	1,71	0,07	244,05	87,68	0,20			
28,76	2,85	0,08	296,41	96,32	0,26			
34,93	4,34	0,10	360,02	99,64	0,00			
42,43	6,51	0,10	437,27	99,99	0,02			

3.3. RAG Kohle (vor der Flotation) HELOS Analyse



Sympatec GmbH  
System-Partikel-Technik

HELOS-Partikelgrößenanalyse  
WINDOX 5

**HELOS (H2395) & SUCELL, R2+R5**  
**Kohle\_Diplomarbeit\_Pöcheim**

**2014-04-30,**

$x_{10} = 6,90 \pm 0,26 \mu\text{m}$

$x_{50} = 204,91 \pm 14,65 \mu\text{m}$

$x_{90} = 494,52 \pm 13,08 \mu\text{m}$

$x_{16} = 12,14 \pm 0,64 \mu\text{m}$

$x_{84} = 437,41 \pm 12,78 \mu\text{m}$

$x_{99} = 681,09 \pm 18,24 \mu\text{m}$

VMD= 223,15  $\mu\text{m}$

SMD= 18,79

$C_{opt} = 9,33 \pm 0,01 \% [0,08 \%]$

RRSB  $d' = 278,46$

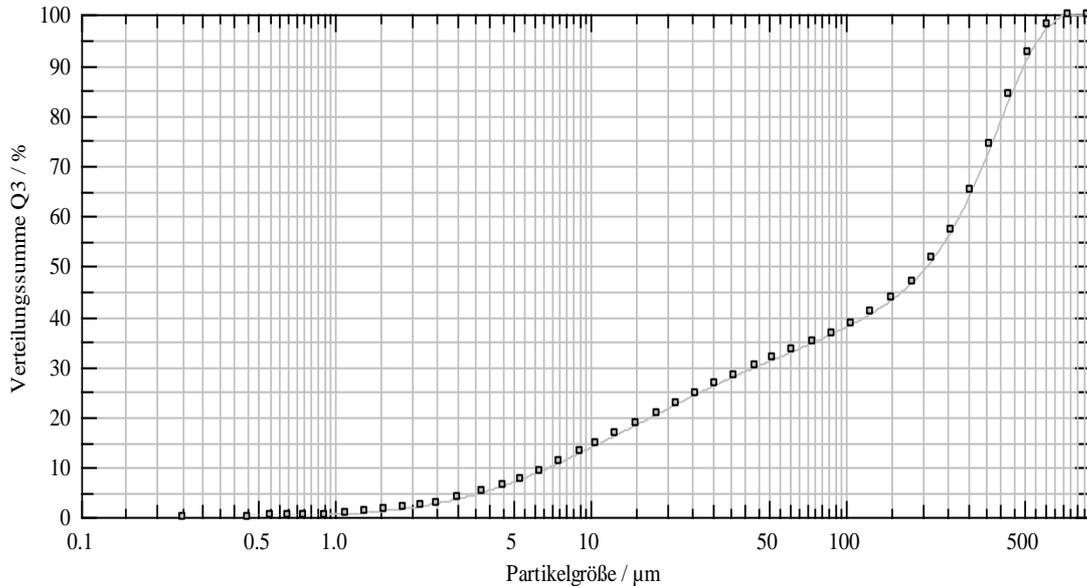
RRSB  $n = 0,60$

**Konditionen:**

Produkt: Kohle\_Diplomarbeit\_Pöch..  
Auswertung: FREE (5.6.0.0)  
Trigger: Standard\_Nass\_Triplett  
Disp.Meth.: Standard\_Nass

**Benutzerparameter:**

Benutzer: Piller  
Probe: Vor der Flot (3)  
Nummer: 2,00  
Nummer:



**Verteilungssumme mit Standardabweichung**

$x_0/\mu\text{m}$	Q3/%	SQ3/%abs	$x_0/\mu\text{m}$	Q3/%	SQ3/%abs	$x_0/\mu\text{m}$	Q3/%	SQ3/%abs
0,45	0,00	0,00	7,50	10,88	0,40	125,00	40,62	1,52
0,55	0,01	0,00	9,00	12,79	0,46	150,00	43,33	1,62
0,65	0,10	0,00	10,50	14,45	0,52	180,00	46,82	1,78
0,75	0,19	0,01	12,50	16,37	0,59	215,00	51,31	1,95
0,90	0,36	0,01	15,00	18,42	0,65	255,00	56,99	2,07
1,10	0,61	0,02	18,00	20,50	0,70	305,00	64,70	2,03
1,30	0,87	0,03	21,50	22,52	0,76	365,00	74,08	1,83
1,55	1,21	0,04	25,50	24,38	0,83	435,00	83,87	1,58
1,85	1,66	0,06	30,50	26,27	0,92	515,00	92,07	1,25
2,15	2,14	0,08	36,50	28,10	1,01	615,00	97,62	0,67
2,50	2,73	0,10	43,50	29,79	1,09	735,00	100,00	0,00
3,00	3,59	0,13	51,50	31,36	1,16	875,00	100,00	0,00
3,75	4,93	0,18	61,50	33,02	1,23			
4,50	6,24	0,23	73,50	34,72	1,31			
5,25	7,50	0,28	87,50	36,48	1,38			
6,25	9,08	0,33	105,00	38,47	1,45			

gemittelt wurde über die folgenden Messungen:

Datum, Uhrzeit und Gerät	Benutzer	Probe
2014-04-30 13:06:09.0000 3047 H	Piller	Vor der Flot (3)
2014-04-30 13:05:32.8280 3047 H	Piller	Vor der Flot (3)
2014-04-30 13:05:28.9060 3047 H	Piller	Vor der Flot (3)

3.4. RAG Kohle (original Suspension vor dem VSF) HELOS Analyse



Sympatec GmbH  
System-Partikel-Technik

HELOS-Partikelgrößenanalyse  
WINDOX 5

HELOS (H2395) & SUCELL, R2+R5  
Kohle\_Diplomarbeit\_Pöcheim

2014-04-30,

x<sub>10</sub> = 3,61 +/- 0,06 µm

x<sub>50</sub> = 21,75 +/- 0,73 µm

x<sub>90</sub> = 101,39 +/- 5,29 µm

x<sub>16</sub> = 5,18 +/- 0,09 µm

x<sub>84</sub> = 75,05 +/- 3,70 µm

x<sub>99</sub> = 229,16 +/- 24,76 µm

VMD= 39,71 µm

SMD= 8,06

C<sub>opt</sub> = 9,64 +/- 0,04 % [0,41 %]

RRSB d' = 35,03

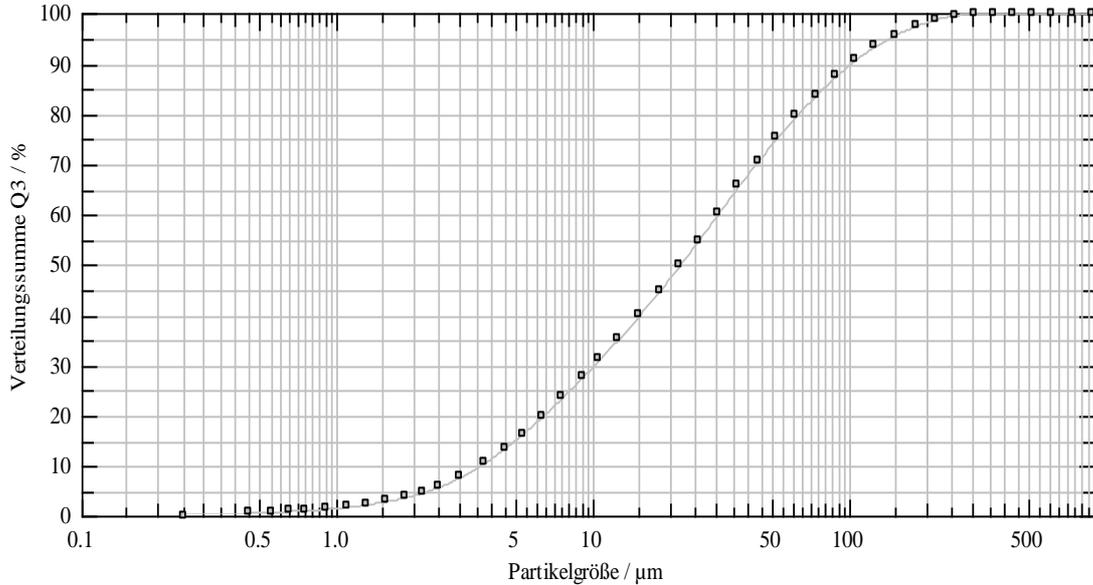
RRSB n = 0,86

**Konditionen:**

Produkt: Kohle\_Diplomarbeit\_Pöch..  
Auswertung: FREE (5.6.0.0)  
Trigger: Standard\_Nass\_Triplett  
Disp.Meth.: Standard\_Nass

**Benutzerparameter:**

Benutzer: Piller  
Probe: Org. Susp. vor VSF (1)  
Nummer: 2,00  
Nummer:



**Verteilungssumme mit Standardabweichung**

x <sub>0</sub> /µm	Q <sub>3</sub> /%	SQ <sub>3</sub> /abs	x <sub>0</sub> /µm	Q <sub>3</sub> /%	SQ <sub>3</sub> /abs	x <sub>0</sub> /µm	Q <sub>3</sub> /%	SQ <sub>3</sub> /abs
0,45	0,43	0,01	7,50	23,49	0,51	125,00	93,38	1,06
0,55	0,63	0,02	9,00	27,53	0,61	150,00	95,62	1,08
0,65	0,82	0,02	10,50	31,09	0,69	180,00	97,36	0,94
0,75	1,01	0,03	12,50	35,29	0,78	215,00	98,65	0,66
0,90	1,30	0,03	15,00	39,89	0,85	255,00	99,49	0,39
1,10	1,72	0,04	18,00	44,73	0,91	305,00	99,94	0,06
1,30	2,16	0,05	21,50	49,73	0,97	365,00	100,00	0,00
1,55	2,78	0,07	25,50	54,76	1,04	435,00	100,00	0,00
1,85	3,61	0,09	30,50	60,16	1,14	515,00	100,00	0,00
2,15	4,55	0,11	36,50	65,50	1,22	615,00	100,00	0,00
2,50	5,75	0,13	43,50	70,48	1,26	735,00	100,00	0,00
3,00	7,61	0,17	51,50	75,01	1,25	875,00	100,00	0,00
3,75	10,54	0,23	61,50	79,50	1,18			
4,50	13,46	0,29	73,50	83,65	1,09			
5,25	16,25	0,35	87,50	87,32	1,02			
6,25	19,67	0,42	105,00	90,71	1,01			

gemittelt wurde über die folgenden Messungen:

Datum, Uhrzeit und Gerät	Benutzer	Probe
2014-04-30 12:54:16.0930 3047 H	Piller	Org. Susp. vor VSF (1)
2014-04-30 12:54:12.3750 3047 H	Piller	Org. Susp. vor VSF (1)
2014-04-30 12:54:08.5310 3047 H	Piller	Org. Susp. vor VSF (1)

3.5. RAG Kohle (vor Ort resuspendierter FK) HELOS Analyse



Sympatec GmbH  
System-Partikel-Technik

HELOS-Partikelgrößenanalyse  
WINDOX 5

**HELOS (H2395) & SUCELL, R2+R5**  
**Kohle\_Diplomarbeit\_Pöcheim**

**2014-04-30,**

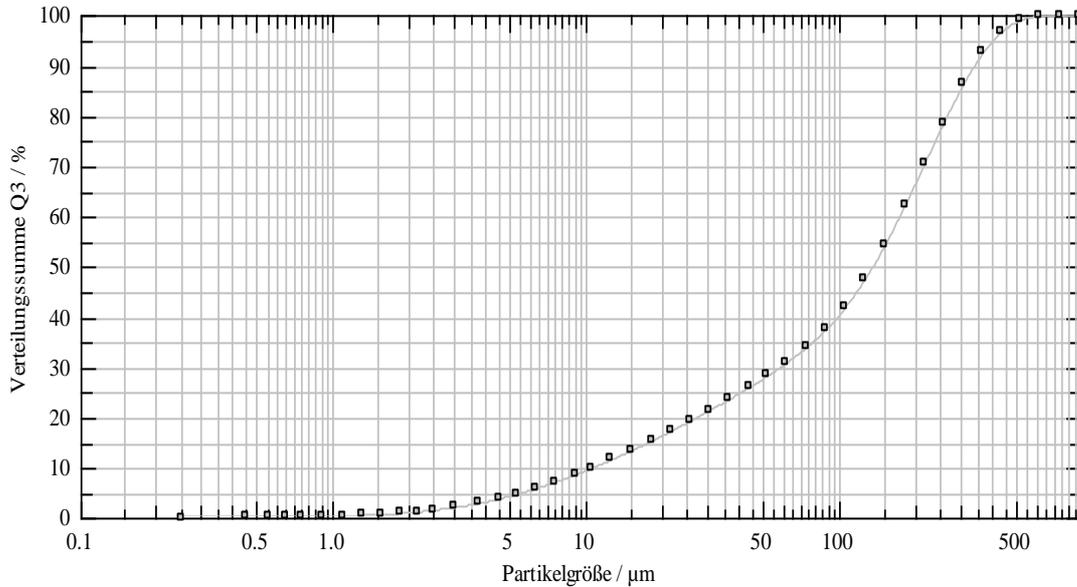
$x_{10} = 10,62 \pm 0,29 \mu\text{m}$        $x_{50} = 134,16 \pm 5,10 \mu\text{m}$        $x_{90} = 341,08 \pm 8,72 \mu\text{m}$   
 $x_{16} = 19,32 \pm 0,89 \mu\text{m}$        $x_{84} = 290,67 \pm 7,20 \mu\text{m}$        $x_{99} = 523,46 \pm 15,20 \mu\text{m}$   
VMD= 156,37  $\mu\text{m}$       SMD= 25,47       $C_{opt} = 11,14 \pm 0,13 \%$  [1,17 %]  
RRSB  $d' = 175,76$       RRSB  $n = 0,88$

**Konditionen:**

Produkt: Kohle\_Diplomarbeit\_Pöch..  
Auswertung: FREE (5.6.0.0)  
Trigger: Standard\_Nass\_Triplett  
Disp.Meth.: Standard\_Nass

**Benutzerparameter:**

Benutzer: Piller  
Probe: Kohle Resusp. FK (2)  
Nummer: 2,00  
Nummer:



**Verteilungssumme mit Standardabweichung**

$x_0/\mu\text{m}$	$Q_3/\%$	$SQ_3/\%abs$	$x_0/\mu\text{m}$	$Q_3/\%$	$SQ_3/\%abs$	$x_0/\mu\text{m}$	$Q_3/\%$	$SQ_3/\%abs$
0,45	0,04	0,08	7,50	7,10	0,13	125,00	47,48	1,40
0,55	0,06	0,11	9,00	8,58	0,19	150,00	54,35	1,39
0,65	0,08	0,14	10,50	9,91	0,24	180,00	62,28	1,35
0,75	0,10	0,18	12,50	11,53	0,31	215,00	70,57	1,29
0,90	0,18	0,19	15,00	13,34	0,38	255,00	78,54	1,21
1,10	0,29	0,20	18,00	15,27	0,47	305,00	86,18	1,08
1,30	0,43	0,19	21,50	17,24	0,54	365,00	92,49	0,84
1,55	0,61	0,18	25,50	19,21	0,62	435,00	96,79	0,49
1,85	0,85	0,17	30,50	21,35	0,71	515,00	98,96	0,22
2,15	1,12	0,16	36,50	23,58	0,81	615,00	99,81	0,05
2,50	1,47	0,15	43,50	25,87	0,91	735,00	100,00	0,00
3,00	2,00	0,13	51,50	28,19	1,00	875,00	100,00	0,00
3,75	2,86	0,10	61,50	30,86	1,10			
4,50	3,75	0,08	73,50	33,91	1,20			
5,25	4,63	0,07	87,50	37,47	1,29			
6,25	5,76	0,09	105,00	42,05	1,36			

gemittelt wurde über die folgenden Messungen:

Datum, Uhrzeit und Gerät	Benutzer	Probe
2014-04-30 11:57:34.9840 3047 H	Piller	Kohle Resusp. FK (2)
2014-04-30 11:57:30.1250 3047 H	Piller	Kohle Resusp. FK (2)
2014-04-30 11:57:26.1560 3047 H	Piller	Kohle Resusp. FK (2)

3.6. RAG Kohle (selbst gemahlen) HELOS Analyse



Sympatec GmbH  
System-Partikel-Technik

HELOS-Partikelgrößenanalyse  
WINDOX 5

HELOS (H2395) & RODOS, R2+R5  
Kohle

2014-05-05,

x10 = 9,13 +/- 0,26 µm

x50 = 123,40 +/- 7,00 µm

x90 = 422,62 +/- 7,74 µm

x16 = 16,34 +/- 0,53 µm

x84 = 363,55 +/- 8,65 µm

x99 = 605,53 +/- 4,25 µm

VMD= 176,27 µm

SMD= 17,99

C<sub>opt</sub> = 2,55 +/- 0,91 % [35,55 %]

RRSB d' = 186,48

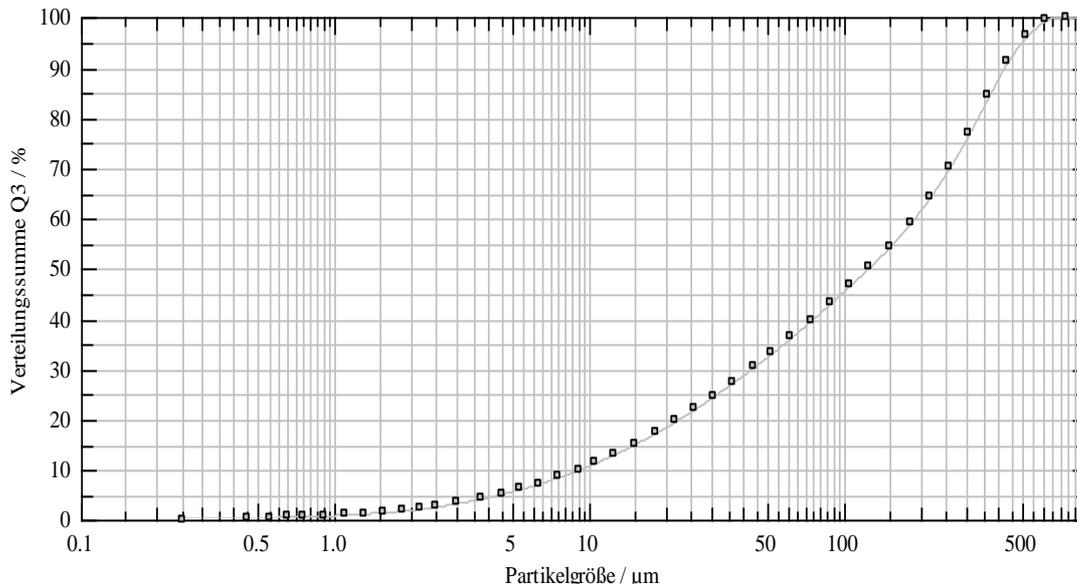
RRSB n = 0,74

**Konditionen:**

Produkt: Kohle  
Auswertung: FREE (5.6.0.0)  
Trigger: Standard\_Trocken\_tolera..  
Disp.Meth.: Standard\_Trocken\_1bar

**Benutzerparameter:**

Benutzer: Piller -> Pöcheim Tobias  
Probe: RAG gemahlen (gesamt)  
Nummer: 1,50  
Nummer:



**Verteilungssumme mit Standardabweichung**

x0/µm	Q3/%	SQ3/%abs	x0/µm	Q3/%	SQ3/%abs	x0/µm	Q3/%	SQ3/%abs
0,45	0,25	0,01	7,50	8,39	0,21	125,00	50,32	1,21
0,55	0,35	0,01	9,00	9,89	0,25	150,00	54,33	1,23
0,65	0,45	0,01	10,50	11,29	0,28	180,00	58,95	1,24
0,75	0,56	0,01	12,50	13,03	0,32	215,00	64,17	1,24
0,90	0,70	0,02	15,00	15,03	0,36	255,00	69,87	1,24
1,10	0,91	0,02	18,00	17,21	0,41	305,00	76,69	1,17
1,30	1,11	0,03	21,50	19,51	0,47	365,00	84,23	1,00
1,55	1,39	0,03	25,50	21,89	0,53	435,00	91,22	0,72
1,85	1,74	0,04	30,50	24,56	0,61	515,00	96,09	0,41
2,15	2,11	0,05	36,50	27,38	0,70	615,00	99,30	0,11
2,50	2,56	0,06	43,50	30,23	0,78	735,00	100,00	0,00
3,00	3,21	0,08	51,50	33,07	0,86	875,00	100,00	0,00
3,75	4,18	0,10	61,50	36,24	0,94			
4,50	5,09	0,13	73,50	39,62	1,02			
5,25	5,95	0,15	87,50	43,07	1,10			
6,25	7,06	0,17	105,00	46,75	1,17			

gemittelt wurde über die folgenden Messungen:

Datum, Uhrzeit und Gerät	Benutzer	Probe
2014-05-05 11:19:11.2960 3047 H	Piller -> Pöcheim Tobias	RAG gemahlen (gesamt)
2014-05-05 11:15:27.2340 3047 H	Piller -> Pöcheim Tobias	RAG gemahlen (gesamt)



Sympatec GmbH  
System-Partikel-Technik

HELOS-Partikelgrößenanalyse  
WINDOX 5

**HELOS (H2395) & RODOS, R2+R5  
Kohle**

2014-05-05,

$x_{10} = 6,72 \pm 0,08 \mu\text{m}$   
 $x_{16} = 11,37 \pm 0,13 \mu\text{m}$   
VMD= 87,37  $\mu\text{m}$   
RRSB  $d' = 90,59$

$x_{50} = 59,98 \pm 0,09 \mu\text{m}$   
 $x_{84} = 178,60 \pm 1,19 \mu\text{m}$   
SMD= 13,40  
RRSB  $n = 0,85$

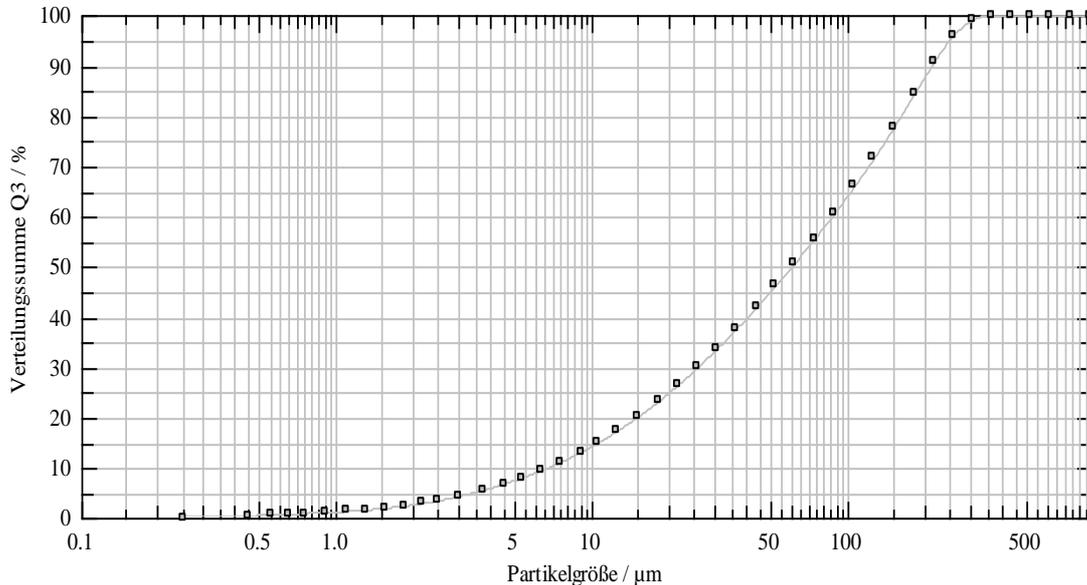
$x_{90} = 211,44 \pm 2,14 \mu\text{m}$   
 $x_{99} = 306,56 \pm 6,01 \mu\text{m}$   
 $C_{opt} = 4,48 \pm 0,14 \% [3,10 \%]$

**Konditionen:**

Produkt: Kohle  
Auswertung: FREE (5.6.0.0)  
Trigger: Standard\_Trocken\_tolera..  
Disp.Meth.: Standard\_Trocken\_1bar

**Benutzerparameter:**

Benutzer: Piller -> Pöcheim Tobias  
Probe: RAG <250 $\mu\text{m}$   
Nummer: 2,50  
Nummer:



**Verteilungssumme mit Standardabweichung**

$x_0/\mu\text{m}$	$Q_3/\%$	$SQ_3/\%abs$	$x_0/\mu\text{m}$	$Q_3/\%$	$SQ_3/\%abs$	$x_0/\mu\text{m}$	$Q_3/\%$	$SQ_3/\%abs$
0,45	0,35	0,01	7,50	11,09	0,12	125,00	71,47	0,12
0,55	0,50	0,00	9,00	13,09	0,14	150,00	77,71	0,05
0,65	0,64	0,00	10,50	14,97	0,16	180,00	84,31	0,27
0,75	0,78	0,00	12,50	17,33	0,16	215,00	90,65	0,40
0,90	0,98	0,00	15,00	20,08	0,15	255,00	95,82	0,35
1,10	1,24	0,01	18,00	23,13	0,13	305,00	99,04	0,18
1,30	1,51	0,01	21,50	26,41	0,11	365,00	99,90	0,04
1,55	1,87	0,02	25,50	29,82	0,09	435,00	100,00	0,00
1,85	2,33	0,02	30,50	33,64	0,08	515,00	100,00	0,00
2,15	2,81	0,03	36,50	37,69	0,08	615,00	100,00	0,00
2,50	3,40	0,04	43,50	41,88	0,08	735,00	100,00	0,00
3,00	4,26	0,04	51,50	46,08	0,07	875,00	100,00	0,00
3,75	5,52	0,05	61,50	50,70	0,04			
4,50	6,72	0,07	73,50	55,55	0,04			
5,25	7,87	0,08	87,50	60,50	0,14			
6,25	9,33	0,10	105,00	65,94	0,18			

gemittelt wurde über die folgenden Messungen:

Datum, Uhrzeit und Gerät	Benutzer	Probe
2014-05-05 11:01:26.2960 3047 H	Piller -> Pöcheim Tobias	RAG <250 $\mu\text{m}$
2014-05-05 11:01:22.5460 3047 H	Piller -> Pöcheim Tobias	RAG <250 $\mu\text{m}$



Sympatec GmbH  
System-Partikel-Technik

## HELOS-Partikelgrößenanalyse WINDOX 5

### HELOS (H2395) & RODOS, R5: 0.5/4.5...875µm

**Kohle**

**2014-05-05,**

$x_{10} = 241,72 \pm 3,40 \mu\text{m}$

$x_{50} = 415,94 \pm 8,89 \mu\text{m}$

$x_{90} = 733,43 \pm 17,77 \mu\text{m}$

$x_{16} = 274,25 \pm 3,54 \mu\text{m}$

$x_{84} = 664,64 \pm 22,39 \mu\text{m}$

$x_{99} = 860,60 \pm 2,18 \mu\text{m}$

VMD= 448,72 µm

SMD= 131,14

$C_{opt} = 1,69 \pm 0,30 \% [17,75 \%]$

RRSB d' = 506,20

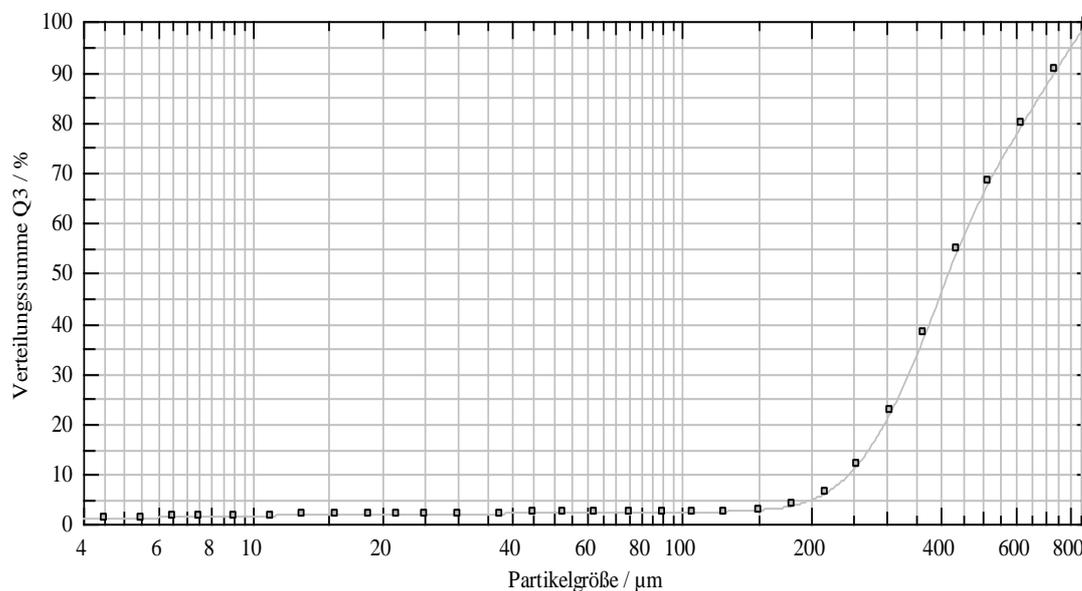
RRSB n = 1,89

#### Konditionen:

Produkt: Kohle  
Auswertung: FREE (5.6.0.0)  
Trigger: Standard\_Trocken\_tolera..  
Disp.Meth.: Standard\_Trocken\_1bar

#### Benutzerparameter:

Benutzer: Piller -> Pöcheim Tobias  
Probe: RAG <500µm  
Nummer: 1,00  
Nummer:



#### Verteilungssumme mit Standardabweichung

$x_0/\mu\text{m}$	$Q_3/\%$	$SQ_3/\%abs$	$x_0/\mu\text{m}$	$Q_3/\%$	$SQ_3/\%abs$	$x_0/\mu\text{m}$	$Q_3/\%$	$SQ_3/\%abs$
4,50	1,00	0,04	37,50	1,98	0,05	305,00	22,61	1,08
5,50	1,14	0,04	45,00	2,02	0,04	365,00	37,73	1,78
6,50	1,25	0,04	52,50	2,05	0,04	435,00	54,66	2,36
7,50	1,34	0,04	62,50	2,09	0,04	515,00	68,12	2,55
9,00	1,46	0,04	75,00	2,13	0,04	615,00	79,49	2,27
11,00	1,58	0,04	90,00	2,18	0,04	735,00	90,14	1,42
13,00	1,67	0,04	105,00	2,25	0,04	875,00	100,00	0,00
15,50	1,75	0,04	125,00	2,37	0,05			
18,50	1,82	0,04	150,00	2,69	0,07			
21,50	1,87	0,04	180,00	3,64	0,14			
25,00	1,90	0,04	215,00	6,22	0,29			
30,00	1,94	0,04	255,00	11,90	0,58			

gemittelt wurde über die folgenden Messungen:

Datum, Uhrzeit und Gerät	Benutzer	Probe
2014-05-05 11:06:58.0930 3047 H	Piller -> Pöcheim Tobias	RAG <500µm
2014-05-05 11:05:32.2500 3047 H	Piller -> Pöcheim Tobias	RAG <500µm
2014-05-05 11:04:01.2650 3047 H	Piller -> Pöcheim Tobias	RAG <500µm

## 4. Gesamtversuchsübersicht

Messung Nr.	Produkt	Datum	Versuchs Nr.	$\Delta p$	$\alpha_1$	$\alpha_2$	Kuchendicke	Restfeuchte	Drehzahl (n)	Luftverbrauch	Durchsatz Ges.	W	$n^{1/2}$	t form	t squ	rho cake [kg ds/m <sup>3</sup> ]	m susp [g]	Temperatur [°C]	Viskosität [mPas]	DS [%]	Aschegehalt [%]	rho solid [t/m <sup>3</sup> ]	rho susp [t/m <sup>3</sup> ]	
				[bar]	[°]	[°]	[mm]	[%]	[1/min]	[Nm <sup>3</sup> /m <sup>2</sup> *h]	[kg/m <sup>2</sup> *h]	[kg ds/m <sup>2</sup> ]		[s]										
A1	A1-1	m zero	04.02.2014	I0000410	1,0	72	118	19,3	28,4	0,85	45,7	785,1	15,4	0,9	14,2	3,8	799,5	60	18,0	1,0	48,8%	12,7%	1,40	1,16
	A1-2		04.02.2014	I0000411	1,0	72	118	14,2	29,8	1,21	50,6	841,6	11,6	1,1	9,9	3,1	815,7	45	18,0	1,0	48,8%	12,7%	1,40	1,16
	A1-3		04.02.2014	I0000412	1,0	72	118	11,0	31,6	1,43	48,0	736,7	8,6	1,2	8,4	2,9	783,2	35	18,0	1,0	48,8%	12,7%	1,40	1,16
	A1-4	aged 48 h	06.02.2014	I0000423	1,0	72	118	18,8	28,6	0,77	357,3	700,1	15,2	0,9	15,6	3,9	806,9	60	18,1	1,0	48,8%	12,7%	1,40	1,16
	A1-5		06.02.2014	I0000424	1,0	72	118	14,4	30,5	1,14	532,9	780,3	11,4	1,1	10,5	3,2	791,0	45	18,1	1,0	48,8%	12,7%	1,40	1,16
	A1-6		06.02.2014	I0000425	1,0	72	118	12,2	34,0	1,61	345,7	857,3	8,9	1,3	7,5	2,7	729,0	35	18,1	1,0	48,8%	12,7%	1,40	1,16
	A1-7	aged 1 w	12.02.2014	I0000454	1,0	72	118	18,9	29,2	0,70	0,0	633,0	15,1	0,8	17,2	4,1	798,3	60	21,5	1,0	48,8%	12,7%	1,40	1,16
	A1-8		12.02.2014	I0000455	1,0	72	118	14,0	31,2	1,07	0,0	728,2	11,4	1,0	11,3	3,4	813,5	45	21,5	1,0	48,8%	12,7%	1,40	1,16
	A1-9		12.02.2014	I0000456	1,0	72	118	10,2	31,6	1,39	0,0	729,1	8,7	1,2	8,6	2,9	856,8	35	21,5	1,0	48,8%	12,7%	1,40	1,16
	A1-10	aged 2 w	19.02.2014	I0000478	1,0	72	118	19,3	29,8	0,70	0,0	628,9	15,0	0,8	17,2	4,1	776,6	60	19,9	1,0	48,8%	12,7%	1,40	1,16
	A1-11		19.02.2014	I0000479	1,0	72	118	14,9	31,9	1,01	0,0	693,1	11,4	1,0	11,9	3,4	766,9	45	19,9	1,0	48,8%	12,7%	1,40	1,16
	A1-12		19.02.2014	I0000480	1,0	72	118	10,7	32,1	1,43	17,3	764,2	8,9	1,2	8,4	2,9	835,2	35	19,9	1,0	48,8%	12,7%	1,40	1,16
	A1-13	aged 5 w	10.03.2014	I0000564	1,0	72	118	20,5	29,0	0,91	34,2	908,2	16,6	1,0	13,2	3,6	810,4	60	20,9	1,0	48,8%	12,7%	1,40	1,16
	A1-14		10.03.2014	I0000565	1,0	72	118	10,2	28,4	1,74	25,9	851,7	8,2	1,3	6,9	2,6	801,4	30	20,9	1,0	48,8%	12,7%	1,40	1,16
	A1-15		10.03.2014	I0000566	1,0	72	118	15,3	29,1	1,30	36,0	978,5	12,6	1,1	9,2	3,0	823,4	45	20,9	1,0	48,8%	12,7%	1,40	1,16
	A1-16		10.03.2014	I0000567	1,0	72	118	12,7	31,0	1,95	39,2	1150,8	9,8	1,4	6,2	2,5	775,3	35	20,9	1,0	48,8%	12,7%	1,40	1,16
A1.1	A1.1-1	Reg SM zero	10.03.2014	I0000568	1,0	72	118	19,1	27,2	1,85	26,0	1723,9	15,5	1,4	6,5	2,5	811,0	60	20,9	1,0	48,8%	12,7%	1,40	1,16
	A1.1-2		10.03.2014	I0000569	1,0	72	118	18,8	26,0	1,74	49,3	1602,0	15,3	1,3	6,9	2,6	815,4	60	20,9	1,0	48,8%	12,7%	1,40	1,16
	A1.1-3		10.03.2014	I0000570	1,0	72	118	14,3	25,7	2,52	66,1	1773,0	11,7	1,6	4,8	2,2	819,7	45	20,9	1,0	48,8%	12,7%	1,40	1,16
	A1.1-4		10.03.2014	I0000571	1,0	72	118	14,0	26,0	1,93	76,8	1316,8	11,4	1,4	6,2	2,5	812,6	45	20,9	1,0	48,8%	12,7%	1,40	1,16
	A1.1-5		10.03.2014	I0000572	1,0	72	118	11,0	13,0	3,22	91,5	2012,9	10,4	1,8	3,7	1,9	948,0	35	20,9	1,0	48,8%	12,7%	1,40	1,16
	A1.1-6		10.03.2014	I0000573	1,0	72	118	11,0	27,1	3,15	67,9	1718,7	9,1	1,8	3,8	2,0	826,8	35	20,9	1,0	48,8%	12,7%	1,40	1,16
	A1.1-7	Reg SM aged 4 w	11.04.2014	I0000638	1,0	72	118	19,3	26,56	1,39	31,8	1321,9	15,9	1,2	8,6	2,9	821,9	60	22,5	1,0	48,8%	12,7%	1,40	1,16
	A1.1-8		11.04.2014	I0000639	1,0	72	118	19,4	26,9	1,38	24,9	1310,0	15,8	1,2	8,7	3,0	816,9	60	22,5	1,0	48,8%	12,7%	1,40	1,16
	A1.1-9		11.04.2014	I0000640	1,0	72	118	14,2	26,7	1,95	30,6	1360,5	11,6	1,4	6,2	2,5	819,7	45	22,5	1,0	48,8%	12,7%	1,40	1,16
	A1.1-10		11.04.2014	I0000641	1,0	72	118	14,6	27,0	2,04	28,0	1460,2	11,9	1,4	5,9	2,4	816,8	45	22,5	1,0	48,8%	12,7%	1,40	1,16
	A1.1-11		11.04.2014	I0000642	1,0	72	118	11,0	24,7	2,83	42,4	1531,7	9,0	1,7	4,2	2,1	820,0	35	22,5	1,0	48,8%	12,7%	1,40	1,16
	A1.1-12		11.04.2014	I0000643	1,0	72	118	11,2	28,2	2,58	51,8	1454,5	9,4	1,6	4,7	2,2	840,5	35	22,5	1,0	48,8%	12,7%	1,40	1,16
	A1.1-13	Reg SM aged 6 w	29.04.2014	I0000673	1,0	72	118	19,6	26,3	1,36	0,0	1322,8	16,2	1,2	8,8	3,0	824,8	60	19,5	1,0	48,8%	12,7%	1,40	1,16
	A1.1-14		29.04.2014	I0000673	1,0	72	118	20,0	24,8	1,31	0,0	1290,2	16,4	1,1	9,1	3,0	818,9	60	19,5	1,0	48,8%	12,7%	1,40	1,16
	A1.1-15		29.04.2014	I0000673	1,0	72	118	14,6	26,2	1,88	49,5	1364,4	12,1	1,4	6,4	2,5	830,7	45	19,5	1,0	48,8%	12,7%	1,40	1,16
	A1.1-16		29.04.2014	I0000673	1,0	72	118	14,8	25,8	1,95	29,7	1425,9	12,2	1,4	6,2	2,5	823,0	45	19,5	1,0	48,8%	12,7%	1,40	1,16
	A1.1-17		29.04.2014	I0000673	1,0	72	118	10,8	27,2	2,52	39,5	1384,7	9,2	1,6	4,8	2,2	849,4	35	19,5	1,0	48,8%	12,7%	1,40	1,16
	A1.1-18		29.04.2014	I0000673	1,0	72	118	11,0	27,4	2,33	41,7	1303,0	9,3	1,5	5,2	2,3	848,9	35	19,5	1,0	48,8%	12,7%	1,40	1,16
A1.2	A1.2-1	Reg A zero	10.03.2014	I0000574	1,0	72	118	18,5	25,8	1,34	69,9	1184,3	14,7	1,2	9,0	3,0	795,8	60	20,8	1,0	48,8%	12,7%	1,40	1,16
	A1.2-2		10.03.2014	I0000575	1,0	72	118	18,7	27,9	1,31	141,8	1195,0	15,2	1,1	9,1	3,0	811,3	60	20,8	1,0	48,8%	12,7%	1,40	1,16
	A1.2-3		10.03.2014	I0000576	1,0	72	118	13,9	26,6	2,08	132,2	1422,9	11,4	1,4	5,8	2,4	820,4	45	20,8	1,0	48,8%	12,7%	1,40	1,16
	A1.2-4		10.03.2014	I0000577	1,0	72	118	14,2	26,5	1,95	59,9	1344,6	11,5	1,4	6,2	2,5	810,1	45	20,8	1,0	48,8%	12,7%	1,40	1,16
	A1.2-5		10.03.2014	I0000578	1,0	72	118	11,0	27,1	2,80	63,2	1501,4	8,9	1,7	4,3	2,1	813,3	35	20,8	1,0	48,8%	12,7%	1,40	1,16

Anhang

A1.2-6		10.03.2014	I0000579	1,0	72	118	10,9	27,4	2,54	33,4	1343,2	8,8	1,6	4,7	2,2	809,5	35	20,8	1,0	48,8%	12,7%	1,40	1,16
A1.2-7	Reg A aged 4 w	11.04.2014	I0000632	1,0	72	118	20,0	26,3	1,68	32,7	1587,4	15,8	1,3	7,2	2,7	789,3	60	22,0	1,0	48,8%	12,7%	1,40	1,16
A1.2-8		11.04.2014	I0000633	1,0	72	118	19,6	25,2	1,91	33,9	1800,8	15,7	1,4	6,3	2,5	802,7	60	22,0	1,0	48,8%	12,7%	1,40	1,16
A1.2-9		11.04.2014	I0000634	1,0	72	118	14,1	27,0	2,28	38,4	1582,1	11,6	1,5	5,3	2,3	821,3	45	22,0	1,0	48,8%	12,7%	1,40	1,16
A1.2-10		11.04.2014	I0000635	1,0	72	118	14,3	27,4	2,51	31,1	1779,9	11,8	1,6	4,8	2,2	828,1	45	22,0	1,0	48,8%	12,7%	1,40	1,16
A1.2-11		11.04.2014	I0000636	1,0	72	118	11,2	25,5	3,79	29,1	2094,4	9,2	1,9	3,2	1,8	823,3	35	22,0	1,0	48,8%	12,7%	1,40	1,16
A1.2-12		11.04.2014	I0000637	1,0	72	118	11,4	26,4	3,01	42,3	1684,4	9,3	1,7	4,0	2,0	818,8	35	22,0	1,0	48,8%	12,7%	1,40	1,16
A1.2-13	Reg A aged 6 w	29.04.2014	I0000667	1,0	72	118	19,4	25,7	1,52	0,0	1468,3	16,1	1,2	7,9	2,8	828,3	60	20,6	1,0	48,8%	12,7%	1,40	1,16
A1.2-14		30.04.2014	I0000667	1,0	72	118	19,3	25,6	1,46	0,0	1391,5	15,9	1,2	8,2	2,9	825,1	60	20,6	1,0	48,8%	12,7%	1,40	1,16
A1.2-15		01.05.2014	I0000667	1,0	72	118	14,4	26,5	1,95	0,0	1407,1	12,0	1,4	6,2	2,5	834,7	45	20,6	1,0	48,8%	12,7%	1,40	1,16
A1.2-16		02.05.2014	I0000667	1,0	72	118	14,4	25,1	2,12	0,0	1493,7	11,7	1,5	5,7	2,4	814,0	45	20,6	1,0	48,8%	12,7%	1,40	1,16
A1.2-17		03.05.2014	I0000667	1,0	72	118	11,4	25,1	2,55	0,0	1445,3	9,5	1,6	4,7	2,2	829,3	35	20,6	1,0	48,8%	12,7%	1,40	1,16
A1.2-18		04.05.2014	I0000667	1,0	72	118	11,2	26,7	2,58	0,0	1434,8	9,3	1,6	4,7	2,2	829,1	35	20,6	1,0	48,8%	12,7%	1,40	1,16
<b>A2</b>																							
A2-1	m zero	04.02.2014	I0000406	1,0	72	118	20,0	27,8	0,74	116,8	658,1	14,8	0,9	16,2	4,0	738,5	60	17,5	1,0	48,8%	12,7%	1,40	1,16
A2-2		04.02.2014	I0000407	1,0	72	118	19,0	19,2	0,74	62,1	759,2	17,1	0,9	16,2	4,0	899,6	60	17,5	1,0	48,8%	12,7%	1,40	1,16
A2-3		04.02.2014	I0000408	1,0	72	118	13,7	28,9	1,09	81,7	746,0	11,4	1,0	11,0	3,3	830,4	45	17,5	1,0	48,8%	12,7%	1,40	1,16
A2-4		04.02.2014	I0000409	1,0	72	118	10,5	33,7	1,57	30,9	834,4	8,8	1,3	7,6	2,8	842,1	35	17,5	1,0	48,8%	12,7%	1,40	1,16
A2-5	aged 48 h	06.02.2014	I0000423	1,0	72	118	18,5	27,8	0,79	116,8	727,2	15,3	0,9	15,2	3,9	827,7	60	18,2	1,0	48,8%	12,7%	1,40	1,16
A2-6		06.02.2014	I0000424	1,0	72	118	14,5	31,7	1,05	0,0	709,3	11,2	1,0	11,4	3,4	774,5	45	18,2	1,0	48,8%	12,7%	1,40	1,16
A2-7		06.02.2014	I0000425	1,0	72	118	11,2	32,9	1,58	259,6	826,2	8,7	1,3	7,6	2,8	776,6	35	18,2	1,0	48,8%	12,7%	1,40	1,16
A2-8	aged 1 w	12.02.2014	I0000451	1,0	72	118	18,6	30,7	0,72	0,0	639,2	14,9	0,8	16,8	4,1	799,9	60	21,6	1,0	48,8%	12,7%	1,40	1,16
A2-9		12.02.2014	I0000452	1,0	72	118	13,7	29,2	1,02	0,0	689,3	11,2	1,0	11,8	3,4	821,0	45	21,6	1,0	48,8%	12,7%	1,40	1,16
A2-10		12.02.2014	I0000453	1,0	72	118	10,7	32,3	1,33	0,0	704,1	8,8	1,2	9,0	3,0	821,7	35	21,6	1,0	48,8%	12,7%	1,40	1,16
A2-11	aged 2 w	19.02.2014	I0000475	1,0	72	118	19,4	31,2	0,70	0,0	634,6	15,2	0,8	17,3	4,2	783,8	60	20,1	1,0	48,8%	12,7%	1,40	1,16
A2-12		19.02.2014	I0000476	1,0	72	118	14,8	31,8	1,01	0,0	684,8	11,3	1,0	11,8	3,4	760,9	45	20,1	1,0	48,8%	12,7%	1,40	1,16
A2-13		19.02.2014	I0000477	1,0	72	118	11,8	32,8	1,39	17,9	740,6	8,9	1,2	8,6	2,9	752,3	35	20,1	1,0	48,8%	12,7%	1,40	1,16
A2-14	aged 3 w	26.02.2014	I0000512	1,0	72	118	18,8	27,9	0,74	16,6	670,3	15,2	0,9	16,3	4,0	806,6	60	19,8	1,0	48,8%	12,7%	1,40	1,16
A2-15		26.02.2014	I0000513	1,0	72	118	14,6	32,1	0,94	0,0	622,3	11,0	1,0	12,7	3,6	751,8	45	19,8	1,0	48,8%	12,7%	1,40	1,16
A2-16		26.02.2014	I0000514	1,0	72	118	14,2	31,2	1,03	25,7	707,2	11,4	1,0	11,7	3,4	805,8	45	19,8	1,0	48,8%	12,7%	1,40	1,16
A2-17		26.02.2014	I0000515	1,0	72	118	10,5	31,1	1,43	39,1	766,9	9,0	1,2	8,4	2,9	854,1	35	19,8	1,0	48,8%	12,7%	1,40	1,16
<b>A3</b>																							
A3-1	m zero	04.02.2014	I0000413	1,0	72	118	19,3	29,0	0,84	42,2	756,1	15,0	0,9	14,3	3,8	775,9	60	18,0	1,0	48,8%	12,7%	1,40	1,16
A3-2		04.02.2014	I0000414	1,0	72	118	14,2	29,8	1,22	41,4	834,6	11,4	1,1	9,8	3,1	802,5	45	18,0	1,0	48,8%	12,7%	1,40	1,16
A3-3		04.02.2014	I0000415	1,0	72	118	10,4	33,3	1,62	33,1	858,3	8,9	1,3	7,4	2,7	851,6	35	18,0	1,0	48,8%	12,7%	1,40	1,16
A3-4	aged 48 h	06.02.2014	I0000429	1,0	72	118	18,8	29,3	0,77	258,0	697,4	15,0	0,9	15,5	3,9	798,0	60	18,2	1,0	48,8%	12,7%	1,40	1,16
A3-5		06.02.2014	I0000430	1,0	72	118	14,4	31,4	1,12	284,3	757,3	11,2	1,1	10,7	3,3	780,8	45	18,2	1,0	48,8%	12,7%	1,40	1,16
A3-6		06.02.2014	I0000431	1,0	72	118	11,0	33,5	1,41	366,3	741,0	8,8	1,2	8,5	2,9	798,0	35	18,2	1,0	48,8%	12,7%	1,40	1,16
A3-7	aged 1 w	12.02.2014	I0000457	1,0	72	118	19,5	30,1	0,77	0,0	707,4	15,2	0,9	15,5	3,9	781,4	60	21,5	1,0	48,8%	12,7%	1,40	1,16
A3-8		12.02.2014	I0000458	1,0	72	118	14,0	31,3	1,04	0,0	720,1	11,5	1,0	11,5	3,4	821,5	45	21,5	1,0	48,8%	12,7%	1,40	1,16
A3-9		12.02.2014	I0000459	1,0	72	118	10,6	33,5	1,38	0,0	715,1	8,7	1,2	8,7	3,0	816,1	35	21,5	1,0	48,8%	12,7%	1,40	1,16
A3-10	aged 2 w	19.02.2014	I0000481	1,0	72	118	18,4	32,2	0,71	0,0	648,0	15,2	0,8	16,9	4,1	825,7	60	20,1	1,0	48,8%	12,7%	1,40	1,16
A3-11		19.02.2014	I0000482	1,0	72	118	18,8	30,8	0,67	0,0	595,5	14,9	0,8	18,0	4,2	790,6	60	20,1	1,0	48,8%	12,7%	1,40	1,16
A3-12		19.02.2014	I0000483	1,0	72	118	13,6	32,5	1,01	0,0	677,0	11,2	1,0	11,9	3,5	824,8	45	20,1	1,0	48,8%	12,7%	1,40	1,16
A3-13		19.02.2014	I0000484	1,0	72	118	11,1	33,2	1,39	0,0	744,5	8,9	1,2	8,6	2,9	802,1	35	20,1	1,0	48,8%	12,7%	1,40	1,16
A3-14	aged 3 w	26.02.2014	I0000481	1,0	72	118	19,1	28,9	0,72	32,6	644,8	15,0	0,8	16,8	4,1	786,3	60	19,9	1,0	48,8%	12,7%	1,40	1,16

Anhang

A3-15		26.02.2014	I0000482	1,0	72	118	13,6	30,1	1,07	59,7	706,3	11,0	1,0	11,3	3,4	811,4	45	19,9	1,0	48,8%	12,7%	1,40	1,16
A3-16		26.02.2014	I0000483	1,0	72	118	11,0	31,1	1,47	29,9	802,5	9,1	1,2	8,1	2,9	828,6	35	19,9	1,0	48,8%	12,7%	1,40	1,16
A3-17	aged 8 w	05.04.2014	I0000610	1,0	72	118	19,4	28,5	0,70	23,4	647,4	15,4	0,8	17,1	4,1	794,4	60	22,0	1,0	48,8%	12,7%	1,40	1,16
A3-18		05.04.2014	I0000611	1,0	72	118	19,2	27,6	0,70	28,9	654,0	15,6	0,8	17,2	4,1	811,9	60	22,0	1,0	48,8%	12,7%	1,40	1,16
A3-19		05.04.2014	I0000612	1,0	72	118	12,7	28,8	0,90	24,4	637,6	11,8	1,0	13,3	3,6	925,9	45	22,0	1,0	48,8%	12,7%	1,40	1,16
A3-20		05.04.2014	I0000613	1,0	72	118	14,0	29,3	1,05	24,2	751,0	11,9	1,0	11,4	3,4	849,4	45	22,0	1,0	48,8%	12,7%	1,40	1,16
A3-21		05.04.2014	I0000614	1,0	72	118	10,5	30,6	1,51	23,6	823,1	9,1	1,2	8,0	2,8	866,7	35	22,0	1,0	48,8%	12,7%	1,40	1,16
A3-22		05.04.2014	I0000615	1,0	72	118	9,9	30,4	1,66	32,9	846,6	8,5	1,3	7,2	2,7	856,3	35	22,0	1,0	48,8%	12,7%	1,40	1,16
<b>A4</b>																							
A4-1	m zero	04.02.2014	I0000417	1,0	72	118	20,7	28,3	0,23	30,2	212,0	15,1	0,5	51,2	7,2	728,0	60	20,0	1,0	48,8%	12,7%	1,40	1,16
A4-2		04.02.2014	I0000418	1,0	72	118	15,5	30,1	0,31	39,2	208,6	11,1	0,6	38,2	6,2	713,4	45	20,0	1,0	48,8%	12,7%	1,40	1,16
A4-3		04.02.2014	I0000419	1,0	72	118	11,5	31,9	0,46	53,7	241,9	8,7	0,7	25,8	5,1	754,7	35	20,0	1,0	48,8%	12,7%	1,40	1,16
A4-4	aged 24 h	06.02.2014	I0000432	1,0	72	118	19,2	23,1	0,66	571,1	597,5	15,1	0,8	18,2	4,3	784,9	60	17,6	1,0	48,8%	12,7%	1,40	1,16
A4-5		06.02.2014	I0000433	1,0	72	118	14,3	24,9	0,82	414,9	547,5	11,1	0,9	14,6	3,8	776,4	45	17,6	1,0	48,8%	12,7%	1,40	1,16
A4-6		06.02.2014	I0000434	1,0	72	118	11,3	25,2	1,31	490,5	695,8	8,9	1,1	9,2	3,0	784,2	35	17,6	1,0	48,8%	12,7%	1,40	1,16
A4-7	aged 1 w	12.02.2014	I0000460	1,0	72	118	19,2	24,8	0,84	0,0	778,7	15,4	0,9	14,2	3,8	800,5	60	18,3	1,0	48,8%	12,7%	1,40	1,16
A4-8		12.02.2014	I0000461	1,0	72	118	14,2	25,0	1,07	0,0	735,3	11,5	1,0	11,3	3,4	809,8	45	18,3	1,0	48,8%	12,7%	1,40	1,16
A4-9		12.02.2014	I0000462	1,0	72	118	10,8	24,9	1,42	0,0	753,5	8,9	1,2	8,5	2,9	820,7	35	18,3	1,0	48,8%	12,7%	1,40	1,16
A4-10	aged 2 w	19.02.2014	I0000485	1,0	72	118	19,0	22,7	0,79	0,0	760,3	16,0	0,9	15,2	3,9	842,0	60	19,9	1,0	48,8%	12,7%	1,40	1,16
A4-11		19.02.2014	I0000486	1,0	72	118	19,0	24,6	0,72	0,0	657,4	15,3	0,8	16,7	4,1	803,0	60	19,9	1,0	48,8%	12,7%	1,40	1,16
A4-12		19.02.2014	I0000487	1,0	72	118	14,0	25,7	1,07	0,0	733,1	11,4	1,0	11,2	3,3	814,5	45	19,9	1,0	48,8%	12,7%	1,40	1,16
A4-13		19.02.2014	I0000488	1,0	72	118	10,6	24,9	1,42	0,0	751,7	8,8	1,2	8,5	2,9	833,2	35	19,9	1,0	48,8%	12,7%	1,40	1,16
A4-14	aged 3 w	26.02.2014	I0000520	1,0	72	118	14,4	25,0	1,27	39,6	880,7	11,6	1,1	9,5	3,1	802,7	45	20,0	1,0	48,8%	12,7%	1,40	1,16
A4-15		26.02.2014	I0000521	1,0	72	118	19,2	25,0	0,71	34,3	657,3	15,4	0,8	16,8	4,1	800,3	60	20,0	1,0	48,8%	12,7%	1,40	1,16
A4-16		26.02.2014	I0000522	1,0	72	118	19,0	24,9	0,72	40,6	662,6	15,4	0,8	16,7	4,1	809,9	60	20,0	1,0	48,8%	12,7%	1,40	1,16
A4-17		26.02.2014	I0000523	1,0	72	118	11,1	25,9	1,39	101,9	750,3	9,0	1,2	8,6	2,9	811,2	35	20,0	1,0	48,8%	12,7%	1,40	1,16
A4-18	aged 8 w	05.04.2014	I0000616	1,0	72	118	19,9	24,1	0,78	62,9	747,4	16,1	0,9	15,5	3,9	807,5	60	22,5	1,0	48,8%	12,7%	1,40	1,16
A4-19		05.04.2014	I0000617	1,0	72	118	19,8	24,5	0,74	24,4	680,2	15,4	0,9	16,3	4,0	777,3	60	22,5	1,0	48,8%	12,7%	1,40	1,16
A4-20		05.04.2014	I0000618	1,0	72	118	14,4	25,1	1,12	18,0	772,5	11,5	1,1	10,7	3,3	796,5	45	22,5	1,0	48,8%	12,7%	1,40	1,16
A4-21		05.04.2014	I0000619	1,0	72	118	14,5	27,7	1,12	0,0	774,0	11,6	1,1	10,8	3,3	797,0	45	22,5	1,0	48,8%	12,7%	1,40	1,16
A4-22		05.04.2014	I0000620	1,0	72	118	10,7	24,8	1,63	19,9	892,4	9,1	1,3	7,4	2,7	852,6	35	22,5	1,0	48,8%	12,7%	1,40	1,16
A4-23		05.04.2014	I0000621	1,0	72	118	10,1	26,8	1,39	0,0	715,3	8,6	1,2	8,7	2,9	851,9	35	22,5	1,0	48,8%	12,7%	1,40	1,16
A4-24		05.04.2014	I0000622	1,0	72	118	11,4	25,4	1,39	0,0	790,2	9,5	1,2	8,6	2,9	831,7	35	22,5	1,0	48,8%	12,7%	1,40	1,16
<b>B1</b>																							
B1-1	m zero	12.02.2014	I0000463	3,1	105	117	14,2	20,4	0,60	98,2	324,9	9,0	0,8	29,2	5,4	635,5	120	19,7	1,0	20,3%	5,4%	1,31	1,05
B1-2		12.02.2014	I0000464	3,1	105	117	13,4	19,4	0,66	107,0	344,2	8,6	0,8	26,3	5,1	644,2	110	19,7	1,0	20,3%	5,4%	1,31	1,05
B1-3		12.02.2014	I0000465	3,1	105	117	11,7	21,2	0,79	405,3	341,9	7,2	0,9	22,2	4,7	618,7	90	19,7	1,0	20,3%	5,4%	1,31	1,05
B1-4	aged 1 w	19.02.2014	I0000489	3,1	105	117	14,7	19,6	0,46	34,1	259,6	9,4	0,7	37,9	6,2	637,1	120	20,0	1,0	20,3%	5,4%	1,31	1,05
B1-5		19.02.2014	I0000490	3,1	105	117	14,7	21,0	0,43	42,4	249,0	9,6	0,7	40,3	6,3	649,8	120	20,0	1,0	20,3%	5,4%	1,31	1,05
B1-6		19.02.2014	I0000491	3,1	105	117	13,4	20,3	0,47	94,5	244,8	8,7	0,7	37,2	6,1	646,6	110	20,0	1,0	20,3%	5,4%	1,31	1,05
B1-7		19.02.2014	I0000492	3,1	105	117	14,0	20,0	0,47	145,0	251,0	8,9	0,7	37,3	6,1	636,4	110	20,0	1,0	20,3%	5,4%	1,31	1,05
B1-8		19.02.2014	I0000493	3,1	105	117	10,9	20,5	0,66	203,7	285,0	7,2	0,8	26,4	5,1	657,7	90	20,0	1,0	20,3%	5,4%	1,31	1,05
B1-9		19.02.2014	I0000494	3,1	105	117	11,0	22,1	0,65	405,7	268,1	6,9	0,8	27,0	5,2	625,7	90	20,0	1,0	20,3%	5,4%	1,31	1,05
B1-10	aged 2 w	26.02.2014	I0000504	3,1	105	117	15,4	21,3	0,42	166,0	250,3	9,8	0,7	41,3	6,4	638,7	120	19,9	1,0	20,3%	5,4%	1,31	1,05
B1-11		26.02.2014	I0000505	3,1	105	117	14,6	20,1	0,41	74,3	238,4	9,6	0,6	42,3	6,5	658,1	120	19,9	1,0	20,3%	5,4%	1,31	1,05
B1-12		26.02.2014	I0000506	3,1	105	117	14,7	20,0	0,42	82,1	237,1	9,5	0,6	42,2	6,5	647,5	120	19,9	1,0	20,3%	5,4%	1,31	1,05

Anhang

B1-13		26.02.2014	I0000507	3,1	105	117	14,0	19,6	0,47	94,5	256,5	9,1	0,7	37,2	6,1	650,8	110	19,9	1,0	20,3%	5,4%	1,31	1,05	
B1-14		26.02.2014	I0000508	3,1	105	117	13,8	20,2	0,51	204,9	273,7	9,0	0,7	34,5	5,9	650,8	110	19,9	1,0	20,3%	5,4%	1,31	1,05	
B1-15		26.02.2014	I0000509	3,1	105	117	11,5	23,9	0,68	346,1	287,6	7,1	0,8	25,9	5,1	616,3	90	19,9	1,0	20,3%	5,4%	1,31	1,05	
B1-16		26.02.2014	I0000510	3,1	105	117	11,3	20,0	0,66	311,6	293,2	7,4	0,8	26,7	5,2	658,7	90	19,9	1,0	20,3%	5,4%	1,31	1,05	
B1-17	aged 3 w	06.03.2014	I0000535	3,1	105	117	15,1	20,3	0,40	61,4	233,6	9,7	0,6	43,7	6,6	643,3	120	19,8	1,0	20,3%	5,4%	1,31	1,05	
B1-18		06.03.2014	I0000536	3,1	105	117	15,6	20,2	0,40	62,2	238,5	10,0	0,6	44,2	6,6	643,0	120	19,8	1,0	20,3%	5,4%	1,31	1,05	
B1-19		06.03.2014	I0000537	3,1	105	117	13,5	19,9	0,46	81,3	241,3	8,7	0,7	38,0	6,2	646,3	110	19,8	1,0	20,3%	5,4%	1,31	1,05	
B1-20		06.03.2014	I0000538	3,1	105	117	14,3	20,7	0,46	72,3	255,8	9,2	0,7	37,7	6,1	641,6	110	19,8	1,0	20,3%	5,4%	1,31	1,05	
B1-21		06.03.2014	I0000539	3,1	105	117	11,4	20,8	0,65	379,9	282,5	7,2	0,8	26,7	5,2	633,9	90	19,8	1,0	20,3%	5,4%	1,31	1,05	
B1-22		06.03.2014	I0000540	3,1	105	117	11,5	19,8	0,66	401,6	286,2	7,3	0,8	26,7	5,2	631,9	90	19,8	1,0	20,3%	5,4%	1,31	1,05	
B1-23	aged 8 w	11.04.2014	I0000626	3,1	105	117	15,7	18,6	0,39	56,2	241,8	10,3	0,6	44,7	6,7	655,1	120	20,0	1,0	20,3%	5,4%	1,31	1,05	
B1-24		11.04.2014	I0000627	3,1	105	117	16,2	19,9	0,37	70,1	228,4	10,3	0,6	47,5	6,9	637,4	120	20,0	1,0	20,3%	5,4%	1,31	1,05	
B1-25		11.04.2014	I0000628	3,1	105	117	14,6	21,3	0,45	85,4	247,9	9,2	0,7	39,1	6,3	633,0	110	20,0	1,0	20,3%	5,4%	1,31	1,05	
B1-26		11.04.2014	I0000629	3,1	105	117	15,1	21,3	0,46	84,3	261,9	9,4	0,7	37,7	6,1	622,3	110	20,0	1,0	20,3%	5,4%	1,31	1,05	
B1-27		11.04.2014	I0000630	3,1	105	117	11,9	21,3	0,61	154,9	295,8	8,1	0,8	28,7	5,4	680,5	90	20,0	1,0	20,3%	5,4%	1,31	1,05	
B1-28		11.04.2014	I0000631	3,1	105	117	11,5	21,5	0,65	228,4	283,2	7,2	0,8	26,8	5,2	627,4	90	20,0	1,0	20,3%	5,4%	1,31	1,05	
B1-29	aged 12 w distilled	13.05.2014	I0000799	3,1	105	117	11,8	21,2	0,88	126,8	398,1	7,5	0,9	19,8	4,5	636,6	90	20,3	1,0	20,3%	5,4%	1,31	1,05	
B1-30		13.05.2014	I0000800	3,1	105	117	12,1	22,2	0,82	183,6	379,4	7,7	0,9	21,3	4,6	635,8	90	20,3	1,0	20,3%	5,4%	1,31	1,05	
B1-31		13.05.2014	I0000801	3,1	105	117	15,6	22,2	0,62	84,9	287,2	7,7	0,8	28,1	5,3	493,4	110	20,3	1,0	20,3%	5,4%	1,31	1,05	
B1-32		13.05.2014	I0000802	3,1	105	117	15,7	20,2	0,63	82,8	388,8	10,3	0,8	27,9	5,3	659,0	110	20,3	1,0	20,3%	5,4%	1,31	1,05	
B1-33		13.05.2014	I0000803	3,1	105	117	16,7	19,3	0,53	91,4	346,6	11,0	0,7	33,2	5,8	655,7	120	20,3	1,0	20,3%	5,4%	1,31	1,05	
B1-34		13.05.2014	I0000804	3,1	105	117	16,4	19,5	0,51	98,2	333,4	10,8	0,7	34,2	5,8	661,4	120	20,3	1,0	20,3%	5,4%	1,31	1,05	
B1-35		13.05.2014	I0000805	3,1	105	117	16,7	19,8	0,55	86,0	359,2	10,9	0,7	32,0	5,7	654,7	120	20,3	1,0	20,3%	5,4%	1,31	1,05	
<b>B2</b>	B2-1	m zero	10.03.2014	I0000558	3,1	105	117	13,1	22,1	0,72	315,3	461,4	10,6	0,9	24,2	4,9	812,2	120	21,0	1,0	20,3%	26,1%	1,31	1,05
	B2-2		10.03.2014	I0000559	3,1	105	117	12,4	24,7	1,05	255,7	687,9	11,0	1,0	16,7	4,1	883,4	120	21,0	1,0	20,3%	26,1%	1,31	1,05
	B2-3		10.03.2014	I0000560	3,1	105	117	12,5	25,2	0,88	158,8	533,8	10,1	0,9	19,9	4,5	810,1	110	21,0	1,0	20,3%	26,1%	1,31	1,05
	B2-4		10.03.2014	I0000561	3,1	105	117	11,7	23,0	0,91	315,3	532,0	9,8	1,0	19,3	4,4	833,6	110	21,0	1,0	20,3%	26,1%	1,31	1,05
	B2-5		10.03.2014	I0000562	3,1	105	117	10,2	24,3	0,98	277,6	480,7	8,2	1,0	17,9	4,2	802,5	90	21,0	1,0	20,3%	26,1%	1,31	1,05
	B2-6		10.03.2014	I0000563	3,1	105	117	11,1	23,9	1,10	320,9	580,0	8,8	1,0	15,9	4,0	793,3	90	21,0	1,0	20,3%	26,1%	1,31	1,05
	B2-7	aged 48 h	12.03.2014	I0000585	3,1	105	117	14,2	20,7	0,39	211,5	271,4	11,7	0,6	45,2	6,7	822,1	120	19,5	1,0	20,3%	26,1%	1,31	1,05
	B2-8		12.03.2014	I0000586	3,1	105	117	12,8	24,0	0,58	35,2	374,3	10,7	0,8	29,9	5,5	833,7	110	19,5	1,0	20,3%	26,1%	1,31	1,05
	B2-9		12.03.2014	I0000587	3,1	105	117	14,8	22,0	0,44	204,7	324,0	12,4	0,7	40,2	6,3	837,4	120	19,5	1,0	20,3%	26,1%	1,31	1,05
	B2-10		12.03.2014	I0000588	3,1	105	117	13,3	21,4	0,72	195,3	537,4	12,5	0,8	24,4	4,9	939,4	110	19,5	1,0	20,3%	26,1%	1,31	1,05
	B2-11		12.03.2014	I0000589	3,1	105	117	10,4	28,3	1,19	44,0	628,3	8,8	1,1	14,7	3,8	843,4	90	19,5	1,0	20,3%	26,1%	1,31	1,05
	B2-12		12.03.2014	I0000590	3,1	105	117	10,9	22,9	1,13	51,7	622,7	9,2	1,1	15,4	3,9	840,1	90	19,5	1,0	20,3%	26,1%	1,31	1,05
	B2-13		12.03.2014	I0000591	3,1	105	117	10,8	23,0	0,76	217,7	420,0	9,3	0,9	23,2	4,8	858,1	90	19,5	1,0	20,3%	26,1%	1,31	1,05
	B2-14	aged 1 w	19.03.2014	I0000599	3,1	105	117	14,1	22,1	0,46	119,3	322,1	11,7	0,7	38,2	6,2	830,2	120	21,8	1,0	20,3%	26,1%	1,31	1,05
	B2-15		19.03.2014	I0000600	3,1	105	117	12,5	22,9	0,89	133,7	596,3	11,2	0,9	19,6	4,4	892,3	110	21,8	1,0	20,3%	26,1%	1,31	1,05
	B2-16		19.03.2014	I0000601	3,1	105	117	11,0	22,6	0,94	183,8	533,6	9,5	1,0	18,6	4,3	861,2	90	21,8	1,0	20,3%	26,1%	1,31	1,05
	B2-17		19.03.2014	I0000602	3,1	105	117	12,6	21,1	0,74	148,7	485,2	10,9	0,9	23,7	4,9	867,4	110	21,8	1,0	20,3%	26,1%	1,31	1,05
	B2-18	aged 4 w	11.04.2014	I0000604	3,1	105	117	14,4	22,1	0,41	78,9	295,4	12,1	0,6	43,0	6,6	839,4	120	22,0	1,0	20,3%	26,1%	1,31	1,05
	B2-19		11.04.2014	I0000605	3,1	105	117	14,3	21,9	0,41	89,5	298,1	12,0	0,6	42,4	6,5	844,5	120	22,0	1,0	20,3%	26,1%	1,31	1,05
	B2-20		11.04.2014	I0000606	3,1	105	117	13,9	21,8	0,48	79,4	348,9	12,0	0,7	36,2	6,0	864,4	110	22,0	1,0	20,3%	26,1%	1,31	1,05
	B2-21		11.04.2014	I0000607	3,1	105	117	14,0	21,2	0,40	87,5	285,4	11,9	0,6	43,7	6,6	847,6	110	22,0	1,0	20,3%	26,1%	1,31	1,05

Anhang

	B2-22		11.04.2014	I0000608	3,1	105	117	11,5	23,7	0,82	166,3	485,3	9,9	0,9	21,5	4,6	862,1	90	22,0	1,0	20,3%	26,1%	1,31	1,05
	B2-23		11.04.2014	I0000609	3,1	105	117	11,1	21,9	0,76	207,7	434,4	9,5	0,9	22,9	4,8	854,4	90	22,0	1,0	20,3%	26,1%	1,31	1,05
<b>C1</b>	C1-1	m zero	29.04.2014	I0000682	2,0	70	n.b.	11,8	25,5	0,16	21,9	78,2	8,3	0,4	74,7	8,6	706,7	80	20,6	1,0	21,2%	9,1%	1,18	1,03
	C1-2		29.04.2014	I0000683	2,0	70	n.b.	12,1	25,8	0,15	19,8	81,0	8,9	0,4	77,2	8,8	738,0	80	20,6	1,0	21,2%	9,1%	1,18	1,03
	C1-3		29.04.2014	I0000684	2,0	70	n.b.	9,5	25,3	0,20	31,4	82,5	6,7	0,5	57,2	7,6	709,3	65	20,6	1,0	21,2%	9,1%	1,18	1,03
	C1-4		29.04.2014	I0000685	2,0	70	n.b.	9,8	25,9	0,20	26,0	90,1	7,4	0,5	57,3	7,6	752,3	65	20,6	1,0	21,2%	9,1%	1,18	1,03
	C1-5		29.04.2014	I0000686	2,0	70	n.b.	7,5	26,0	0,29	41,8	93,6	5,3	0,5	39,7	6,3	707,4	50	20,6	1,0	21,2%	9,1%	1,18	1,03
	C1-6		29.04.2014	I0000687	2,0	70	n.b.	7,5	26,0	0,29	41,8	91,3	5,2	0,5	40,2	6,3	698,4	50	20,6	1,0	21,2%	9,1%	1,18	1,03
	C1-7	m 1 week	06.05.2014	I0000712	2,0	70	n.b.	11,5	25,2	0,13	0,0	66,2	8,5	0,4	90,2	9,5	741,9	80	19,8	1,0	21,2%	9,1%	1,18	1,03
	C1-8		06.05.2014	I0000713	2,0	70	n.b.	11,4	24,5	0,14	0,0	69,4	8,5	0,4	85,9	9,3	747,2	80	19,8	1,0	21,2%	9,1%	1,18	1,03
	C1-9		06.05.2014	I0000714	2,0	70	n.b.	9,9	26,3	0,18	0,0	75,9	7,1	0,4	65,5	8,1	717,4	65	19,8	1,0	21,2%	9,1%	1,18	1,03
	C1-10		06.05.2014	I0000715	2,0	70	n.b.	9,4	25,7	0,19	0,0	79,3	6,9	0,4	61,2	7,8	737,5	65	19,8	1,0	21,2%	9,1%	1,18	1,03
	C1-11		06.05.2014	I0000716	2,0	70	n.b.	7,3	24,9	0,26	24,4	81,9	5,2	0,5	44,8	6,7	718,2	50	19,8	1,0	21,2%	9,1%	1,18	1,03
	C1-12		06.05.2014	I0000717	2,0	70	n.b.	7,8	27,0	0,25	28,2	87,6	5,8	0,5	46,3	6,8	742,8	50	19,8	1,0	21,2%	9,1%	1,18	1,03
	C1-13	m 1 week dest	06.05.2014	I0000729	2,0	70	n.b.	7,3	26,2	0,38	36,7	110,5	4,9	0,6	30,8	5,5	665,5	50	21,0	1,0	21,2%	9,1%	1,18	1,03
	C1-14		06.05.2014	I0000730	2,0	70	n.b.	7,2	24,8	0,32	50,1	101,4	5,3	0,6	36,8	6,1	740,0	50	21,0	1,0	21,2%	9,1%	1,18	1,03
	C1-15		06.05.2014	I0000731	2,0	70	n.b.	9,1	26,1	0,20	0,0	76,4	6,3	0,5	57,4	7,6	687,9	65	21,0	2,0	21,2%	9,1%	1,18	1,03
	C1-16		06.05.2014	I0000732	2,0	70	n.b.	9,8	25,3	0,21	0,0	88,0	7,1	0,5	56,6	7,5	726,2	65	21,0	3,0	21,2%	9,1%	1,18	1,03
	C1-17		06.05.2014	I0000733	2,0	70	n.b.	13,0	27,2	0,15	0,0	89,2	9,8	0,4	76,7	8,8	751,8	80	21,0	4,0	21,2%	9,1%	1,18	1,03
	C1-18		06.05.2014	I0000734	2,0	70	n.b.	12,9	24,7	0,16	0,0	87,0	8,9	0,4	71,2	8,4	686,4	80	21,0	5,0	21,2%	9,1%	1,18	1,03
	C1-19	m 2weeks	13.05.2014	I0000774	2,0	70	n.b.	12,2	31,9	0,17	0,0	80,1	7,9	0,4	69,3	8,3	650,1	80	20,9	1,0	21,2%	9,1%	1,18	1,03
	C1-20		13.05.2014	I0000775	2,0	70	n.b.	11,4	34,2	0,16	0,0	70,1	7,5	0,4	75,2	8,7	661,3	80	20,9	1,0	21,2%	9,1%	1,18	1,03
	C1-21		13.05.2014	I0000776	2,0	70	n.b.	11,8	36,1	0,15	0,0	67,1	7,4	0,4	77,3	8,8	627,7	80	20,9	1,0	21,2%	9,1%	1,18	1,03
	C1-22		13.05.2014	I0000777	2,0	70	n.b.	9,0	33,4	0,20	0,0	70,5	6,0	0,4	59,3	7,7	663,1	65	20,9	1,0	21,2%	9,1%	1,18	1,03
	C1-23		13.05.2014	I0000778	2,0	70	n.b.	9,5	32,3	0,21	0,0	79,3	6,4	0,5	56,8	7,5	677,5	65	20,9	1,0	21,2%	9,1%	1,18	1,03
	C1-24		13.05.2014	I0000779	2,0	70	n.b.	7,6	36,9	0,28	0,0	78,7	4,6	0,5	41,2	6,4	609,0	50	20,9	1,0	21,2%	9,1%	1,18	1,03
	C1-25		13.05.2014	I0000780	2,0	70	n.b.	7,3	29,5	0,28	0,0	85,4	5,0	0,5	41,2	6,4	687,4	50	20,9	1,0	21,2%	9,1%	1,18	1,03
	C1-26	m 4 weeks	27.05.2014	I0000857	2,0	70	n.b.	10,5	24,2	0,16	0,0	77,3	7,9	0,4	71,8	8,5	755,5	80	23,4	1,0	21,2%	9,1%	1,18	1,03
	C1-27		27.05.2014	I0000858	2,0	70	n.b.	9,9	27,2	0,22	0,0	92,6	7,0	0,5	52,7	7,3	703,7	65	23,4	1,0	21,2%	9,1%	1,18	1,03
	C1-28		27.05.2014	I0000859	2,0	70	n.b.	9,6	22,8	0,22	0,0	93,7	7,0	0,5	52,0	7,2	724,4	65	23,4	1,0	21,2%	9,1%	1,18	1,03
	C1-29		27.05.2014	I0000860	2,0	70	n.b.	6,5	27,6	0,30	0,0	90,3	5,0	0,5	38,6	6,2	766,4	50	23,4	1,0	21,2%	9,1%	1,18	1,03
	C1-30		27.05.2014	I0000861	2,0	70	n.b.	6,7	24,3	0,33	0,0	98,1	5,0	0,6	35,3	5,9	739,4	50	23,4	1,0	21,2%	9,1%	1,18	1,03
	C1-31	m 4 weeks dest	27.05.2014	I0000862	2,0	70	n.b.	11,4	26,2	0,17	0,0	81,2	8,2	0,4	70,4	8,4	715,7	80	22,3	1,0	21,2%	9,1%	1,18	1,03
	C1-32		27.05.2014	I0000863	2,0	70	n.b.	11,2	27,0	0,17	0,0	86,7	8,5	0,4	68,3	8,3	755,0	80	22,3	1,0	21,2%	9,1%	1,18	1,03
	C1-33		27.05.2014	I0000864	2,0	70	n.b.	8,6	28,4	0,23	0,0	89,2	6,6	0,5	51,6	7,2	765,2	65	22,3	1,0	21,2%	9,1%	1,18	1,03
	C1-34		27.05.2014	I0000865	2,0	70	n.b.	10,8	29,1	0,16	0,0	73,7	7,5	0,4	71,4	8,4	696,1	80	22,3	1,0	21,2%	9,1%	1,18	1,03
	C1-35		27.05.2014	I0000867	2,0	70	n.b.	7,8	29,6	0,34	0,0	120,6	5,9	0,6	34,3	5,9	756,8	50	22,3	1,0	21,2%	9,1%	1,18	1,03
<b>C2</b>	C2-1	m zero	29.04.2014	I0000688	2,0	70	n.b.	12,1	22,3	1,39	550,8	724,3	8,7	1,2	8,4	2,9	719,2	80	20,6	1,0	21,2%	9,1%	1,18	1,03
	C2-2		29.04.2014	I0000689	2,0	70	n.b.	12,0	22,0	1,04	558,7	538,5	8,6	1,0	11,2	3,3	716,7	80	20,6	1,0	21,2%	9,1%	1,18	1,03
	C2-3		29.04.2014	I0000690	2,0	70	n.b.	12,2	23,0	0,82	558,9	435,1	8,8	0,9	14,2	3,8	721,5	80	20,6	1,0	21,2%	9,1%	1,18	1,03
	C2-4		29.04.2014	I0000691	2,0	70	n.b.	12,2	23,4	0,82	558,7	429,0	8,7	0,9	14,3	3,8	716,3	80	20,6	1,0	21,2%	9,1%	1,18	1,03
	C2-5		29.04.2014	I0000692	2,0	70	n.b.	11,3	21,6	0,79	558,6	353,7	7,4	0,9	14,7	3,8	656,4	65	20,6	1,0	21,2%	9,1%	1,18	1,03
	C2-6		29.04.2014	I0000693	2,0	70	n.b.	11,0	20,1	0,52	535,9	224,6	7,2	0,7	22,3	4,7	650,8	65	20,6	1,0	21,2%	9,1%	1,18	1,03
	C2-7		29.04.2014	I0000694	2,0	70	n.b.	10,8	21,0	0,85	558,9	365,9	7,1	0,9	13,7	3,7	660,7	65	20,6	1,0	21,2%	9,1%	1,18	1,03

Anhang

C2-8		29.04.2014	I0000695	2,0	70	n.b.	11,0	21,7	0,74	558,9	327,2	7,3	0,9	15,7	4,0	665,4	65	20,6	1,0	21,2%	9,1%	1,18	1,03
C2-9		29.04.2014	I0000696	2,0	70	n.b.	8,2	20,4	0,70	556,0	209,4	5,0	0,8	16,7	4,1	609,5	50	20,6	1,0	21,2%	9,1%	1,18	1,03
C2-10		29.04.2014	I0000697	2,0	70	n.b.	8,4	21,0	0,76	537,3	247,4	5,4	0,9	15,3	3,9	643,4	50	20,6	1,0	21,2%	9,1%	1,18	1,03
C2-11		29.04.2014	I0000698	2,0	70	n.b.	7,9	23,7	0,84	555,6	249,9	5,0	0,9	13,9	3,7	628,7	50	20,6	1,0	21,2%	9,1%	1,18	1,03
C2-12		29.04.2014	I0000699	2,0	70	n.b.	8,0	20,5	0,64	526,9	201,2	5,2	0,8	18,2	4,3	652,3	50	20,6	1,0	21,2%	9,1%	1,18	1,03
C2-13	m 1week	06.05.2014	I0000718	2,0	70	n.b.	12,6	20,5	1,00	561,4	543,4	9,1	1,0	11,7	3,4	720,9	80	19,8	1,0	21,2%	9,1%	1,18	1,03
C2-14		06.05.2014	I0000719	2,0	70	n.b.	12,5	20,8	0,82	561,5	424,0	8,7	0,9	14,3	3,8	692,9	80	19,8	1,0	21,2%	9,1%	1,18	1,03
C2-15		06.05.2014	I0000720	2,0	70	n.b.	12,4	20,4	0,50	561,5	264,2	8,8	0,7	23,3	4,8	708,8	65	19,8	1,0	21,2%	9,1%	1,18	1,03
C2-16		06.05.2014	I0000721	2,0	70	n.b.	10,5	21,5	0,47	479,1	186,0	6,6	0,7	25,0	5,0	631,7	65	19,8	1,0	21,2%	9,1%	1,18	1,03
C2-17		06.05.2014	I0000722	2,0	70	n.b.	10,5	20,3	0,40	462,6	165,8	7,0	0,6	29,5	5,4	664,2	65	19,8	1,0	21,2%	9,1%	1,18	1,03
C2-18		06.05.2014	I0000723	2,0	70	n.b.	8,5	20,3	0,79	519,7	265,3	5,6	0,9	14,7	3,8	655,4	50	19,8	1,0	21,2%	9,1%	1,18	1,03
C2-19		06.05.2014	I0000724	2,0	70	n.b.	8,6	20,3	0,58	468,3	192,9	5,6	0,8	20,2	4,5	645,8	50	19,8	1,0	21,2%	9,1%	1,18	1,03
C2-20		06.05.2014	I0000725	2,0	70	n.b.	12,5	22,6	0,27	331,4	143,2	8,7	0,5	42,7	6,5	699,3	80	19,8	1,0	21,2%	9,1%	1,18	1,03
C2-21		06.05.2014	I0000726	2,0	70	n.b.	11,5	21,8	0,46	386,7	212,6	7,7	0,7	25,2	5,0	666,5	65	19,8	1,0	21,2%	9,1%	1,18	1,03
C2-22		06.05.2014	I0000728	2,0	70	n.b.	8,9	21,6	0,89	561,7	320,1	6,0	0,9	13,2	3,6	676,6	50	19,8	1,0	21,2%	9,1%	1,18	1,03
C2-23	m 1 week dest	06.05.2014	I0000735	2,0	70	n.b.	12,7	22,3	1,56	561,9	882,8	9,4	1,2	7,5	2,7	743,8	80	21,0	1,0	21,2%	9,1%	1,18	1,03
C2-24		06.05.2014	I0000736	2,0	70	n.b.	13,3	22,0	1,27	561,9	756,3	9,9	1,1	9,2	3,0	744,1	80	21,0	1,0	21,2%	9,1%	1,18	1,03
C2-25		06.05.2014	I0000737	2,0	70	n.b.	11,0	21,4	1,04	561,7	489,8	7,8	1,0	11,2	3,3	710,5	65	21,0	1,0	21,2%	9,1%	1,18	1,03
C2-26		06.05.2014	I0000738	2,0	70	n.b.	11,3	21,9	0,87	559,1	419,7	8,0	0,9	13,4	3,7	710,0	65	21,0	1,0	21,2%	9,1%	1,18	1,03
C2-27		06.05.2014	I0000739	2,0	70	n.b.	9,0	22,6	1,39	561,6	511,3	6,1	1,2	8,4	2,9	680,9	50	21,0	1,0	21,2%	9,1%	1,18	1,03
C2-28		06.05.2014	I0000740	2,0	70	n.b.	8,6	22,2	1,04	561,5	380,0	6,1	1,0	11,2	3,3	705,2	50	21,0	1,0	21,2%	9,1%	1,18	1,03
C2-29	m 2 weeks	13.05.2014	I000781	2,0	70	n.b.	11,3	21,5	1,35	554,1	694,9	8,6	1,2	8,7	2,9	760,8	80	20,9	1,0	21,2%	9,1%	1,18	1,03
C2-30		13.05.2014	I000782	2,0	70	n.b.	11,0	21,6	1,09	478,7	555,4	8,5	1,0	10,7	3,3	769,6	80	20,9	1,0	21,2%	9,1%	1,18	1,03
C2-31		13.05.2014	I000783	2,0	70	n.b.	9,7	21,4	1,28	554,0	529,1	6,9	1,1	9,1	3,0	712,2	65	20,9	1,0	21,2%	9,1%	1,18	1,03
C2-32		13.05.2014	I000784	2,0	70	n.b.	9,9	21,7	1,25	554,4	526,3	7,0	1,1	9,3	3,1	707,1	65	20,9	1,0	21,2%	9,1%	1,18	1,03
C2-33		13.05.2014	I000785	2,0	70	n.b.	7,2	22,4	1,95	554,7	631,6	5,4	1,4	6,0	2,4	753,4	50	20,9	1,0	21,2%	9,1%	1,18	1,03
C2-34		13.05.2014	I000786	2,0	70	n.b.	7,3	22,3	1,87	554,7	591,7	5,3	1,4	6,2	2,5	722,5	50	20,9	1,0	21,2%	9,1%	1,18	1,03
C2-35	m 4 weeks	27.05.2014	I0000868	2,0	70	n.b.	11,8	21,7	1,43	0,0	714,5	8,3	1,2	8,1	2,9	704,2	80	23,4	1,0	21,2%	9,1%	1,18	1,03
C2-36		27.05.2014	I0000869	2,0	70	n.b.	11,2	20,7	1,09	0,0	510,4	7,8	1,0	10,7	3,3	694,0	80	23,4	1,0	21,2%	9,1%	1,18	1,03
C2-37		27.05.2014	I0000870	2,0	70	n.b.	9,1	22,7	1,63	0,0	672,8	6,9	1,3	7,2	2,7	756,3	65	23,4	1,0	21,2%	9,1%	1,18	1,03
C2-38		27.05.2014	I0000871	2,0	70	n.b.	10,0	20,9	1,88	0,0	838,0	7,4	1,4	6,2	2,5	741,0	65	23,4	1,0	21,2%	9,1%	1,18	1,03
C2-39		27.05.2014	I0000872	2,0	70	n.b.	8,0	22,7	1,63	0,0	519,4	5,3	1,3	7,1	2,7	662,2	50	23,4	1,0	21,2%	9,1%	1,18	1,03
C2-40		27.05.2014	I0000873	2,0	70	n.b.	8,1	22,2	1,63	0,0	528,7	5,4	1,3	7,2	2,7	667,6	50	23,4	1,0	21,2%	9,1%	1,18	1,03
C2-41	m 4 weeks dest	27.05.2014	I0000874	2,0	70	n.b.	12,0	21,0	0,82	537,2	403,8	8,3	0,9	14,3	3,8	688,0	80	22,3	1,0	21,2%	9,1%	1,18	1,03
C2-42		27.05.2014	I0000875	2,0	70	n.b.	12,0	22,3	0,84	542,4	427,7	8,5	0,9	13,9	3,7	708,7	80	22,3	1,0	21,2%	9,1%	1,18	1,03
C2-43		27.05.2014	I0000876	2,0	70	n.b.	10,5	21,1	1,05	557,0	453,2	7,2	1,0	11,1	3,3	686,9	65	22,3	1,0	21,2%	9,1%	1,18	1,03
C2-44		27.05.2014	I0000877	2,0	70	n.b.	10,3	21,7	1,14	557,1	491,5	7,2	1,1	10,2	3,2	694,6	65	22,3	1,0	21,2%	9,1%	1,18	1,03
C2-45		27.05.2014	I0000878	2,0	70	n.b.	8,4	21,5	1,13	510,1	357,0	5,2	1,1	10,3	3,2	624,2	50	22,3	1,0	21,2%	9,1%	1,18	1,03
C2-46		27.05.2014	I0000879	2,0	70	n.b.	8,1	22,4	1,84	0,0	593,1	5,4	1,4	6,3	2,5	663,2	50	22,3	1,0	21,2%	9,1%	1,18	1,03
<b>C3</b>																							
C3-1	m zero	06.05.2014	I0000741	2,0	70	n.b.	11,5	20,7	2,26	0,0	1110,1	8,2	1,5	5,2	2,3	711,6	80	20,9	1,0	21,2%	30,8%	1,18	1,03
C3-2		06.05.2014	I0000742	2,0	70	n.b.	11,3	19,1	2,06	0,0	1007,5	8,1	1,4	5,7	2,4	720,9	80	20,9	1,0	21,2%	30,8%	1,18	1,03
C3-3		06.05.2014	I0000743	2,0	70	n.b.	9,4	19,7	2,51	0,0	986,0	6,5	1,6	4,7	2,2	696,8	65	20,9	1,0	21,2%	30,8%	1,18	1,03
C3-4		06.05.2014	I0000744	2,0	70	n.b.	9,3	20,2	2,67	0,0	1023,9	6,4	1,6	4,4	2,1	687,3	65	20,9	1,0	21,2%	30,8%	1,18	1,03
C3-5		06.05.2014	I0000745	2,0	70	n.b.	7,4	20,3	3,41	0,0	1067,1	5,2	1,8	3,4	1,8	704,5	50	20,9	1,0	21,2%	30,8%	1,18	1,03

Anhang

C3-6		06.05.2014	I0000746	2,0	70	n.b.	7,5	20,6	3,48	0,0	1064,4	5,1	1,9	3,4	1,8	679,2	50	20,9	1,0	21,2%	30,8%	1,18	1,03
C3-7	m 1 week	13.05.2014	I0000787	2,0	70	n.b.	11,4	18,8	1,95	535,6	953,2	8,2	1,4	6,0	2,4	715,5	80	20,9	1,0	21,2%	30,8%	1,18	1,03
C3-8		13.05.2014	I0000788	2,0	70	n.b.	11,3	18,9	1,90	503,1	926,2	8,1	1,4	6,2	2,5	723,3	80	20,9	1,0	21,2%	30,8%	1,18	1,03
C3-9		13.05.2014	I0000789	2,0	70	n.b.	10,4	19,4	2,26	0,0	1127,9	8,3	1,5	5,2	2,3	799,5	65	20,9	1,0	21,2%	30,8%	1,18	1,03
C3-10		13.05.2014	I0000790	2,0	70	n.b.	10,1	18,8	2,76	0,0	1156,2	7,0	1,7	4,2	2,1	691,7	65	20,9	1,0	21,2%	30,8%	1,18	1,03
C3-11		13.05.2014	I0000791	2,0	70	n.b.	7,6	19,5	3,60	0,0	1122,0	5,2	1,9	3,2	1,8	683,3	50	20,9	1,0	21,2%	30,8%	1,18	1,03
C3-12		13.05.2014	I0000792	2,0	70	n.b.	7,5	19,9	3,46	0,0	1046,0	5,0	1,9	3,4	1,8	671,5	50	20,9	1,0	21,2%	30,8%	1,18	1,03
C3-13	m 3 weeks	27.05.21014	I0000850	2,0	70	n.b.	11,5	18,1	2,16	413,2	1089,6	8,4	1,5	5,4	2,3	729,5	80	23,2	1,0	21,2%	30,8%	1,18	1,03
C3-14		27.05.21014	I0000851	2,0	70	n.b.	11,1	18,6	2,16	447,2	1017,6	7,8	1,5	5,4	2,3	705,9	80	23,2	1,0	21,2%	30,8%	1,18	1,03
C3-15		27.05.21014	I0000852	2,0	70	n.b.	9,8	18,9	3,01	473,8	1256,7	7,0	1,7	3,9	2,0	710,8	65	23,2	1,0	21,2%	30,8%	1,18	1,03
C3-16		27.05.21014	I0000853	2,0	70	n.b.	10,0	19,2	2,68	536,5	1032,4	6,4	1,6	4,4	2,1	643,0	65	23,2	1,0	21,2%	30,8%	1,18	1,03
C3-17		27.05.21014	I0000854	2,0	70	n.b.	7,6	20,0	3,72	556,4	1126,9	5,1	1,9	3,1	1,8	665,1	50	23,2	1,0	21,2%	30,8%	1,18	1,03
C3-18		27.05.21014	I0000855	2,0	70	n.b.	7,7	20,2	3,69	556,4	1120,8	5,1	1,9	3,2	1,8	657,1	50	23,2	1,0	21,2%	30,8%	1,18	1,03