

IUTA e.V.  
DIFK GmbH

Name der Forschungsstellen

12262 N / GAG 2

AiF-Vorhaben-Nr. / GAG

01.12.1999 bis 30.11.2001

Bewilligungszeitraum

**Schlußbericht für den Zeitraum : 01.12.1999 bis 30.11.2001**

zu dem aus Haushaltsmitteln des BMWi über die



geförderten Forschungsvorhaben

Forschungsthema :

**Entwicklung eines Verfahrens zur Herstellung poröser Filter zur Fluidreinigung unter Verwendung von Schleifschlämmen und Metallspänen**

Duisburg, 26.04.2002

Ort, Datum

A handwritten signature in black ink, appearing to be 'Ej-Cj', written over a horizontal line.

Unterschrift der/des Projektleiter(s)

## AiF-Abschlussbericht

### **Entwicklung eines Verfahrens zur Herstellung poröser Filter zur Fluidreinigung unter Verwendung von Schleifschlämmen und Metallspänen**

AiF-Forschungsvorhaben-Nr.: 12262 N

Berichtszeitraum: 01.12.1999 – 30.11.2001

Forschungsstellen:

1. Institut für Energie- und Umwelttechnik e.V. IUTA, Duisburg
2. Deutsches Institut für Feuerfest und Keramik GmbH (DIFK), Bonn

Projektleiter:

Dr.-Ing. E. Erich (IUTA), Prof. Dr. J. Pötschke (DIFK)

Projektbearbeiter:

M. Neumann (IUTA), H. Wuthnow (DIFK)

Duisburg, den 26. April 2002

# Inhaltsverzeichnis

<b>1</b>	<b>Wissenschaftliche Problemstellung</b>	<b>3</b>
<b>2</b>	<b>Stand der Forschung und Technik</b>	<b>4</b>
<b>3</b>	<b>Forschungsziel</b>	<b>6</b>
<b>4</b>	<b>Forschungsergebnisse</b>	<b>7</b>
4.1	Auswahl von repräsentativen Metallschlämmen und -spänen	7
4.2	Auslegung und Bau einer Pressform	10
4.3	Aufbau des Sintergrundkörpers	11
4.3.1	Metallspäne und -schleifschlamm	11
4.3.2	Bindemittel	12
4.3.3	Mischung der Rohstoffe	13
4.3.4	Formgebung	14
4.3.5	Trocknung	15
4.3.6	Sinterung	15
4.3.7	Zusammenfassung	16
4.4	Aufbringen der dünnen Deckschicht	18
4.5	Darstellung der filtrationsrelevanten Strukturmerkmale	20
4.5.1	Bestimmung des Druckverlustes	20
4.5.2	Porosität der Filter M18	26
4.6	Feststellung der physikalischen Eigenschaften	27
4.6.1	Spezifische Wärmekapazität	28
4.6.2	Wärmeleitfähigkeit	28
4.6.3	Mechanische Stabilität	29
4.7	Emissionsverhalten beim Trocknen der Sintergrundkörper	29
4.8	Emissionsverhalten beim Sinterprozess	31
4.8.1	Messobjekt Gesamtkohlenstoff (Summe von $C_{\text{ges.}}\text{-organisch}$ , $\text{CO}_2$ , $\text{CO}$ )	32
4.8.2	Messobjekt Sauerstoff	34
4.8.3	Messobjekt Schwefeldioxid	35
4.9	Kostenabschätzung	35
<b>5</b>	<b>Anwendung und wirtschaftliche Bedeutung</b>	<b>36</b>
<b>6</b>	<b>Zusammenfassung</b>	<b>37</b>
<b>7</b>	<b>Ausblick</b>	<b>38</b>
<b>8</b>	<b>Literatur</b>	<b>40</b>
<b>9</b>	<b>Anhang</b>	<b>43</b>



## 1 Wissenschaftliche Problemstellung

Keramik- und Sintermetallfilter eignen sich wegen ihrer hohen Temperaturbeständigkeit und ihres guten Abscheidegrades als Filtermedien zur Entstaubung heißer Prozess- oder Abgase (Temperaturen bis ca. 1000 °C). Selbst zur Abscheidung von submikronen Partikeln sind diese Filtermedien geeignet. Auch bei hohen Temperaturen kann ein stabiler Betriebspunkt, das heißt ein konstanter Druckverlust bei gleichbleibenden Filtrationsperioden bei regelmäßiger Abreinigung, aufrecht erhalten werden. Abgereinigt werden diese Filter in der Regel mit dem Druckluftimpulsverfahren. Ein zweischichtiger, asymmetrischer Aufbau der Filterelemente ermöglicht eine Oberflächenfiltration und verhindert somit ein schnelles Verstopfen der Poren in inneren Bereichen des Filters, was zu einem starken Druckverlust führen würde. Beschichtungen mit sehr feinporösem Aufbau bei geringer Schichtdicke und damit geringem Druckverlust werden bevorzugt. Während bei gängigen gesinterten Formteilen die Porosität für die Funktion mehr oder weniger bedeutungslos bleibt, ist sie bei gesinterten Filtern oder Gleitlagern der wichtigste Träger der Gebrauchseigenschaften. Gesinterte Metallfilter weisen eine Raumerfüllung von 10-85 % auf. Die bisher verwendeten Materialien sind vorherrschend Korn- oder Fasermetalle bzw. -keramiken, die zu den aus der Entstaubungstechnik bekannten Filterformen (z. B. Schläuche, Kerzen, Patronen) aufgebaut werden. Die Formgebung der Filter in Lamellenstruktur erhöht die Stabilität und die Filterfläche bei gleichem Bauvolumen und verbessert die Filtrationseigenschaften. Die Herstellung solcher Heißgasfilter ist aufgrund der teuren Ausgangsmaterialien (Pulver oder Wirrfasern) sehr kostspielig, so dass noch kein umfassender Marktzugang erreicht werden konnte.

Beim Schleifen von Metallwerkstücken fallen neben groben Metallspänen besonders feine Späne und Stäube an, die mit ölhaltigen Kühlschmierstoffen und Schleifmitteln behaftet sind und als Abfall eingestuft werden. Diese sogenannten Schleifschlämme, deren Entsorgung für den Erzeugerbetrieb teuer ist, müssen vor der Verwertung der Metallphase in der Regel mit aufwändigen Verfahren vom Öl befreit werden. Auch nach der Entölung gestaltet sich die Verwertung schwierig. So müssen z. B. die Schleifschlämme vor ihrer Verwendung in einem Verhüttungsprozess angesintert werden, wobei die Metalle oxidieren, um danach im Hochofen wieder zum Metall reduziert zu werden.



## 2 Stand der Forschung und Technik

Filternde Abscheider zur Staubemissionsminderung werden in verschiedenen Bauformen mit unterschiedlichen Filtermaterialien gefertigt. Gewebeabscheider, vorherrschend Schlauchfilter, sind jedoch nur bedingt temperaturstabil. Zwar gibt es zur Entstaubung von Prozessgasen Heißgasschlauchfilter, vorrangig aus Glasgeweben, jedoch liegt die obere Temperaturgrenze je nach Material bei 280° C im Dauerbetrieb /1/. Bei verschiedenen technischen Prozessen ist es aber vorteilhaft, bei noch höheren Temperaturen zu entstauben /2/. So findet die Heißgasentstaubung Anwendung beim Schmelzbrandverfahren, in der chemischen Verfahrenstechnik und bei der Entstaubung hinter Müllverbrennungsanlagen /3/, /4/, /5/, /6/. Darüber hinaus gibt es noch eine Vielzahl anderer Anwendungsfälle, insbesondere dort, wo es gilt, feinste metallhaltige Stäube zurückzuhalten. Es ist allgemein bekannt, dass höhere Temperaturen den Abscheidemechanismus der Diffusion begünstigen, was hauptsächlich die Feinstaubabscheidung positiv beeinflusst /7/.

Heißgasentstaubungen werden derzeit bis ca. 1000° C durchgeführt. Bei diesen hohen Temperaturen werden, neben Zyklonen, filternde Abscheider (u.a. Schüttschichtfilter, Metallgewebefilter und poröse Sinterfilter aus verschiedensten Metallen bzw. Legierungen) eingesetzt. Zyklone besitzen hin zur kleineren Partikeldurchmessern nur einen geringen Abscheidegrad und dienen deshalb meistens nur als Vorfilter /8/, /9/. Schüttschichtfilter werden überwiegend im Bereich klebender Stäube eingesetzt /10/.

Die bisher verwendeten Materialien zur Herstellung von Sinterfiltern sind, wie oben bereits erwähnt wurde, vorherrschend Metallkorn-, -faser bzw. Keramikfasern. Diese Filtermedien kommen hauptsächlich als Patronenfilter zum Einsatz. Zum Aufbau des Filtermaterials werden Metallfasern mit einem Durchmesser von 2 bis 40 µm verarbeitet, die zu sogenannten Wirrfasern verfilzt werden. Anschließend wird das Vlies im Verbund mit einem Drahtgewebe im Vakuum gesintert und danach aufgewalzt. Durch die Kombination verschiedener Metallvliesbahnen werden unterschiedliche Qualitäten erzeugt. Es werden Filterfeinheiten von 1 bis 20 µm hergestellt, die Schichtdicke der Filter beträgt zwischen 0,2 und 1,2 mm. Für bestimmte Anwendungen werden auch Kerzenfilter eingesetzt /11/, /12/, /13/.



Bei der Herstellung von keramischen Filterelementen kommen die unterschiedlichsten Basiswerkstoffe zum Einsatz. So werden Filter aus  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ,  $\text{SiO}_2$ ,  $\text{B}_2\text{O}_3$ , aber auch aus SiC aufgebaut. Dadurch ergibt sich ein breites Anwendungsgebiet der Keramikfilter /2/, /14/, /15/, /16/, /17/.

Beide Basiswerkstoffe für Sinterfilter, Metalle und keramische Materialien, haben trotz der anerkannten Vorteile noch keine umfassende Akzeptanz am Markt gefunden. Dies liegt hauptsächlich am hohen Preis der Filter (verglichen mit herkömmlichen textilen Filtern) aber auch an der anspruchsvollen Filtertechnik /1/. Da die Materialbeschaffenheit und dabei insbesondere die Porosität den Erfordernissen der Entstaubungstechnik genügen muss, kann nicht bei allzu hoher Temperatur gesintert werden, was bei Korn-Faser-Materialien zu einem mangelhaften Verbund der Komponenten führen kann. Die Erzeugung von Metallpulver erfolgt in der Regel sehr energieaufwändig. Zur Erzeugung von Metallpulver, die günstige Teilchengrößen, Fülldichten, Fließvermögen, Pressbarkeit und Sinterfähigkeit besitzen, werden hauptsächlich Verfahren verwendet, die auf einer Luft- oder Wasserverdüsung der geschmolzenen Rohpulver basieren /18/. Hier ist das Roheisenzunderverfahren zu nennen, aber auch neuere Techniken, wie das Coldstream-Verfahren, welches zur Nachzerkleinerung der Pulver eingesetzt wird. Bei speziellen Anforderungen an das Metallpulver werden auch chemische Verfahren (z. B. Elektrolyse, Carbonyl-Verfahren) angewandt /19/.

Zusammenfassend ist festzustellen, dass die Herstellung von Sinterfiltern kostenintensiv ist. Die Anwendungsmöglichkeiten werden dadurch sehr eingeschränkt. Eine grundlegende Möglichkeit, die Herstellung von Sinterfiltern wirtschaftlicher zu gestalten, liegt in der Verwendung von günstigen Ausgangsmaterialien, z. B. von Schleifschlämmen und Metallspänen aus der spanenden Metallbearbeitung. Diese Abfälle sind zum großen Teil mit nichtwassermischbaren Kühlschmierstoffen behaftet, welche als Hauptbestandteil Grundöle (Mineralöle, Esteröle oder Fettöle) enthalten, die zur Schmierung dienen. Ferner enthalten die Kühlschmierstoffe Emulgatoren, Korrosionsinhibitoren, Lösungsvermittler, Antischaummittel, Bakterizide und Haftvermittler. Zur weiteren Verwertung der Schleifschlämme und der Metallspäne müssen die ölhaltigen Anhaftungen aufwändig entfernt werden. Ist das nicht möglich, verbleibt als Entsorgungsweg die Deponierung der Schleifschlämme, welcher in der Regel sehr kostenintensiv für die Erzeugerbetriebe ist.



Eine vorgeschaltete Reinigung der Schleifschlämme und der Metallspäne macht jedoch die weitere Verwertung ohne Wertschöpfung unrentabel. Eine solche Wertschöpfung kann in der Rückgewinnung einer qualitativ hochwertigen Ölphase zum Wiedereinsatz in einem Fertigungsbetrieb liegen, bzw. in einer Wiederverwertung der metallischen Phase, z. B. bei einem Verhüttungsprozess.

Vor dem Hintergrund, dass in Deutschland jährlich etwa 250.000 t ölhaltige Schleifschlämme und ca. 1,4 Mio. t ölbehaftete Metallspäne anfallen, die entsorgt oder einer stofflichen Wiederverwertung zugeführt werden müssen, ist der Einsatz eines solchen, bereits in einer geeigneten Größenverteilung vorliegenden Materials zum Aufbau von Sintermetallgütern besonders interessant /20/, /21/. Das Projekt zielt daher auf eine mögliche Wiederverwertung dieser Abfallstoffe, ohne eine vorherige aufwändige und damit kostenintensive Entfernung der Ölanhaftungen.

### **3 Forschungsziel**

Ziel des Forschungsvorhaben ist es, einen porösen metallischen Sinterfilter zur Fluidreinigung auf Basis der oben genannten Abfälle aus der metallverarbeitenden Industrie herzustellen. Dies bedeutet, aus den Abfallstoffen Schleifschlämme und Metallspäne wird ein Produkt mit hoher Wertschöpfung im Sinne eines integrierten Umweltschutzes hergestellt.

Eine vorherige Entölung der Schlämme und der Späne soll möglichst nicht durchgeführt werden. Um eine ausreichende mechanische Stabilität zu gewährleisten, ist es notwendig Schleifschlämme und Metallspäne zu vermischen. Der Rohling kann auf der Filteranströmseite vor dem Sintern mit einer weiteren Lage Schleifschlamm feinerer Körnung versehen werden /22/. Ziel dieses Aufbaus ist es, eine von der Luftanström- zur Luftabströmseite hin aufgeweitete Porengeometrie zu erzeugen, um dadurch den Filterdruckverlust herabzusetzen. Ferner sollen bestimmte Einflüsse der Sinterung auf die Porosität und die Porengeometrie der hergestellten Filter hin untersucht werden. Zu diesen Faktoren zählen die Korngrößenverteilung der Einsatzmaterialien, die Sintertemperatur und -zeit sowie der Sauerstoff-/Stickstoffgehalt der Atmosphäre im Sinterofen. Um die Reproduzierbarkeit des Sinterns zu verbessern, wird die Methode des Reaktionssinterns verwendet, bei der das Sintergut (Metall) mit Luft oxidiert wird. Die dadurch hergestellten Filter sollen bei den verschiedensten Entstaubungsproblemen Verwendung finden können.



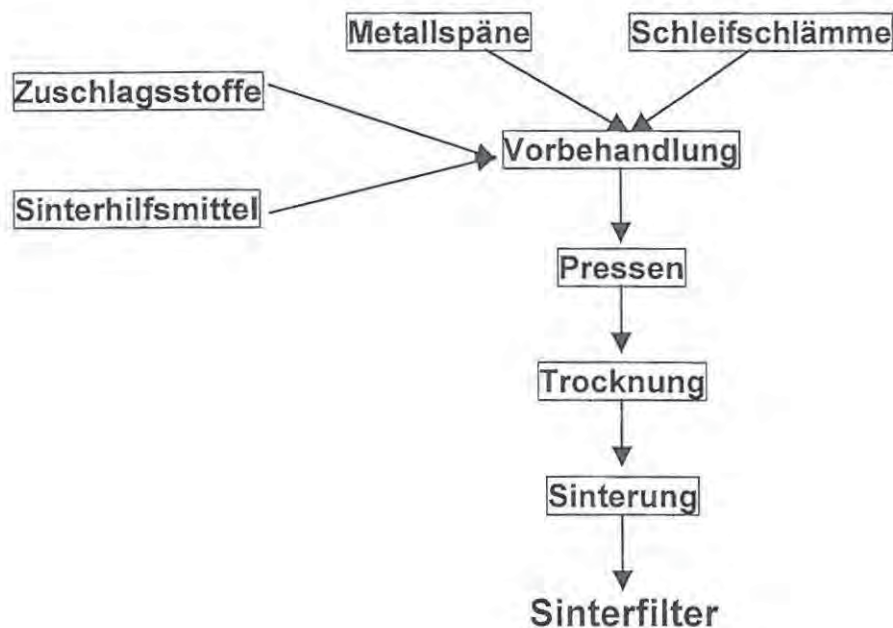
Darüber hinaus haben bei der Filterherstellung die Belange des Umweltschutzes und natürlich die Wirtschaftlichkeit eine große Bedeutung.

Durch Emissionsmessungen während des Trocknungs- und Sinterprozesses können Aussagen über die Entwicklung von Schadgasen getroffen werden. Eventuell führt dies zum Ergreifen von Maßnahmen zur Emissionsminderung ergriffen werden.

Zum Abschluss des Projektes wird eine Stoff- und Energiebilanz aufgestellt, die in eine Wirtschaftlichkeitsbetrachtung eingeht. Es soll abgeschätzt werden, ob das angestrebte Verfahren kostengünstiger als andere Verfahren zur Herstellung von Sinterfiltern ist.

## 4 Forschungsergebnisse

Die prinzipielle Vorgehensweise zur Fertigung der Sinterfilter aus den Abfallstoffen Schleifschlämme und Metallspäne stellt sich folgendermaßen dar:



### 4.1 Auswahl von repräsentativen Metallschlämmen und -spänen

Bei der Bearbeitung von Metallen durch Drehen, Bohren, Fräsen und Schleifen fallen mit Kühlschmierstoffen behaftete Metallspäne und Schlämme an. Die Größe der Späne variiert, je nachdem bei welchem Bearbeitungsschritt sie anfallen, von einigen mm bis zu mehreren cm, z. B. bei Drehspänen.



Beim Schleifen der Werkstücke entstehen Schlämme mit einer Partikelgröße von 1-500 µm, die mit Kühlschmierstoffen, Schleifmittelabrieb und sonstigen Stoffen verunreinigt sind. Dieser Schlamm wird als Metallschleifschlamm bezeichnet.

Nach dem Abschluss der AiF-Projekte 9563 N "Aufbereitung von wässrigen Reststoffen mit integrierter Spanentölung" und 11902 N "Rückgewinnung von Bearbeitungsölen aus Schleifschlämmen und Anschwemmfilterschlämmen der metallverarbeitenden Industrie" standen für die Bearbeitung des Sinterfilterprojektes mehrere Sorten Metallspäne und Schleifschlämme sowohl im Originalzustand als auch entölt, zur Verfügung.

Die meisten der vorhandenen Späne- und Schleifschlammarten waren mit wassergemischten Kühlschmierstoffen (Emulsionen) versehen. Diese eignen sich nur bedingt zum Aufbau von Sintergut, da sich der extrem hohe Wassergehalt (bei einigen Kühlschmierstoffen > 50 Gew.-%) bei der Herstellung der Sintergrundkörper, beim Trocknen und anschließenden Sintern, in Bezug auf eine geeignete Porengeometrie als störend erweist. Hierbei ist zu berücksichtigen, dass ein bestimmter Wasseranteil aufgrund von feuchtem Bindemittel im Sintergut bereits vorhanden ist. Eine weitere Erhöhung des Wassergehaltes sollte daher vermieden werden. Das Projekt befasst sich ausschließlich mit Spänen und Schleifschlämmen, welche Ölanhaftungen aus nicht wassermischbaren Kühlschmierstoffen besitzen.

Für die Herstellung der Sinterfilter standen verschiedene Spansorten zur Verfügung, darunter mehrere Sorten Federstahlspäne und Gussspäne. Um eine homogene Mischung der Späne zu erhalten, wurden diese vor der weiteren Verarbeitung zentrifugiert. Auf diese Weise wurde ein großer Teil der Ölanhaftungen von den Spänen abgetrennt. Der Ölgehalt der zentrifugierten Federstahlspäne betrug nach der Vorbehandlung 4-5 Gew.-%, der Ölgehalt der zentrifugierten Gussspäne 2,2-3,5 Gew.-%.

Um eine ausreichend stabile Bindung und eine geeignete Porengeometrie innerhalb der Sinterfilter zu erzielen, muss der Metallanteil des Schleifschlammes einen hohen Eisengehalt aufweisen. Dadurch ist auch die Auswahl der geeigneten Metallspäne, die mit den Schlämmen gesintert werden, eingeschränkt. Eine weitere Einschränkung betrifft das Öl.

Der Schleifschlamm sollte nicht mit chlorhaltigem Öl versehen sein, da sich beim Sinterprozess möglicherweise hochtoxische organischen Verbindungen, wie z. B. die polychlorierten Dibenzodioxine und -furane (PCDD/F), bilden könnten /8/.



Es wurde daher ein Schleifschlamm ausgewählt, der bei der Verarbeitung verschiedener Graugusslegierungen anfällt.

a) Charakterisierung der Metallphase des Schleifschlammes:

Korngrößenverteilung: 1-50  $\mu\text{m}$   
 Mittlere Korngröße: ca. 40  $\mu\text{m}$   
 Ölgehalt: 18-20 Gew.-%,

b) Kornmorphologie der Federstahlspäne:

Überwiegend längliche Späne bis ca. 10 mm, teilweise Späne bis etwa 10 x 10 mm<sup>2</sup>.

Tabelle 1: Korngrößenanalyse der Gussspäne ölhaltig/entölt

Fraktion:	Anteil	
	ölhaltig (ca. 3 Gew.-% Öl)	entölt (< 0,5 Gew.-% Öl)
0 - 0,63 mm	28 Gew.-%	26,7 Gew.-%
0,63 - 1,0 mm	30,2 Gew.-%	22,9 Gew.-%
1,0 - 2,0 mm	31,9 Gew.-%	36,7 Gew.-%
2,0 - 4,0 mm	9,9 Gew.-%	13,7 Gew.-%

Tabelle 2: REM-EDAX-Analyse der Metallphase des Metallschleifschlammes

Element	Gewichts - %
Sauerstoff	4,2
Aluminium	0,4
Silicium	3,6
Chrom	0,1
Mangan	0,3
Eisen	91,4
Kupfer	0,2

Der Metallschleifschlamm wurde vor der Elementaranalyse der Metallphase durch eine Soxhlett-Extraktion mit Petrolether gereinigt, so dass die oben beschriebene Ölphase nicht mehr an den feinen Metallspänen anhaftete.



## 4.2 Auslegung und Bau einer Pressform

Im Projekt war vorgesehen, neben Platten- bzw. Flächenfiltern, auch Filter in weiteren Bauformen, wie beispielsweise Filterkerzen zu fertigen. Für die Herstellung von Flächenfiltern in Scheibenform wurde eine erste Pressform konstruiert, die auf industriell üblichen Pressen eingesetzt werden kann.

Mit diesen einfachen Flächenfiltern wurden die physikalischen Daten zur Beschreibung der Sinterqualität und der Filtrationseigenschaften (Filtergüte) aufgenommen.

Bei der Auslegung war zu berücksichtigen, dass das Pressgut aus metallischen Federstahl- und Gussspänen mit einer Breite bis zu 4 mm und einer Länge bis etwa 80 mm besteht und der Metallschleifschlamm Korngrößen von 1 - 50  $\mu\text{m}$  aufweist. Um den Formenverschleiß gering zu halten und die Haltbarkeit zu erhöhen, wurden die Formen aus gehärtetem Stahl gefertigt.

Es wurde eine erste Pressform gefertigt, mit der Sinterrohlinge mit 50 mm Durchmesser gepresst werden können.

Zur Herstellung von Flächenfiltern in Scheibenform mit 130 mm Durchmesser wurde eine Form gebaut, mit der ca. 20 mm dicke Sinterrohlinge gepresst werden konnten.

Die Pressvorrichtung besteht aus:

- 1.) einem zylindrischen Formenmantel, rund 230 x 160 mm<sup>2</sup>, Öffnung rund 130 mm;
- 2.) einem Oberstempel mit Aufnahmebohrung zum Heben, rund 130 x 80 mm<sup>2</sup>;
- 3.) einem Unterstempel, rund 130 x 50 mm<sup>2</sup>.

Der Formenmantel war mit 60 Rockwell gehärtet, Ober- und Unterstempel mit 56 Rockwell. Die hohe Härte des Pressmaterials war wegen der abrasiven Wirkung der Einsatzmaterialien notwendig.

Die Höhe des Mantels wurde mit 230 mm bemessen, um die Rohstoffmischung um den Faktor 4-5 auf die Rohlingshöhe von 20 mm verdichten zu können.

### 4.3 Aufbau des Sintergrundkörpers

Zur Herstellung von Sintergütern müssen zuerst die Einsatzmaterialien, die eventuell vorher entölt wurden, zusammen gemischt werden. Dazu sind Intensivmischer bzw. übliche Mischaggregate geeignet. Abhängig von den Rohguteigenschaften kann es notwendig werden den Sinterrohling unter Zugabe von Bindemittel zu fertigen. Das Bindemittel stellt die Formstabilität des Sinterrohlings bei der Trocknung sicher. Nachteilig bei der Zugabe des Bindemittels ist seine wässrige Anwendungsform, welche die Zugabe eines weiteren Zuschlagsstoffes, einem Lösevermittler Öl/Wasser, notwendig macht.

Vorgesehener Fertigungsprozess der Sinterfilter:

- Auswahl und Charakterisierung der Gussspäne
- Auswahl und Charakterisierung der Schleifschlämme
- Masseaufbereitung für den Sintergrundkörper
- Ansetzen der Mischung
- Befüllen der Form, Formgebung und Pressen
- Überprüfung der Stabilität / Grünfestigkeit einstellen
- Trocknen (ca. 8 h bei 110° C)
- Bestimmen von physikalischen Kennwerten
- Oxidierendes Sintern im elektrisch beheizten Ofen:  
T → 1000 °C, Aufheizrate 5 K/min, 2 h Haltezeit
- Bestimmen von physikalischen Kennwerten:  
Rohdichte, Brennwachsen, Durchströmbarkeit etc.

#### 4.3.1 Metallspäne und -schleifschlamm

Als Rohstoffe für den Sintergrundkörper standen ölhaltige Federstahl- und Gussspäne sowie Metallschleifschlämme zur Verfügung. Zusätzlich wurden auch entölte Späne verwendet. Es wurden nur Federstahl- und Gussspäne eingesetzt, die mit nicht wassermischbaren Kühlschmierstoffen behaftet waren. Die zum Aufbau der Sinterrohlinge verwendeten Metallspäne und Schleifschlämme sowie deren prozentualen Anteile in der Sintermischung sind in der Tabelle 7 (siehe Anhang) aufgeführt.



In ersten orientierenden Pressversuchen zur Ermittlung des Verdichtungsverhaltens und der zu erwartenden Maßhaltigkeit sind reine Federstahl- bzw. Gussstahlmischungen sowie Mischungen aus beiden Spansorten hergestellt und mit Schleifschlämmen in verschiedenen Mischungsverhältnissen verpresst worden.

Dabei zeigte es sich, dass reine Federstahl-/Schleifschlamm-mischungen nicht formbar sind. Es wurden verschiedene Federstahlsorten, entölt und ölbehaftet eingesetzt. Das Rückfedervermögen der Späne war selbst nach dem Pressen noch so hoch, dass der Formling zerfiel.

Daher ist zur Fertigung weiterer Rohlinge der Anteil an Federstahlspänen schrittweise durch Gussstahlspäne ersetzt worden.

Es zeigte sich jedoch, dass es selbst bei Federstahlspangehalten unter 10% nicht möglich war, einen ungestörten, formstabilen Pressling herzustellen.

Deshalb wurden für die weiteren Versuche ausschließlich Späne aus Gussstahl mit Schleifschlämmen verpresst.

Die beiden Rohstoffe, Gussstahlspäne und Metallschleifschlamm, sind auf ihre wesentlichen Charakteristika hin untersucht worden. Die Ergebnisse der Schleifschlammuntersuchung wurden bereits im Kapitel 4.1 zusammengefasst.

#### **4.3.2 Bindemittel**

Zur Herstellung des Grünlings, d. h. des formstabilen Sinterrohlings, ist es üblich, mit Hilfe eines Bindemittels die unterschiedlichen Einsatzmaterialien so zusammen zu binden, dass die für den Sinterbrand notwendige Grünfestigkeit erreicht wird. Dem Bindemittel kommt insbesondere dann eine zentrale Bedeutung zu, wenn, wie im vorliegenden Fall, ölbehaftete Güter mit Wasser angemischt und in einer Form verpresst werden.

Die Bindemittel für die Rohstoffmischungen müssen so konzipiert sein, dass sie im ungebrannten Zustand mit den Ölanteilen harmonisieren und Eigenschaften aufweisen, die dem Pressling ausreichende Grünfestigkeiten verleihen.

Da Öl bekanntermaßen als Trennmittel für Einsatzgüter wirkt, die mit Wasser gemischt werden, sind als Binder solche Zusätze erprobt worden, die eine hohe Klebkraft und eine gewisse Absorptionsfähigkeit gegenüber freien Ölanteilen aufweisen (wie z.B. Polyvinylalkohol, Methylcellulose, Dextrin).



Man unterscheidet bei den Bindemitteln permanente und temporäre Binder. Bei diesem Projekt wurden ausnahmslos temporäre Binder verwendet. Diese garantieren die Festigkeit des Presslings, so dass er problemlos gesintert werden kann. Während des Sintervorgangs zersetzt sich der aus organischen Materialien bestehende temporäre Binder je nach Sinterbedingungen zu CO und CO<sub>2</sub> bzw. er verdampft. Zur Erhöhung der Sinterfestigkeit wurde neben diversen Bindemitteln auch ein modifizierter Tonschlicker in die Mischung eingebracht, der während des Sinterbrandes eine keramische Bindung ausbildet und zur hohen Endfestigkeit beiträgt.

#### **4.3.3 Mischung der Rohstoffe**

Aufbereitet wurden die Rohstoffmischungen: Schleifschlamm, Metallspäne und Zuschlagsstoffe in Labor-Intensivmischern (der Fa. Hobart bzw. Eirich). Der Reihenfolge der Mischungszugaben kommt mit Blick auf die Pressung, Trocknung und Sinterung besondere Bedeutung zu. Damit jeder Rohstoff und jeder Zusatz die an ihn gestellten Anforderungen möglichst vollständig erfüllen kann, muss die geeignete Mischungsreihenfolge streng eingehalten werden.

So ist beispielsweise der temporäre Binder für eine frühe Entwicklung der Klebekraft und damit Grünfestigkeit verantwortlich, während der Tonschlicker nach seiner homogenen Einarbeitung in das Sintergut während des Brandes viele Kontaktversinterungen ausbilden soll.

Die folgende Abfolge des Mischprozesses stellte sich nach mehreren Versuchen als optimal heraus:

- Gussspäne (+ Metallschleifschlamm)
- Bindemittel
- Tonschlicker (Ton mit Wasser angemaischt)
- Lösungsvermittler

Damit die fertige Mischung in eine Form eingefügt werden kann und verarbeitbar bleibt, muss sie bei der Lagerung gegen Austrocknungen geschützt bzw. feucht gehalten werden.

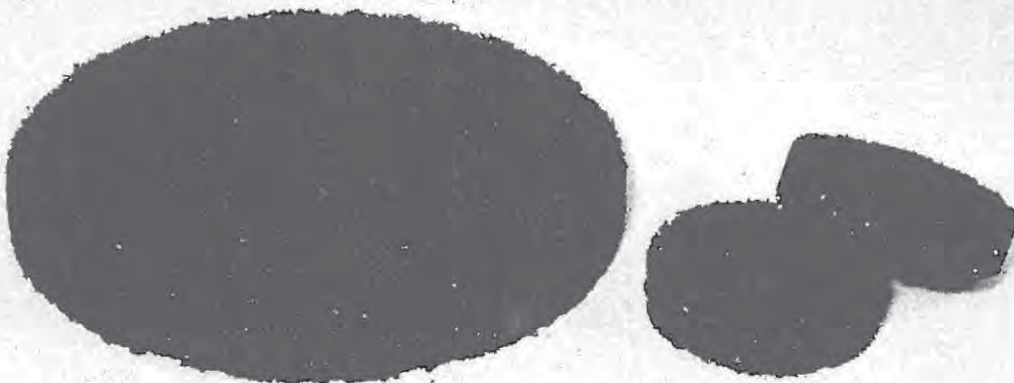


#### 4.3.4 Formgebung

Bei der Formgebung wird die fertig aufbereitete Rohstoffmischung in die vorgesehene Geometrie überführt und anschließend unter Druck verdichtet.

Unter Verwendung der runden Pressformen sind Geometrien von 50 x 15 mm und 130 x 20 mm erzeugt worden. Der optimale Pressdruck und die Pressdauer wurden in Vorversuchen ermittelt und waren für die Sintermischung aus Gussspänen und nicht entöltem Metallschleifschlamm so eingestellt, dass eine Rohdichte (Dichte der gepressten Sinterrohmingung) von etwa 1,9-2,2 g/cm<sup>3</sup> erreicht wird. Die aus diesen Sinterrohlingen gebrannten Sinterkörper zeigten eine gute Gasdurchlässigkeit und sind damit als Filter geeignet.

Bild 1: Beispiel der hergestellten runden Sintergrundkörper



Basierend auf der Rohstoffmischung für die Herstellung des Körpers M18 (siehe Tabelle 7 im Anhang) sind nach den runden Flächenfiltern auch Filterkerzen hergestellt worden. Zur Herstellung der Sinterrohlinge sind Formenmäntel und Kerne gefertigt worden, mit deren Hilfe es gelang, Hohlzylinder von etwa 50 mm Durchmesser und 150 mm Höhe zu formen (siehe Bild 2).



Bild 2: Beispiel der hergestellten Hohlzylinder



Größere Filterkerzen mit einer Länge von 1m bei einem inneren Durchmesser von ca. 60 mm konnten nicht hergestellt werden, da der für den Brand erforderliche Brennofen nicht ausreichend dimensioniert gewesen ist.

#### **4.3.5 Trocknung**

Die Trocknung aller Sinterrohlinge erfolgt bei 110°C über 8 Stunden im Trockenofen unter Luftatmosphäre.

#### **4.3.6 Sinterung**

Zum Sinterbrand ist ein elektrisch beheizter Ofen verwendet worden. Der Brand erfolgte in der Regel oxidierend, d. h. in Luft bei 950-1000°C, Aufheizzeit 5 K/min beginnend bei 20° C, Haltezeit 2 Stunden.



Die ersten Flächenfilter wurden liegend gebrannt (M1-M13, siehe Tabelle 7 im Anhang). Da jedoch ein Wachsen der metallischen Komponenten beim Brennen (Oxidation der Metallphase) eintritt, waren die Brennprodukte im Bereich ihrer Auflagefläche flächengleich geblieben, in der "Bulkphase" expandiert. Dadurch treten im Sintergut Spannungen auf, die das Gut deformieren. Um dieses "Verziehen" zu vermeiden, erfolgten die weiteren Brände mit stehendem Gut.

#### 4.3.7 Zusammenfassung

Als Ergebnis der vorgenannten Schritte wurden verschiedenformatige Sinterkörper mit ausreichender mechanischer Festigkeit erhalten.

Tabelle 3: Beispiele für zwei Rezepturen (Sinterrohnmischungen M15 und M18)

Bestandteil	M15	M18
Ölhaltige Gussspäne	91,4 Gew.-%	
Entölte Gussspäne		81,0 Gew.-%
Metallschleifschlamm		10,0 Gew.-%
Tonschlicker	8,0 Gew.-%	7,0 Gew.-%
Carboxymethylcellulose (Bindemittel)	0,6 Gew.-%	
Absorber Oil-Dri® All Purpose		2,0 Gew.-%

Rohdichte <sub>trocken</sub>	g/cm <sup>3</sup>	2,11	2,24
Rohdichte <sub>gebrannt</sub>	g/cm <sup>3</sup>	2,35	2,35
Brennwachsen	%	4,8	4,6
Gewichtszunahme	%	25	23

Exemplarisch für die angefertigten Sinterkörper sind in Tabelle 3 zwei Beispiele herausgegriffen (eine Auflistung aller Rezepturen befindet sich im Anhang (Tabelle 7)).

Der Sinterkörper M15 wurde nur aus Gussspänen und Zuschlagsstoffen, Tonschlicker und Bindemittel, aufgebaut.



#### 4.4 Aufbringen der dünnen Deckschicht

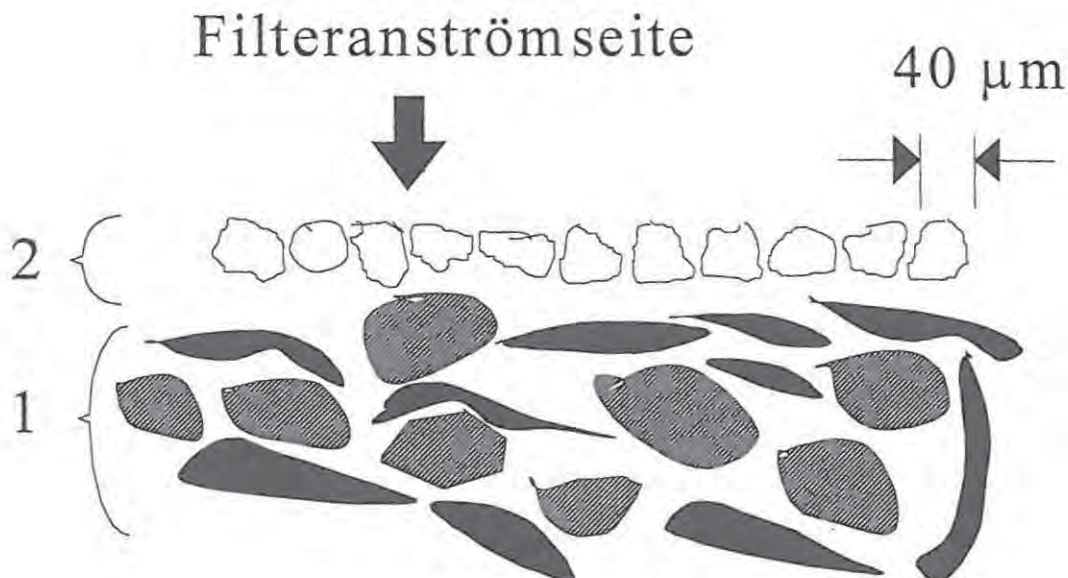
Um die Filtrationseigenschaften zu verändern und um typische Oberflächenfilter zu erhalten, ist es üblich, auf dem Grundkörper eine Deckschicht aufzubringen. Durch die feinporösen Oberflächen wird ein vermehrtes Eintreten der Stäube in die inneren Schichten des Filters vermieden. Dadurch wird ein schnelles Verstopfen der Filter verhindert und die Regenerierung im Vergleich zu Tiefenfiltern erleichtert.

Als Deckschicht wurde der zum Aufbau des Filters eingesetzte ölhaltige Metallschleifschlamm so aufbereitet, dass es möglich war, den Sinterrohling damit zu beschichten.

Dazu wurde der Schleifschlamm zum Homogenisieren etwa 2 Stunden lang in einem Turbular-Mischer geschüttelt. Danach hatte der Schleifschlamm die geeignete Konsistenz, die zum Bestreichen, zur Tauchbeschichtung oder auch zum Aufsprühen auf den Sinterrohling geeignet war.

Der beschichtete grüne Sintergrundkörper wurde anschließend oxidierend gebrannt (Aufheizrate 5 K/min, beginnend bei 20° C, Endtemperatur: 1000°C, 2 Stunden Haltezeit).

Bild 4: Aufbau des Filters in schematischer Ansicht



In Bild 4 repräsentiert die Schicht 1 die Anordnung der Metallteilchen in dem Sinterrohling, hergestellt aus Metallschlämmen, Metallspänen und Zuschlagsstoffen, welcher nach dem Mischen der Rohstoffe, dem Pressen und der anschließenden Trocknung erhalten wurde.

Auf diesem Sinterrohling wird vor dem Sintern eine Schicht 2, bestehend aus Metallschleifschlamm, aufgebracht. Die bevorzugte Korngröße für die Schicht 2 (Deckschicht) beträgt ca. 40  $\mu\text{m}$ . Auf diese Weise soll der Druckverlust des Filters durch die in Durchströmungsrichtung aufgeweiteten Poren minimiert werden.

Die feinkörnige Deckschicht konnte nicht bei der Fertigung des Sinterrohlings aufgebracht werden, da die Trocknung des Sinterrohlings stehend erfolgte. Dadurch läuft die Deckschicht nach unten und ergibt eine inhomogene Oberfläche mit unterschiedlichen Dicken. Deshalb wurde die Deckschicht nachträglich auf ein fertiges Sintergut aufgebracht, welches liegend im Brennofen nachgesintert werden konnte.

Nach dem Sintern lag ein Filtergrundkörper mit einer überwiegend angesinterten Deckschicht vor, wobei der Randbereich sehr inhomogen war und sich auch Risse im ursprünglichem Rohling zeigten. Die Ursache liegt wahrscheinlich in der starken Neigung feinkörniger reaktiver Materialien zur erhöhten Volumenreduktion (Sinterschwindung) beim Brennvorgang, welche durch Oxidation nicht kompensiert wird. Dieses Phänomen konnte ganz allgemein beobachtet werden, unabhängig von der Schichtdicke der nachträglich aufgetragenen Filterhilfsschicht.

Die Brennversuche haben allerdings deutlich gezeigt, dass es möglich ist, den Grundkörper mit einer Beschichtung zu versehen, mit der die Filtrationseigenschaften von Sintergütern verbessert werden können. Es war allerdings nicht möglich, die Beschichtung in der geplanten Form (ca. 40  $\mu\text{m}$  Schichtdicke) am Grundkörper zu fixieren.



## 4.5 Darstellung der filtrationsrelevanten Strukturmerkmale

### 4.5.1 Bestimmung des Druckverlustes

Für den Aufbau der Sintergrundkörper wurden in den ersten Versuchsreihen zahlreiche verschiedenartige Rezepturen zusammengestellt. Basierend auf den Rezepturen (bezeichnet mit M1 bis M13; Zusammensetzung siehe Tabelle 7 im Anhang), welche aufgrund der Vorversuche als vielversprechend angesehen werden konnten, wurden die Rohlinge hergestellt und gebrannt. Die Rezepturen unterscheiden sich in ihren Anteilen an den Bestandteilen: Gussspäne, Metallschleifschlamm, Bindemittel und sonstigen Zuschlagsstoffen.

Um die physikalischen Eigenschaften miteinander vergleichen zu können, wurden die nach den verschiedenen Rezepturen hergestellten Sintergrundkörper gleichermaßen vorbehandelt, gepresst, getrocknet und anschließend gesintert (siehe Kapitel 4.3).

Ein wesentlicher Punkt des Forschungsvorhaben war es, einen Sinterkörper mit ausreichender Stabilität, aber auch mit genügend guter Porosität für den Einsatz als Entstaubungsfilter zu erzeugen.

Das heißt, dass die Sintergrundkörper bei einer hohen Filterflächenbelastung einen geringen Druckverlust und somit eine hohe Luftdurchlässigkeit besitzen sollten.

Der Druckverlust wurde mit einer dafür aufgebauten Apparatur bestimmt (siehe Anhang Bild 5). Mit dieser Apparatur ist es möglich, einen Filtertest in Anlehnung an die VDI-Richtlinie 3926 Blatt 1 "Prüfung von Filtermedien für Abreinigungsfilter" durchzuführen.

Dazu wurden die zu vermessenden Filter in die Apparatur eingespannt. Die Apparatur wurde anschließend sorgfältig abgedichtet. Nach der Überprüfung der Dichtigkeit wurde bei Raumtemperatur über die Pumpe ein definierter Luftstrom (überprüft durch geeichte Gasuhren) eingestellt. Bei verschiedenen voreingestellten Luftströmen wurde der Druckverlust mit Hilfe eines U-Rohrmanometers, gefüllt mit Wasser, gemessen. Nach einer Stunde Messzeit wurde das durch den Filter gesogene Luftvolumen bestimmt.

Für die hergestellten Sintergrundkörper wurde die Abhängigkeit des Druckverlustes (gemessen in mmWs, umgerechnet in mbar) vom angelegten Normvolumenstrom ( $\dot{V}_{N,tr.}$ ) [ $m^3_{N,tr.}/h$ ] durch den Sinterfilter bei Raumtemperatur bestimmt.



Über die Beziehung:

$$\text{Filterflächenbelastung (FB)} = \dot{V}_{N, \text{tr.}} / A_{\text{eff}}$$

mit  $A_{\text{eff}}$  = (durchströmte) Filteroberfläche

erhält man die Abhängigkeit des Druckverlustes ( $\Delta p$ ) von der Filterflächenbelastung. In einer ersten Untersuchungsreihe wurden die Sinterfilter untersucht, die liegend gebrannt wurden.

In der Praxis eingesetzte Sintermetallfilter erreichen bei einer Filterflächenbelastung von ca. 1800  $\text{m}^3/(\text{h} \cdot \text{m}^2)$  einen Druckverlust von nur 10 mbar (entspricht  $\approx 100$  mmWs).

Aus Tabelle 4 ist zu entnehmen, dass die hergestellten Sintergrundkörper M6, M9, M11 und M13 im Vergleich zu Literaturwerten kein zufriedenstellendes Ergebnis für den Druckverlust liefern. Die Sintergrundkörper M4, M5, M9 und M10 zeigten schon bei makroskopischer Betrachtung, dass die Oberfläche stark versintert ist. Die Druckverlustbestimmung von Körper M9 bestätigte den visuellen Eindruck. Die Filterflächenbelastung geht praktisch gegen null, bei einem Druckverlust von 50 bzw. 100 mbar.

Tabelle 4: Ergebnisse der Druckverlustbestimmung

Filter	FB [ $\text{m}^3/(\text{h} \cdot \text{m}^2)$ ]	FB [ $\text{m}^3/(\text{h} \cdot \text{m}^2)$ ]
	bei $\Delta p = 50$ mbar	bei $\Delta p = 100$ mbar
M6	122	221
M9	11	18
M11	205	318
M13	316	573

(Anmerkung: Da bei der erfolgten Druckverlustbestimmung der Druckverlust während der Messzeit, aufgrund der Regelung des Luftstroms über die Pumpe konstant blieb, wird die errechnete Filterflächenbelastung einem bestimmten Druckverlust gegenüber gestellt. Tatsächlich stellt sich bei gegebener Filterflächenbelastung ein bestimmter Druckverlust ein).



Von allen untersuchten Sintergrundkörpern der ersten Versuchsreihe (liegender Brand) besitzt M13 die besten Filtereigenschaften, das heißt bei einer mit Literaturwerten vergleichbaren Filterflächenbelastung stellt sich der geringste Druckverlust aller Sintergrundkörper dieser Versuchsreihe ein. Mit Hilfe einer Regressionsgeraden kann man für M13 bei einer Filterflächenbelastung von ca.  $110 \text{ m}^3/(\text{h}\cdot\text{m}^2)$  einen Druckverlust von 10 mbar berechnen. Die in der Praxis eingesetzten Sintermetallfilter erreichen, allerdings bei einer 16,5-fachen Filterflächenbelastung, einen vergleichbaren Druckverlust. Die Sintergrundkörper M6, M9, M11 und M13 haben eine nur äußerst geringe Durchströmbarkeit und damit keine hinreichend guten Filtereigenschaften.

Die Sintergrundkörper ohne Metallschleifschlammanteil (M11 und M13) ergeben im allgemeinen porösere Sintergüter und damit geringere Druckverluste. Die hohe Porosität bedingt aber bei der Entstaubung mit diesen Filtern einen hohen Grad an Staubeinbindung (Tiefenfiltration), wodurch während des Betriebes der Filter der Druckverlust sehr stark ansteigt.

Die weiteren Sintergrundkörper (M14-M18, M22-M23) wurden (siehe auch Kapitel 4.3.6) stehend gebrannt, so dass neben der Vermeidung eines Verziehens der Körper, auch ein zu starkes Versintern der Oberfläche verhindert werden konnte.

Wie im Kapitel 4.3.2 bereits erläutert, wurde im Hinblick auf eine ausreichende mechanische Stabilität Bindemittel eingesetzt. Dabei wird Wasser zugegeben, das sich nicht mit dem Öl aus den Schleifschlamm- bzw. Gussspäneanhaftungen mischt bzw. zwei Phasen ausbildet.

Dieser Effekt setzt die mechanische Stabilität herab, da das Bindemittel, aufgrund der Trennschichtbildung zwischen wässriger und ölhaltiger Phase, nicht die gewünschte Unterstützung zur Ausbildung von Bindungen zwischen der Gussspänen und den Schleifschlämmen liefern kann.

In der zweiten Versuchsreihe wurden 4 Sintergrundkörper (M14-M15, M22-M23) ohne Schleifschlammanteil und 3 Sintergrundkörper (M16-M18) mit ca. 10 % Schleifschlammanteil hergestellt. Die Sinterrohlinge wurden wiederum unter oxidierenden Bedingungen hergestellt. Die maximale Temperatur von  $1000^\circ \text{C}$  wurde in Schritten von 5 K/min erreicht. Es folgte eine Haltezeit von 2 Stunden.

Die Körper M16 und M17 unterscheiden sich nur geringfügig in ihrer Zusammensetzung.



Da die Rohdichte<sub>trocken</sub> bei beiden Körpern 2,59 g/cm<sup>3</sup> betrug und damit über den angestrebten Wert von max. 2,2 g/cm<sup>3</sup> (siehe auch Kapitel 4.3.4) lag, wurde nur von M17 die physikalischen Größen und die Luftdurchströmbarkeit gemessen.

Die neu hergestellten Sintergrundkörper aus der zweiten Versuchsreihe wurden mehrfach hintereinander vermessen. Die einzelnen Ergebnisse weichen nur geringfügig voneinander ab. Die Messmethode ist daher als reproduzierbar einzustufen. Wichtig ist, um reproduzierbare Ergebnisse zu erhalten, dass die Sintergüter während der Lagerung nicht einem oxidierendem Medium ausgesetzt werden bzw. der Rohling vollständig durchgesintert ist und eine im Vergleich zum Rohling kleinere innere Oberfläche erhält (Ränder der Partikel und Späne sind miteinander versintert).

Die Ergebnisse der Druckverlustbestimmung mit den Sintergütern aus der 2. Versuchsreihe sind in Tabelle 5 aufgeführt. Durch die angewandten Maßnahmen (z. B. Änderung der Rezepturen, Stehendbrennen), welche auf den Erkenntnissen der ersten Versuchsreihen basierten, konnte der sich einstellende Druckverlust bei gegebener Filterflächenbelastung erheblich reduziert werden.

Insbesondere die Abtrennung der Gusspänefraktion von 0-0,63 mm zeigte einen positiven Effekt. Diese bewirkt eine deutliche Herabsetzung der Rohdichte der Sinterkörper.

Tabelle 5: Ergebnisse der Druckverlustbestimmung  
(Sintergüter aus 2. Versuchsreihe)

Filter	FB [m <sup>3</sup> /(h*m <sup>2</sup> )] bei Δp= 25 mbar	FB [m <sup>3</sup> /(h*m <sup>2</sup> )] bei Δp= 50 mbar	FB [m <sup>3</sup> /(h*m <sup>2</sup> )] bei Δp= 100 mbar
M11	102	158	271
M13	150	237	409
M14	1652	2463	4084
M15	2770	4391	7633
M17	331	482	784
M18	1751	2663	4486
M22	1865	2787	4632
M23	2240	3383	5668

Aus der Tabelle 5 kann man entnehmen, dass die neu hergestellten Filterkörper nahezu den Anforderungen für Sintermetallfilter (hohe Filterflächenbelastung bei geringem Druckverlust) zur Entstaubung entsprechen.



Die Sintergrundkörper ohne Schleifschlammanteil, insbesondere M15, besitzen dabei gute bis sehr gute Durchflusseigenschaften. Mit dem Körper M18 ( mit 10 Gew.-% Schleifschlammanteil, nicht entölt), wurden vergleichbar gute Luftdurchflusseigenschaften erzielt. Mit Hilfe einer Regressionsgeraden errechnet man für den Körper M18 bei einem Druckverlust von 10 mbar eine Filterflächenbelastung von ca.  $1200 \text{ m}^3/(\text{h}\cdot\text{m}^2)$ . Dieser Wert liegt um ein Vielfaches über dem Wert für den vergleichbaren Sinterkörper M13 aus der ersten Versuchsreihe.

Diagramm 1 zeigt einen Vergleich der gemessenen Durchströmbarkeit von M15 und M18 mit Werten der Literatur für technische Filterelemente, welche in der Praxis für die Heißgasfiltration eingesetzt werden. Der DIA-Schumalith (DSL) F-40 ist ein Keramikfilter (Membranwerkstoff:  $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{SiC}$ ), der bei der *USF Schumacher Umwelt- und Trenntechnik GmbH* hergestellt und als abreinigbarer Oberflächenfilter zur Partikelabscheidung aus heißen Gasen und zur Filtration von Flüssigkeiten eingesetzt wird /23/. Bei dem Bronzefilterelement (die Werkstoffeigenschaften der Filter sind in dem Werkstoffleistungsblatt Sint AF 50 genormt) handelt es sich um ein Produkt der *Meyer Sintermetall AG*.

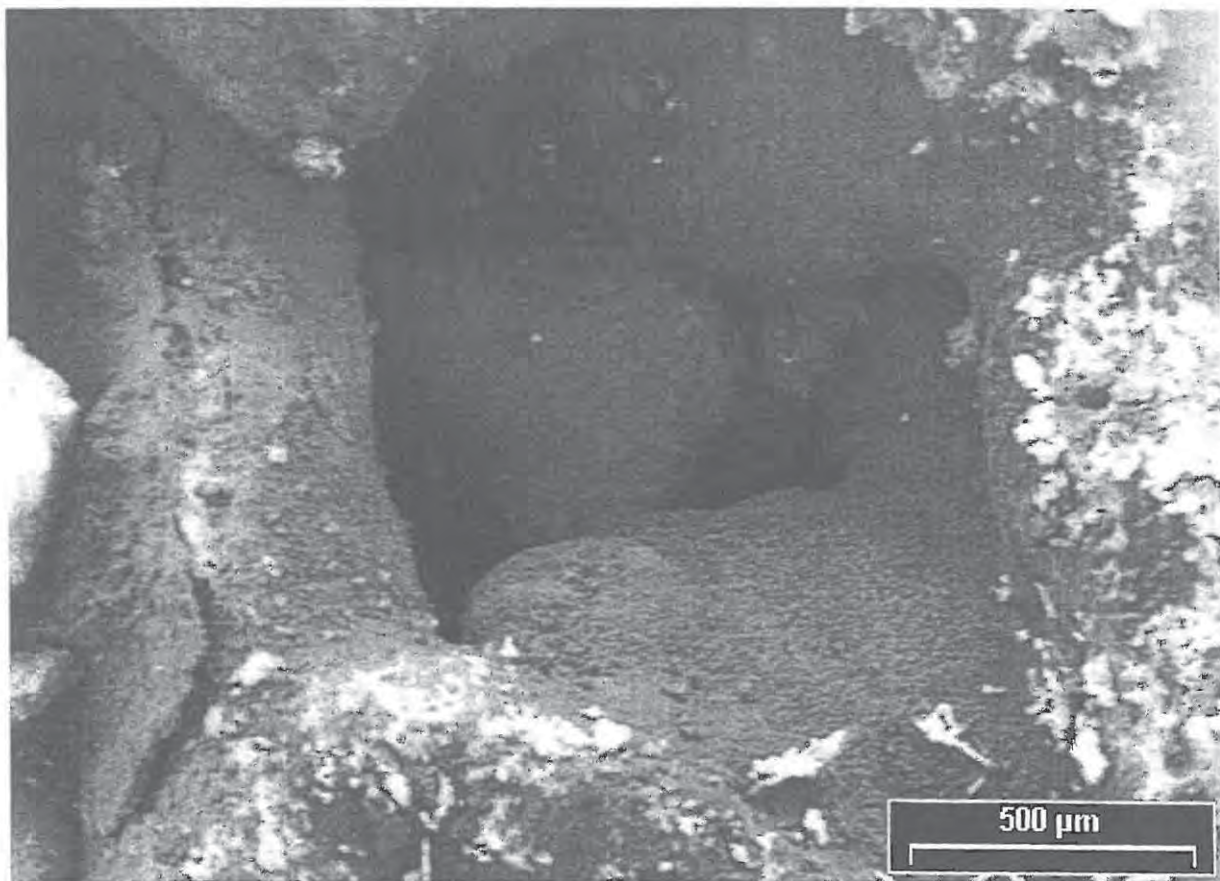
Die hochporösen Bronze-Sintermetallelemente dienen unter anderem als Filter, Strömungsdämpfer und -verteiler in Gasen und Flüssigkeiten, als Schalldämpfer und Flammensperren. Die Filterkörper wirken als Tiefenfilter, langfaserige und grobe Teilchen werden zurückgehalten.

Die gewünschten Filtrationseigenschaften stellen sich bei diesen grobporösen Filtern erst im Laufe des Betriebes ein. Bronze-Filterelemente werden für verschiedenste Anwendungsfälle in unterschiedlichen Bauformen hergestellt. Als Rohmaterial dienen gleichmäßige, kugelförmige Bronzepulver. Zum Vergleich mit dem im Projekt hergestellten Sinterfiltern wurde ein Filterelement aus dem Werkstoff K2 (bestehend aus 90 % Kupfer und 10 % Zinn) ausgewählt /24/.



Bei M18 wurden die entölten Gussspäne mit 10 Gew.-% Schleifschlamm, der wiederum ca. 20 Gew.-% Öl enthielt, zusammen mit Tonschlacker und dem Absorber Oil-Dri® All Purpose angemischt. Letzterer verhindert die Trennschichtbildung zwischen dem Öl aus dem Metallschleifschlamm und dem Wasser des Tonschlackers. Der erhaltene Sinterkörper zeigte ebenso wie der Körper M15 eine geringe Volumenzunahme beim Brand, jedoch eine relativ hohe Gewichtszunahme. Dies ist auf die Oxidation der Metallanteile während des Brennvorgangs in Luft zurückzuführen. Dass die mechanische Stabilität, die auf die Ausbildung von Sinterbrücken beruht, dennoch gegeben ist, zeigt u.a. die Rasterelektronenmikroskop (REM)-Aufnahme von M18.

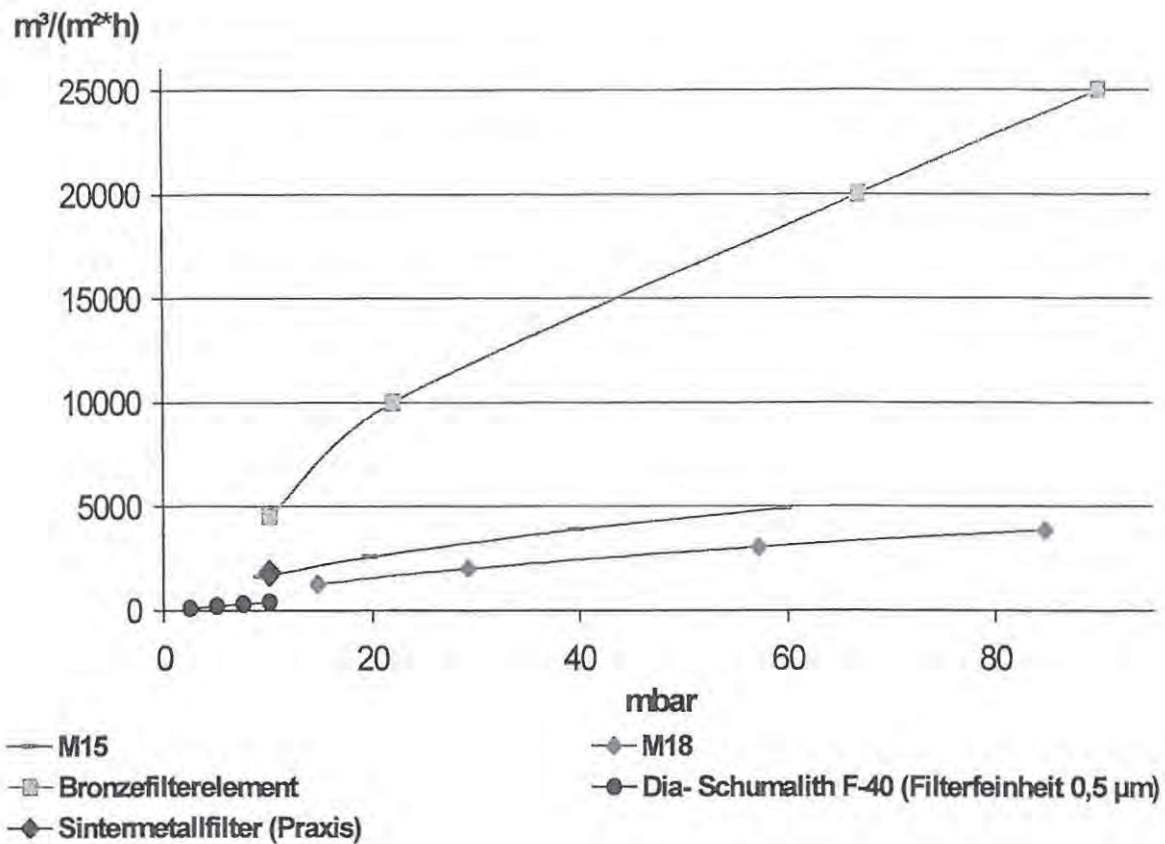
Bild 3: Rasterelektronenmikroskop (REM)-Aufnahme von M18 nach dem Sintern



Durch die REM-EDAX-Aufnahme (Bild 3) wird bestätigt, dass sich beim Sintern Brücken zwischen den einzelnen Spänen und Metallkörnern ausbilden. Dazwischen liegen die Poren, welche für die notwendige Gasdurchlässigkeit der Sinterfilter verantwortlich sind.



Diagramm 1: Durchströmbarkeit ausgesuchter Filterelemente



Die verbesserten Filtrationseigenschaften der Körper aus der 2. Versuchsreihe lassen sich hauptsächlich auf ein weiter optimiertes Pressverfahren und auf die angepassten Rohmischungen der Körper (z. B. maximaler Schleifschlammanteil 10 Gew.-%) zurückführen. Ebenso konnte bei der Herstellung der Körper ein zu starkes Versintern der äußeren Oberflächen durch Anpassung der Sintertemperatur vermieden werden. Ebenfalls positiv kann die Hinzunahme des Lösevermittlers Öl/Wasser, Ölabsorber Oil-Dri® All Purpose bewertet werden.

Dieser bewirkt eine verbesserte Vermischung der wässrigen Phase aus dem angemengten Tonschlacker mit der ölhaltigen Phase (Kühlschmierstoff-Anhaftung der Schleifschlämme). Dadurch führt der Tonschlacker zu einer festen Bindung zwischen den Spänen und dem Schleifschlamm und damit zu einer Erhöhung der mechanischen Stabilität. Durch die stärkere Bindung kommt es zu einer verbesserten Porengeometrie, die wiederum den Druckverlust herabsetzt und damit insgesamt zu den guten Luftdurchflusseigenschaften führt.



Die Druckverlustbestimmung zeigt aber auch deutlich, dass dem Einsatz von kühlenschmierstoffbehafteten Schleifschlämmen bei der Herstellung der Sintergrundkörper und damit bei der Herstellung von Sinterfilter Grenzen gesetzt sind. Bei einem Schleifschlammanteil von 10 Gew.-% und einem Ölgehalt der eingesetzten Schlämme von max. 20 Gew.-%, ist damit der Gesamtölgehalt bei der Herstellung der Sintergrundkörper auf etwa 2 Gew.-% beschränkt.

Die Ergebnisse zeigen aber deutlich, dass es möglich ist, aus den Abfallstoffen der Spanenden Metallbearbeitung Sintergrundkörper herzustellen, welche sowohl eine hinreichende Stabilität, als auch gute Durchflusseigenschaften besitzen.

Die Ergebnisse für den Sintergrundkörper M15 zeigen ferner auch die Möglichkeit auf, einen Sinterfilter aus ölhaltigen Gussspänen (mit Tonschlicker und Blanose als Zusatz) ohne Schleifschlammanteil herzustellen, welcher mechanisch sehr stabil ist und gute Durchflusseigenschaften besitzt.

Auf der Basis der Ergebnisse für M15 und M18 wurden ergänzend, wie im Kapitel 4.3.4 beschrieben, Filterkerzen hergestellt.

#### 4.5.2 Porosität der Filter M18

Die Porosität ( $\varepsilon$ ) ist ein Maß für die Durchlässigkeit eines Werkstücks. So gilt nach der DIN ISO 30911-3:

$$\varepsilon = \frac{\rho_{\text{Feststoff}} - \rho_{\text{Poröser Körper}}}{\rho_{\text{Feststoff}}} * 100\%$$

Die Dichte der porösen Körper lässt sich analog zu DIN ISO 30911-3 bestimmen. Die Bestimmung der Dichte der Feststoffe erfolgt nach der VDI-Richtlinie 2031 "Feinheitsbestimmungen an technischen Stäuben".

Die Porosität wurde für die aus der Mischung M18 hergestellten Filterkerzen bestimmt. Die Dichte des Feststoffes betrug 4,32 g/cm<sup>3</sup>. Die Bestimmung der Dichte der fertigen Filterkerzen ergab einen Wert von 2,67 g/cm<sup>3</sup>.

Mit diesen Werten kann man nach obiger Formel eine Porosität für die Filterkerzen M18 von 38,2 % berechnen.



Dieser Wert entspricht in etwa dem Wert eines SIKA-R 15 IS-Filterelementes der Firma GKN Sinter Metals (Porosität 36%). Der SIKA-R 15 IS-Sintermetallfilter (Werkstoff rostfreier Stahl mit Cr/Ni/Mo  $\cong$  18:12:2) erreicht bei einem Druckverlust von 25 mbar eine Filterflächenbelastung von ca.  $650 \text{ m}^3/(\text{h}\cdot\text{m}^2)$ . Die SIKA-R IS-Elemente werden hauptsächlich aus Chrom/Nickel-Legierungen gefertigt. Die Filterelemente dieser Reihe finden u.a. Anwendung in der Gas- und Flüssigfiltration, bei der Aerosolabscheidung und bei der Schalldämpfung /18/, /25/.

Für die aus der Mischung M18 hergestellten runden Flächenfilter wurde in der Versuchsreihe bei einer konstanten Filterflächenbelastung von ca.  $1750 \text{ m}^3/(\text{h}\cdot\text{m}^2)$  ein Druckverlust von 25 mbar (Tabelle 5) ermittelt.

Die erhaltenen Werte für die Durchströmbarkeit und die Porosität der hergestellten Filterkörper belegen, dass die aus den metallischen Abfällen gefertigten Sinterfilter durchaus vergleichbare Eigenschaften zu technischen Sintermetallfiltern aus Sinterpulver haben.

#### **4.6 Feststellung der physikalischen Eigenschaften**

Wie der Tabelle 3 (Kapitel 4.3.7) und der Tabelle 7 (Anhang) zu entnehmen ist, sind sowohl an den getrockneten Sinterrohlingen als auch an den fertig gesinterten Flächenfiltern mehrere physikalische Größen bestimmt worden.

Die Rohdichte des Sintergutes ist dabei eine wichtige Größe zur Bestimmung der Porosität (siehe Kapitel 4.5.2). Das Brennwachsen und die Gewichtszunahme geben Informationen über das Ausmaß der Oxidation der Metallanteile während des Sinterprozesses.

Die Bestimmung weiterer physikalischer Größen wie die Wärmeleitfähigkeit und die Kaltdruckfestigkeit ist in den Kapiteln 4.6.1-4.6.3 näher erläutert.

An dieser Stelle muss erwähnt werden, dass die Herstellung von Sinterfiltern aus Abfallstoffen der Metallbearbeitung eine alternative Methode zur der gängigen Herstellung von Keramik- und Sintermetallfiltern darstellt. Die üblichen Prüfgrößen zur Beurteilung von Keramik- und Sintermetallfiltern ergeben nur eine eingeschränkte Aussagekraft für die im Rahmen des Projektes hergestellten Sinterfilter. Insbesondere gilt dies für die Bestimmung der mechanischen Stabilität (Kaltdruckfestigkeit), die nur bei keramischen Filtern sinnvoll ist.



#### 4.6.1 Spezifische Wärmekapazität

Die spezifische Wärmekapazität  $c$  erlaubt eine Aussage darüber, wie viel Energie in Form von Wärme in einem Material gespeichert werden kann bzw. wie schnell ein Körper abkühlt.

Die spezifische Wärmekapazität ist gegeben durch:

$c = dQ/(\Delta T \cdot m)$ , mit  $dQ$  = Wärmemenge,  $m$  = Masse,  $\Delta T$  = Temperaturänderung

Sie wurde für die runden Flächenfilter M5, M15, M18 und M23, in Anlehnung an die Bombenkalorimetermethode nach Berthelot kalorimetrisch bestimmt.

Die Filter M5, M15 und M18 weisen eine spezifische Wärmekapazität im Bereich von 0,6-0,9 kJ/(kg\*K) auf. Für M23 ergab sich ein Wert von  $c = 1,7$  kJ/(kg\*K).

Die Literaturwerte nach /26/ für Eisen (0,452 kJ/(kg \* K)) und Kohlenstoffstähle (0,463-0,523 kJ/(kg \* K)) liegen damit unter den gemessenen Werten für die hergestellten Flächenfilter.

#### 4.6.2 Wärmeleitfähigkeit

Unter der Wärmeleitfähigkeit versteht man eine vektorielle physikalische Größe, die eine Maßzahl für die Wärmeleitung in einen homogenen Körper darstellt. Sie wird auch als Wärmeleitfähigkeit  $\lambda$  bezeichnet und hat die Dimension  $W/(m \cdot K)$  /26/.

Eisen besitzt bei 20° C eine Wärmeleitfähigkeit von 81 W/(m\*K), Chromnickelstähle ein  $\lambda$  von 15-21 W/(m\*K) /26/. Für Gusseisen wird eine Wärmeleitfähigkeit von 50 W/(m\*K) und für Stahl ein  $\lambda$  von 41 W/(m\*K) gemessen /27/. Für die hergestellten runden Flächenfilter wurde die Wärmeleitfähigkeit in Anlehnung an die DIN 52612 Blatt 1 "Bestimmung der Wärmeleitfähigkeit mit dem Plattengerät" bestimmt. Es ergaben sich maximale Werte von 8,5 W/(m\*K) im Temperaturbereich von 20-50° C.

Die Werte für die spezifische Wärmekapazität und die Wärmeleitfähigkeit zeigen, dass die Sintergüter im Vergleich zu Eisen und Stahl die Wärme schlechter leiten und langsamer abkühlen bzw. die Wärme besser speichern.



### 4.6.3 Mechanische Stabilität

Ein Maß für die mechanische Stabilität von feuerfesten Erzeugnissen ist die Kaltdruckfestigkeit (KDF). Die KDF wird bestimmt nach der prEN-993-5 (1994) "Prüfverfahren für dichte geformte feuerfeste Erzeugnisse - Teil 5: Bestimmung der Kaltdruckfestigkeit".

Die Messung der KDF führt bei den hergestellten Sinterrohlingen der Mischung M18 zu keinen aussagefähigen Ergebnissen. Die Ursache dafür liegt in dem Effekt, dass die Späne durch den aufgebrauchten Druck lediglich stärker miteinander verzahnt werden und das Gesamtgefüge nicht, wie für die Bestimmung notwendig, zerstört wird.

An einem Stapel von drei aufeinandergelegten Sinterrohlingen der Mischung M18, die eine Höhe von ca. 60 mm besitzen, ist im getrockneten Zustand ein Wert von 0,8 N/mm<sup>2</sup> ermittelt worden.

Die Bestimmung der Kaltdruckfestigkeit an den hergestellten Sinterrohlingen zeigt deutlich auf, dass diese sich als Maß für die mechanische Stabilität von Sintergrundkörpern nicht eignet. Die KDF ist, an dünnen Platten ermittelt, kein praxisgerechter Kennwert. Daher wurde die KDF an gesinterten Körpern nicht weiter bestimmt.

### 4.7 Emissionsverhalten beim Trocknen der Sintergrundkörper

Die Trocknung der Sintergrundkörper erfolgt bei ca. 110° C im Trockenofen in Luftatmosphäre. Bei dieser Temperatur emittieren neben Wasser nur leicht siedende Kohlenwasserstoffe. Daher wurden beim Trocknungsprozess für den Sinterrohling M18 nur die Gesamtkohlenwasserstoffe (C<sub>ges.</sub>-organisch) bestimmt. Das gesamte Probenahmesystem wurde vor und nach der Messung auf Dichtigkeit überprüft.

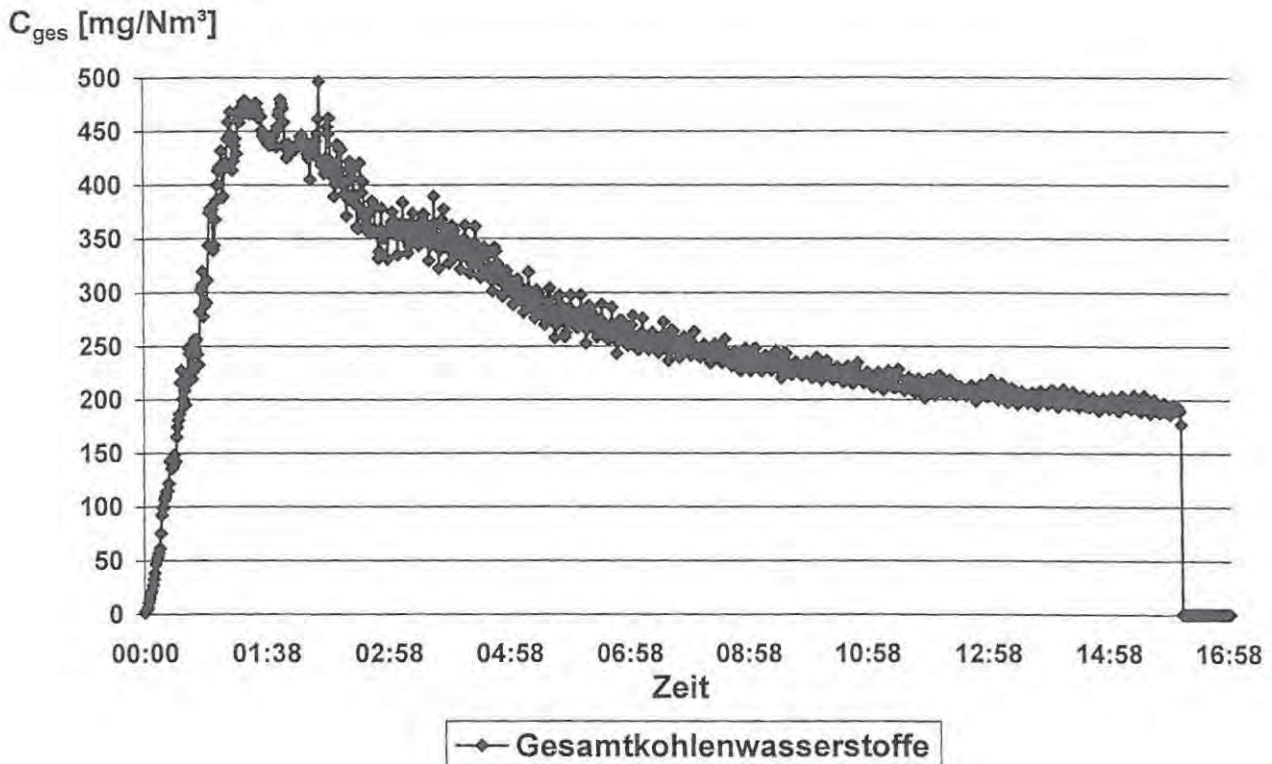
Die Bestimmung der Kohlenwasserstoffe wird in Anlehnung an die VDI-Richtlinie 3481 Bl. 1 "Messen der Kohlenwasserstoff-Konzentration, Flammen-Ionisations-Detektor (FID)" durchgeführt.

Als Analysator wird ein tragbarer Flammen-Ionisationsdetektor der Firma Bernath Atomic, Modell 3006, verwendet.

Die Ergebnisse sind in dem Diagramm 2 dargestellt. Es wurden fünf Sinterrohlinge (Gesamtgewicht ca. 250 g) während der Emissionsmessung in dem Ofen getrocknet.



Diagramm 2: Kohlenwasserstoff-Emission beim Trocknungsprozess des Sinterrohlings M18



Aus dem Diagramm ist zu entnehmen, dass die Kohlenwasserstoffemission nach der Einbringung der Sintergrundkörper in den Ofen, der auf 110° C vortemperiert war, stetig ansteigt. Nach etwa 1 ½ Stunden ist die maximale Emission ( $\approx 480 \text{ mg/Nm}^3 C_{ges.}$ -organisch) erreicht. Anschließend sinkt die Emission exponentiell ab. Nach 16 Stunden wird noch eine Emission von  $\approx 180 \text{ mg/Nm}^3 C_{ges.}$  angezeigt. Während der Trocknung, die in diesem Falle 16 Stunden lang durchgeführt wurde (Kapitel 4.3.5), verdampft nur ein geringer Anteil des Öls. Die Integration der Messwerte über die gesamte Trocknungszeit ergibt nur eine Gesamtemission von ca. 251 mg Kohlenwasserstoffe.

Wenn man die Gesamtmenge des Sintergutes von etwa 250 g zugrunde legt und den maximalen Gesamtölgehalt (siehe Kapitel 4.5, Seite 23) von 2 Gew.-% mit einbezieht, erhält man eine Gesamtmenge von ca. 5 g Öl im Sinterrohling.

Der größte Teil ( $\approx 90\%$ ) der Ölanhaftungen verbleibt demnach in den inneren Schichten des Sintergrundkörpers.

Dieses Ergebnis ist erwartungsgemäß, da die Kühlschmierstoffe hauptsächlich aus mineralölstämmigen Grundölen bestehen, die wiederum nur geringe Anteile an leichtflüchtigen organischen Verbindungen enthalten.



Langkettige aliphatische Kohlenwasserstoffe sieden erst bei Temperaturen weit oberhalb der eingestellten Trocknungstemperatur von 110° C.

#### 4.8 Emissionsverhalten beim Sinterprozess

Die Untersuchungen zum Emissionsverhalten beim Sinterprozess wurden durchgeführt, um Aussagen darüber zu erhalten, ob Maßnahmen zur Emissionsminderung bei einem großtechnisch durchgeführten Verfahren zur Sinterung von metallischen Abfällen vorgesehen werden müssen. Ferner sollen durch die Messungen Informationen über den "Umsatz" der Kohlenwasserstoffe während des Sinterprozess gewonnen werden, d.h. Informationen darüber, in wie weit die organischen Verbindungen zu CO und CO<sub>2</sub> oxidieren. Dies ist auch deshalb interessant, um einen Überblick zu bekommen, ob die Kohlenwasserstoffe der "Bulkphase" durch das Sintern oxidieren und damit einen positiven Einfluss auf die Wärmebilanz des Sinterprozesses haben.

zur Durchführung der Emissionsmessung während des Sinterprozesses wurden 30 Sintergrundkörper der Zusammensetzung M18 hergestellt (siehe Tabelle 3, Seite 16). Die Emissionen wurden bei fünf unterschiedlichen Sinterbedingungen gemessen. Aufgezeichnet wurden die Abgaskomponenten O<sub>2</sub>, CO, CO<sub>2</sub>, C<sub>ges.</sub> und SO<sub>2</sub>. Die verschiedenen Sinterbedingungen sind der Tabelle 6 zu entnehmen.

Tabelle 6: Sinterbedingungen während der verschiedenen Abgasuntersuchungen

Messung	Anzahl Sinterkörper	Atmosphäre	T <sub>Anfang</sub>	Aufheizrate	T <sub>End</sub>	Haltezeit bei 700° C
1	10	Luft	20° C	5 K/min	700° C	1 h
2	3	Luft	700° C	-	700° C	1 h
3	3	50 Vol.-% O <sub>2</sub>	20° C	5 K/min	700° C	2 h
4	3	50 Vol.-% O <sub>2</sub>	700° C	-	700° C	2 h
5	3	Luft	20° C	5 K/min	700° C	2 h

Aufgrund der gemessenen hohen Emissionswerte der Messung 1 wurden die folgenden Messungen statt mit zehn (Gesamtmenge Sintergut: ≈ 600g) nur noch mit drei Grundkörpern bei der Sinterung (Gesamtmenge Sintergut: ≈ 200g) durchgeführt. Es sollte auch der Sauerstoffeinfluss auf die Emissionen überprüft werden. Dazu wurde für die Messungen 3 und 4 der Luft Sauerstoff im Innern des Ofens zudosiert. Der Sauerstoffgehalt wurde hierbei vor dem Start des Aufheizprogramms auf 50 Vol.-% geregelt.



Eine Auflistung der Richtlinien, nach denen die einzelnen Komponenten gemessen wurden, befindet sich im Anhang unter Punkt 9.1.

#### 4.8.1 Messobjekt Gesamtkohlenstoff (Summe von $C_{ges.-organisch}$ , $CO_2$ , $CO$ )

##### 4.8.1.1 Messdurchführung und -ergebnisse

Diagramm 3: Kohlenstoffverbindungen (Absolutwerte in mgC);  
drei Sintergrundkörper,  $\approx 200g$  Sintergut M18

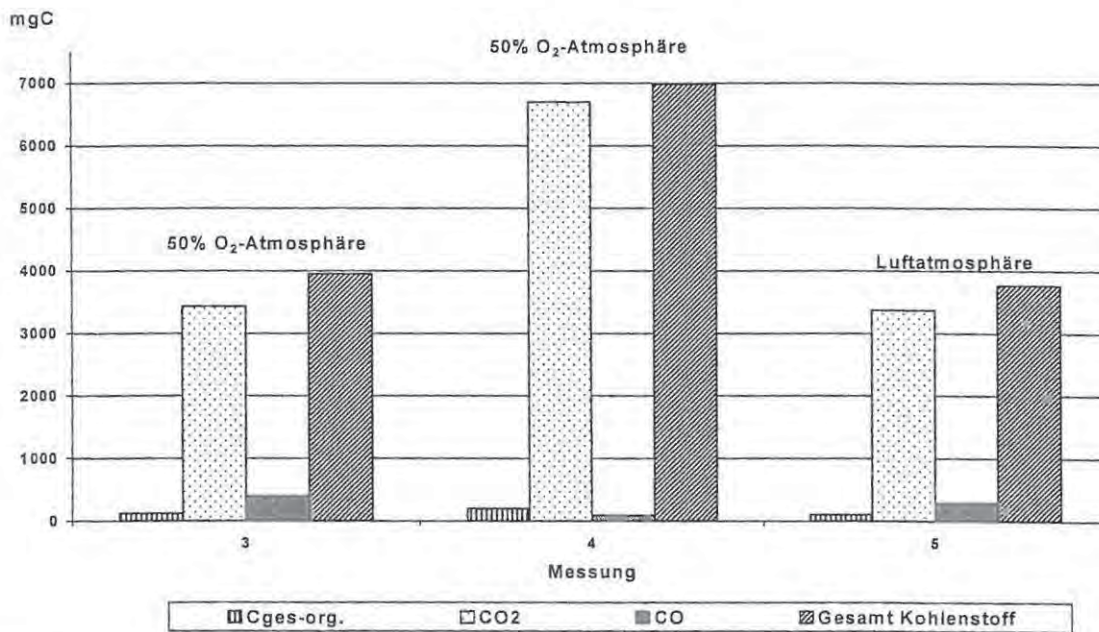
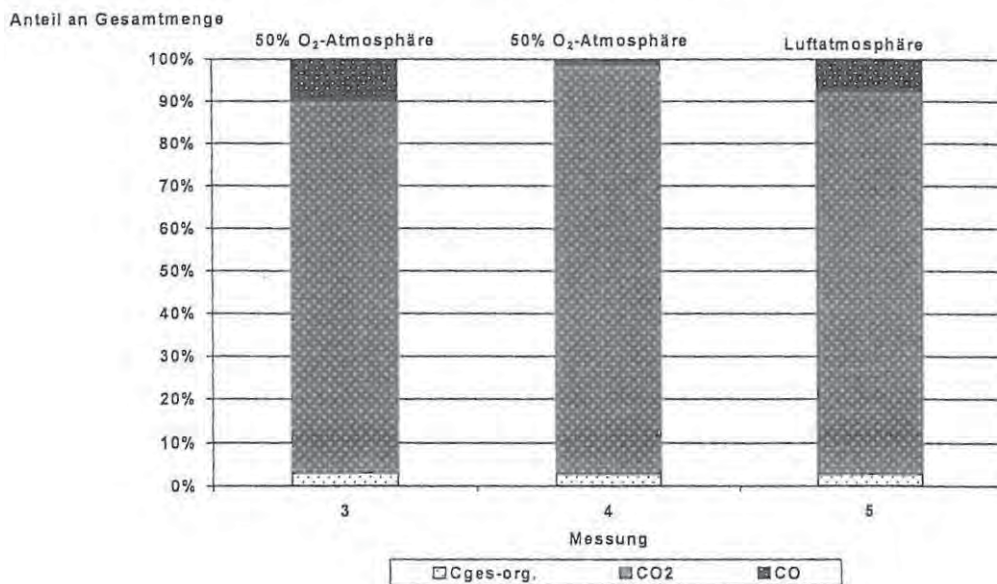


Diagramm 4: Kohlenstoffverbindungen (Prozentualer Anteil an Gesamtmenge);  
drei Sintergrundkörper,  $\approx 200g$  Sintergut M18





Um die Gesamtemission von Kohlenstoffverbindungen (organisch und anorganisch) zu ermitteln, wurden die Konzentrationen von  $C_{\text{ges.}}\text{-organisch}$ ,  $\text{CO}_2$  und  $\text{CO}$  über die gesamte Messzeit (2 Stunden) integriert und zur Gesamtmenge "Freigesetzte Kohlenstoffverbindungen", angegeben in [mgC], aufaddiert. Diese Ergebnisse sind in den Diagrammen 3 und 4 zusammengestellt. Aufgrund der hohen  $\text{CO}$ -Emission, welche weit oberhalb des eingestellten Messbereichs lag, war es nicht möglich für die Messungen 1 und 2 die Kohlenstoffbilanz aufzustellen.

Den Diagrammen 3 und 4 ist zu entnehmen, dass bei einer Heizrate von 5 K/min die Zudosierung von Sauerstoff (Vergleich der Messungen 3 mit 50%  $\text{O}_2$ -Atmosphäre und 5) keine signifikante Änderung der Zusammensetzung der Abgase bewirkt. Sowohl die Gesamtmenge (angegeben als [mgC]) als auch die prozentualen Anteile von  $C_{\text{ges.}}\text{-organisch}$ ,  $\text{CO}_2$  und  $\text{CO}$  sind nahezu identisch.

In der Mischung M18 sind 2 Gew.-% Kohlenwasserstoffe aus den Kühlschmierstoffen enthalten. Damit ergibt sich bei der Gesamtmenge von  $\approx 200\text{g}$  Sintergut ein Kohlenwasserstoffgehalt von  $\approx 4\text{g}$ . Bei den Messungen 3 und 5 wird demnach (Diagramm 3) der Grossteil der Kohlenwasserstoffe oxidiert. Die freigesetzte Kohlenstoffmenge beträgt bei beiden Messungen  $\approx 3,8\text{g}$ .

Davon abweichende Werte erhält man, wenn man die Sintergrundkörper M18 direkt in dem auf  $700\text{ }^\circ\text{C}$  vorgeheizten Ofen bei Sauerstoffüberschuss (50 Vol.-%  $\text{O}_2$ ) einbringt (Messung 4).

Während der prozentuale Anteil von  $C_{\text{ges.}}\text{-organisch}$  am Gesamtkohlenstoff in etwa den aus Messung 3 und 5 bekannten Werten entspricht, ist der prozentuale Anteil an  $\text{CO}_2$  wesentlich höher. Dementsprechend ist der prozentuale Anteil an  $\text{CO}$  geringer. Insgesamt wird absolut ungefähr die doppelte Menge an Kohlenstoffverbindungen ( $\approx 7\text{ gC}$ ) emittiert, wenn die Sintergrundkörper direkt bei  $700\text{ }^\circ\text{C}$  in den Ofen gebracht werden.

#### **4.8.1.2 Zusammenfassung der Gesamtkohlenstoff-Messung**

Der prozentuale Anteil von  $C_{\text{ges.}}\text{-organisch}$  am Gesamtkohlenstoff beträgt bei Messung 4  $\approx 3\%$ . Während des Brandes wurden phasenweise über 30 Vol.-%  $\text{CO}_2$  gemessen. Da die Emissionen für 3 Sintergrundkörper, d. h. bei einer Gesamtmenge an Sintergut von  $\approx 200\text{g}$  und damit einer Ölmenge von ca.  $4\text{g}$ , gemessen wurden,



bedeutet dies, dass fast die gesamte Kohlenwasserstoffmenge, die mit den Sintergrundkörpern eingebracht wird, während des Brandes bevorzugt zu  $\text{CO}_2$  oxidiert. Der minimale Rest von ca. 195 mg  $\text{C}_{\text{org.}}$ , entsprechend einem Kohlenwasserstoffgehalt von ca. 1,63 g/m<sup>3</sup> Abluft, wird emittiert und ist bei einer betrieblichen Anwendung des Verfahrens gegebenenfalls einer Abluftreinigung, z. B. einer thermischen oder katalytischen Nachverbrennung zuzuführen. Auch bei den Messungen 3 und 5, bei denen der Ofen erst langsam aufgeheizt wird, werden bei Temperaturen über 500° C Kohlendioxidgehalte > 15 Vol.-% gemessen. Im grösseren Maßstab sind daher Maßnahmen zur Emissionsminderung notwendig.

#### 4.8.2 Messobjekt Sauerstoff

Die Sauerstoffmessung wurde zeitgleich mit den CO-,  $\text{CO}_2$ - und Gesamtkohlenwasserstoffmessungen durchgeführt. Die Anzahl der eingebrachten Sintergrundkörper stimmt daher mit den Angaben im Kapitel 4.8.1 überein.

Die genauen Konzentrationsverläufe sind den Diagrammen 5-8 im Anhang zu entnehmen. Eine eingehende Beschreibung der Konzentrationsverläufe befindet sich im Anhang unter Punkt 9.2.

Die Sauerstoffmessung zeigt deutlich auf, dass bei dem Sinterprozess der Sauerstoff im Sinterofen nahezu vollständig aufgezehrt wird. Lediglich bei Versuch 3, bei dem der Ofen mit einer Heizrate von 5 K/min aufgeheizt und Sauerstoff zudosiert wird, wird als Minimalwert nur 18 Vol.-% gemessen. Die Sauerstoffzehrung ist gleichbedeutend mit einer großen Umsetzung der Kohlenwasserstoffverbindungen zu CO und  $\text{CO}_2$ . Der hohe CO-Gehalt (der Maximalwert wird bei Messung 3 mit 4,2 Vol.-%, bzw. 52,3 g/m<sup>3</sup> emittiert) lässt auf eine unvollständige Umsetzung des primär aus Kohlenwasserstoffen gebildeten CO zu  $\text{CO}_2$  schließen. Werden die Sintergrundkörper direkt bei 700° C in den Ofen gelegt, ist der prozentuale Anteil von CO an der Gesamtmenge der Kohlenstoffverbindungen am geringsten (1,33 % gegenüber 95,88 %  $\text{CO}_2$ ). Die Kohlenwasserstoffe bzw. das daraus gebildete Kohlenmonoxid werden hier fast vollständig zu  $\text{CO}_2$  oxidiert.

Der hohe Anteil an CO im Abgas bzw. die geringen Sauerstoffwerte während des Brennvorgangs unter Luftatmosphäre zeigen, dass im Brennofen eine nur ungenügende Luftzufuhr vorhanden ist.



Der vorhandene Sauerstoff reicht nicht aus, die freigesetzten Kohlenwasserstoffe bzw. das Kohlenmonoxid vollständig zu oxidieren.

Dies bedeutet aber auch, dass ein vollständig oxidierender Brand des Sintergutes nicht stattfindet, wodurch sich auch das "Nachoxidieren" des fertigen Sintermaterials erklärt (nachträgliche Druckverlustmessung, Kapitel 4.5.1).

Andererseits zeigt der hohe CO<sub>2</sub>-Anteil in der Ofenatmosphäre, dass die Kohlenwasserstoffe, die sich aus dem Metallbearbeitungsöl der Schlämme und aus den Sinterhilfsmitteln zusammensetzen, zum grössten Teil verbrannt werden und damit einen Beitrag zur erforderlichen Wärmeenergie für den Sinterprozess liefern.

#### **4.8.3 Messobjekt Schwefeldioxid**

Die Messung von SO<sub>2</sub> wurde zeitgleich mit der Sauerstoffmessung durchgeführt. Die Anzahl der eingebrachten Sintergrundkörper stimmt daher mit den Angaben im Kapitel 4.8.1 überein.

Die genauen Konzentrationsverläufe sind den Diagrammen 9-12 im Anhang zu entnehmen. Eine eingehende Beschreibung der Konzentrationsverläufe befindet sich im Anhang unter Punkt 9.3.

Bei allen fünf Messungen wurden bisweilen über 300 mg/m<sup>3</sup> SO<sub>2</sub> emittiert. Diese hohe Konzentration erfordert Maßnahmen zur Emissionsminderung. Der Schwefel stammt aus den Begleitstoffen des an den Spänen und Schleifschlämmen haftenden Kühlschmierstoffs.

#### **4.9 Kostenabschätzung**

Als Rohstoffe für den Aufbau von Sinterkörpern werden Abfälle aus der metallverarbeitenden Industrie eingesetzt, für die der Erzeuger im günstigsten Fall keinen bzw. für Späne aus hochlegierten Metallen nur einen geringen Erlös erzielt.

Für Schleifschlämme und Gussspäne fallen beim abgebenden Betrieb in der Regel Kosten an, die bis zu 500 € pro t Schleifschlamm betragen können.

Diese beiden Grundstoffe zum Einsatz als Rohstoff zur Sinterherstellung können somit kostenneutral bezogen werden.



Deshalb sind nur Kosten für Transport und Lagerhaltung der Rohstoffe zur Kalkulation zu berücksichtigen, die bei einer Tonne Rohmaterial (80 % Gusspäne, 10 % Schleifschlamm) zu 52 € angenommen werden (Transport über 100 km, 1 Monat Lagerhaltung).

Zusätzlich werden für die Einstellung der Mischung Zusatzstoffe, wie z. B. Bindemittel benötigt. Die Kosten hierfür belaufen sich auf ca. 16 € pro t Schleifschlamm und Gusspäne.

Des Weiteren müssen Kosten für die Materialaufbereitung, Formgebung und für die Trocknung des Rohlings von insgesamt etwa 800 € pro t Einsatzmaterial veranschlagt werden, wodurch sich Gesamtkosten von ca. 870 € pro t Sinterrohling ergeben.

Erfolgt der Sintervorgang in einem Elektroofen bei 1000° C Sintertemperatur beträgt der Energieverbrauch für 1 t Einsatzmaterial großzügig angenommen 2,3 MW/h mit Kosten von ca. 235 €. Zuzüglich der Energiekosten für den Sinterprozess ergeben sich Gesamtkosten von ca. 1100 € pro t bzw. 1,1 € pro kg Fertigsinter.

Nicht mit eingerechnet sind die Investitionskosten für Chargenmischer und die Kosten für die einzelnen Pressformen.

## **5 Anwendung und wirtschaftliche Bedeutung**

Die Ergebnisse des Projektes zeigen, dass es möglich ist, aus Abfällen der Metallbearbeitung Sintergüter herzustellen.

Trotz der auftretenden Emissionen bei der Sintergutherstellung aus ölhaltigen Schleifschlämmen und Metallspänen und der damit notwendigen Maßnahmen zur Emissionserfassung und -minderung bei technischer Anwendung des Verfahrens, ergeben sich Vorteile für Maschinenbaubetriebe, die ihre metallischen Abfälle aus der Metallbearbeitung einer sinnvollen Verwertung zuführen können. Mittelständische Betriebe der Sintermetallindustrie können auf einen neuen, kostengünstigen Weg das Sinterrohmaterial beschaffen.

Durch die preiswertere Herstellung von z. B. Heißgasfiltern ergeben sich neue Perspektiven für die Entstaubung von heißen Abgasen in z. B. Müllverbrennungsanlagen oder im Kraftwerksbereich und somit neue Anwendungen, wodurch vor allem Anbietern von Sintermetallfilter ein neuer Absatzmarkt eröffnet wird.



Die Hersteller und Anwender von Sintermetallfilter sind in kleinen und mittleren Unternehmen zu finden, denen die Ergebnisse dieses Projektes helfen können, sich neue Einsatzgebiete zu erschließen, um kostengünstiger als bisher Sintergut bzw. Filter zur Heißgasentstaubung anzubieten.

Die neuen Sintergüter sind nicht nur zur Gasreinigung geeignet, sondern können gleichermaßen zu den auf dem Markt verfügbare Sintermetallgüter, wie z. B. Schalldämpfer, Flammensperren o.ä. aufgebaut werden. Weitere Einsatzgebiete der aus Metallabfällen hergestellten Sinterfilter liegen in der Abscheidung und Rückgewinnung von Wertstoffen.

## **6 Zusammenfassung**

Im Rahmen des Projektes wurden die Grundlagen zur Fertigung von Sintergütern aus Abfällen der Metallbearbeitung geschaffen.

Dazu wurden geeignete Rezepturen zusammengestellt, Sinterfilter aufgebaut und auf ihre Eignung zur Luftreinhaltung hin untersucht.

Die hergestellten Flächenfilter besitzen eine hinreichende Stabilität und die erforderliche Gasdurchlässigkeit, verbunden mit einem genügend großen Rückhaltevermögen für Partikel. Von Vorteil ist, dass die eingesetzten Abfallstoffe nicht aufwändig aufbereitet werden müssen. Sie sind in der Regel so, wie sie beim Erzeuger anfallen, zu verwenden.

Die Metallspäne und die Schleifschlämme sind jedoch nicht in jedem Mischungsverhältnis für den Sinteraufbau geeignet. Es ist z. B. nicht möglich, gröbere Späne mit Schleifschlämmen zu einem stabilen Rohling zu kompaktieren. Nach der Entnahme der Rohlinge aus der Pressform expandieren die zusammengesetzten Späne und sprengen somit das Gefüge. Am besten geeignet erwiesen sich Späne mit einem Format von 0,5 mm Breite und bis zu 4 mm Länge (Gussspäne), die mit maximal mit 10 Gew.-% Schleifschlämme (Kühlschmierstoff behaftet) gemischt werden. Wird mehr ölhaltiger Schleifschlamm eingebracht, wird das Gefüge bei der Rohlingfertigung und auch beim nachfolgenden Brand spröde und instabil. Durch die Zugabe von geeigneten Zuschlagsstoffen zur Sinterroh Mischung, wie Bindemittel und Lösevermittler Wasser/Öl, erhält der Sinterrohling seine Stabilität und die Ausbildung von Sinterbrücken wird positiv beeinflusst.



Eine dünne Deckschicht aus Schleifschlämmen mit der die Anströmseite der Sinterfilter gezielt zu beeinflussen ist, kann nach dem Brand des Grundkörpers nur schwierig aufgebracht werden.

Auf den positiven Ergebnissen bei der Herstellung von Flächenfilter aufbauend, wurden Filterkerzen zur Heißgasfiltration hergestellt. Dabei zeigte sich, dass der Formbarkeit der Einsatzmaterialien Grenzen gesetzt sind. So lässt sich der Aufbau des Sinterkörpers zu einer Lamellenstruktur nur schwer realisieren. Die eingesetzten Materialien sind nach dem Anmischen sehr inhomogen und passen sich nur ungenügend der Pressform an. Um die Lamellenstruktur aufzubauen bedarf es einer aufwändigen Vorbereitung der Sinterroh Mischung unter Verwendung von speziellen Chargenmischern und speziellen Pressformen.

Bei der Herstellung der Filter im technischen Maßstab sind die Emissionen, insbesondere von Kohlenwasserstoffen beim Trocknen und zusätzlich Kohlenmonoxid sowie Schwefeldioxid beim Brand zu beachten. Um die umweltrelevanten Vorschriften und Gesetze zu erfüllen, sind Maßnahmen zu treffen, um die Emissionen zu erfassen und diese auf die vorgegebenen Emissionsgrenzwerte herab zu senken.

Das Projekt wird als erfolgreich eingestuft, da die Aufgabe, einen Sinterfilter aus Abfallstoffen der Metallbearbeitung herzustellen, realisiert werden konnte.

## **7 Ausblick**

Die erzielten Ergebnisse zeigen, dass es möglich ist, aus den Abfallstoffen Metallspäne und Metallschleifschlamm Sinterfilter für die Heißgasentstaubung herzustellen. Diese Ergebnisse dienen als Basis für weitergehende Versuche, insbesondere den Tests von in Größe und Form unterschiedlichen Sinterkörpern in einer Technikumsanlage. Dabei steht die Frage im Mittelpunkt, wie viele Filtrationszyklen mit diesen Sinterfiltern durchgeführt werden können und wie sich die Filtrationswirkung nach der Abreinigung der Sinterfilter, z. B. mittels eines Druckluftimpulsverfahrens, darstellt.

Durch die Versuche in einer Technikumsanlage kann auch bestimmt werden, ob die mechanische Stabilität der Körper ausreichend ist, bzw. ob sie noch für die großtechnische Anwendung verbessert werden muss.



Alternative Einsatzgebiete der Sinterkörper, z. B. als Schalldämpfer und Flammensperren, sollten ebenfalls im Industriemaßstab getestet werden. Erste Versuche zeigen, dass sie dafür geeignet sind. Ebenso ist das Herstellungsverfahren weiterzuentwickeln, um die Sinterkörper auch in der Abwasserreinigung einsetzen zu können.

Es ist erforderlich durch weitere Rezepturen die Bandbreite der möglichen Einsatzmaterialien zu erweitern und die Herstellung der Rohmischungen bzw., nach dem Sintern, die Aufbringung von dünnen, temperaturstabilen Deckschichten auf den Filtergrundkörper, welche die Filtrationseigenschaften verbessern sollen, näher zu untersuchen.

Insgesamt sind die gewonnenen Erkenntnisse gezielt auf den technischen Maßstab zu übertragen, um einen Marktzugang der neuen Sinterkörper, z. B. als Filter, Flammensperren oder Schalldämpfer, zu erreichen.



## 8 Literatur

- /1/ Fritz, W.; Kern, H.:  
*Reinigung von Abgasen*  
3. Auflage (1992), Vogel Verlag, Würzburg
- /2/ Schulz, K.; Durst, M.:  
*Advantages of an integrated system for hot gas filtration using rigid ceramic elements*  
Filtration und Separation, Band 31 (1994), Heft 1, Seite 25-28
- /3/ Ondrea, G.; Moore, S.:  
*Gas cleaning comes out of the bag*  
Chemical Engineering, New York, Band 101 (1994) Heft 7, Seite 28-29
- /4/ Schulz, D.; Bentrup, L.; Kupper, D.:  
*Thermische Behandlung von Roh- und Abfallstoffen im indirekt beheizten Drehrohrofen*  
Aufbereitungstechnik, Band 34 (1993) Heft 6, Seite 287-290
- /5/ von Wedel, G.; Kalthoff, U.; Möllenhoff, H.:  
*Hot gas filter experience around the LLB 15 Mwth PCFB test facility*  
Konferenz-Einzelbericht: FCB – Technology of Choice, 13<sup>th</sup> Internat. Conf. On the Fluidized Bed Combustion. Proc., Vol. 1, Orlando, USA, May 7-10, (1995), Band 1
- /6/ Meurer, F.J.; Falkenhain, G.W.:  
*Neuartiges Verfahrenskonzept für die Klärschlammnutzung*  
Bergbau, Band 47 (1996), Heft 5, Seite 206-209
- /7/ Hajek, S.; Peukert, W.:  
*Vergleich keramischer und metallischer Filterelemente für die Hochtemperaturfiltration*  
Chem.-Ing.-Tech. Band 69 (1997), Heft 3, Seite 341-345
- /8/ Siangouri-Feulner, J.; Schulz, R.:  
*Entstaubungsverfahren zur Rauchgasreinigung bei der Biomasseverbrennung*  
Entsorgungspraxis, Band 13 (1995) Heft 9, Seite 32-35
- /9/ Lorenz, T.; Bohnet, M.:  
*Experimentelle und theoretische Untersuchungen zur Heißgasentstaubung mit Zyklonen*  
Chem.-Ing.-Tech. Band 66 (1994), Heft 9, Seite 1234
- /10/ Weber, E.; Kolmetz, D.; Gillmann, P.; Hübner, K.:  
*Granulatbettfilter zur Heißgasentstaubung bei hohen Drücken*  
Luft- und Kältetechnik (1994) Heft 12, Seite 599-602
- /11/ Neumann, P.; Arnhold, D.:  
*Hochporöse Verbundstrukturen für die Anwendung in der chemischen Verfahrenstechnik*  
Konferenz-Einzelbericht: Beschichtungen und Verbinden in Pulvermetallurgie und Keramik; Symposium veranstaltet von den Gemeinschaftsausschüssen für Pulvermetallurgie und für Hochleistungskeramik, Hagen, 26.-27. Nov. 1992 (1992), Seite 340-363



- /12/ n.n.:  
*Hochporöse Sinterwerkstoffe*  
Firmenprospekt der Pressmetall Krebsöge GmbH, Radevormwald
- /13/ Ding-Guishan; Wu-Shuqing; Fang-Yucheng; Gou-Zhang; Wang-Guixang:  
*Filtering properties of sintered metal-mesh filter used for hot gases*  
Iron and Steel, Peking, Band 26 (1991), Heft 10, Seite 49-53
- /14/ Schmidt, E.:  
*Entwicklungstendenzen bei der Partikelabtrennung aus Gasen mit filternden Abscheidern*  
Chem.-Ing.-Tech. Band 69 (1997), Heft 3, Seite 291-297
- /15/ Renz, U.:  
*Heißgasfiltration bei Wirbelschichtfeuerungen*  
VDI-Berichte, Band 1081 (1993), Seite 243-264
- /16/ n.n.:  
*Faserkeramik setzt sich in der Heißgasfiltration durch*  
Vliesstoff-Nonwoven International, Band 6 (1991), Heft 6/7, Seite 18-19
- /17/ Förthmann, R.; Nickel, H.:  
*Gaskorrosion von keramischen Strukturwerkstoffen*  
Konferenz – Einzelbericht: Korrosion und Verschleiß von keramischen Werkstoffen, 2. Statusseminar, Gemeinschaftsausschuss Hochleistungskeramik des DKG und DGM, Aachen, 15.-17. März 1994, (1994), Seite 23-33
- /18/ Zapf, G.; Dalal, K.:  
*Sintereisen und Sinterstahl*  
Ullmanns Enzyklopädie der technischen Chemie Band 21, Verlag Chemie GmbH, Weinheim, 4. Auflage, (1982), Seite 545-573
- /19/ Zapf, G.; Silbereisen, H.; Dalal, K.:  
*Die Pulvermetallurgie-Vorlesungsreihe*  
FPM Fachverband Pulvermetallurgie (1986), Hagen
- /20/ Bosse, K.:  
*Entsorgung von Schleifschlämmen unter Berücksichtigung des neuen Kreislaufwirtschafts- und Abfallgesetzes*  
Schriftenreihe Praxis – Forum, Serie Oberflächentechnik, Band 1/95, (1995), Seite 93 und 95-103
- /21/ Kissler, H.:  
*Verwertung von Schleifschlämmen; VVV-Konzept einer Abfallberatungsagentur*  
Schriftenreihe Praxis-Forum, Serie Oberflächentechnik, Band 1/95, (1995), Seite 113 und 115-147
- /22/ Gehrke, E.; Hollstein, T.; Wagner, A.; Freude, E.:  
*Keramische Werkstoffe für die Heißgasfiltration in der Energietechnik*  
VDI – Berichte, Band 1151, (1995), Seite 155-158
- /23/ n.n.:  
*Produktinformation zu DIA - SCHUMALITH*  
Internet-Homepage der USF Schumacher Umwelt- und Trenntechnik GmbH, Crailsheim



- /24/ n.n:  
*Produktinformation zu PorSilent-Filterelemente aus Bronze*  
Internet-Homepage der Meyer Sintermetall AG, Studen (CH),
- /25/ n.n:  
*Broschüre zu SIKA-R...IS - Filterelemente*  
Internet – Homepage der GKN Sinter Metals Filters GmbH, Radevormwald
- /26/ Römpp Chemie Lexikon  
Herausgeber: Falbe, J.; Regitz, M.:  
Georg Thieme Verlag (1992), 9. Auflage, Band 6, Seite 4978
- /27/ Wagner, H.:  
*Wärmeschutz*  
Ullmanns Enzyklopädie der technischen Chemie Band 2, Verlag Chemie GmbH,  
Weinheim, 4. Auflage, (1982), Seite 474-487

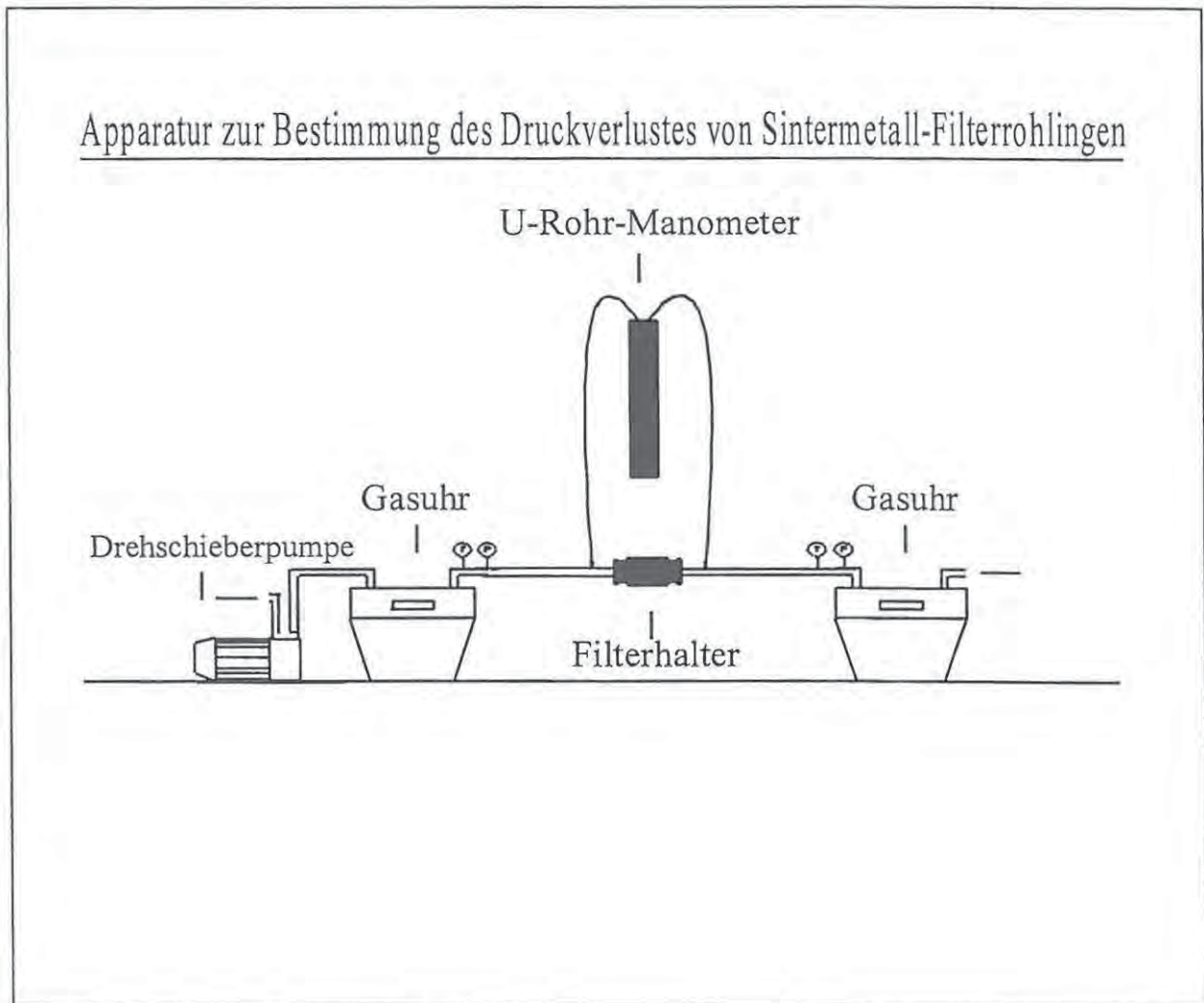


## 9 Anhang

<i>Bild 5: Apparatur zur Bestimmung des Druckverlustes .....</i>	<i>I</i>
<i>Tabelle 7: Versuchsmischungen Gussspäne und Metallschleifschlamm (1. Teil).....</i>	<i>II</i>
<i>Tabelle 7: Versuchsmischungen Gussspäne und Metallschleifschlamm (2. Teil).....</i>	<i>III</i>
<i>Punkt 9.1: Auflistung der Richtlinien.....</i>	<i>IV</i>
<i>Punkt 9.2: Beschreibung der Sauerstoffemission .....</i>	<i>V</i>
<i>Punkt 9.3: Beschreibung der Schwefeldioxidemission.....</i>	<i>XI</i>



**Bild 5: Apparatur zur Bestimmung des Druckverlustes**



Die Filter werden in dem Filterhalter eingespannt. Die Apparatur wird zu beiden Seiten hin sorgfältig abgedichtet. Nach der Überprüfung der Dichtigkeit wird bei Raumtemperatur über die Drehschieberpumpe ein definierter Luftstrom (überprüft durch die beiden kalibrierten Gasuhren) eingestellt.

Bei verschiedenen voreingestellten Luftströmen wird der Druckverlust mit Hilfe des U-Rohrmanometers, gefüllt mit Wasser, gemessen.

Tabelle 7: Versuchsmischungen Gussspäne und Metallschleifschlamm (1. Teil)

Bestandteil/Mischung	M 1	M 2	M 3	M 4	M 5
Gussspäne, entölt, 0-4 mm	75%	68%	55%	62%	68%
Gussspäne, entölt, 0,63-4 mm					
Metallschleifschlamm			27%	27%	22%
Tonschlicker Arborn	25%	24%	13%	10%	6%
Ton Arborn					
Bentonit		8%			
PVA - Pulver			2%	1%	
Emulgator KP 2501			3%		
Dextrin					
Optapix PAF 35 - Lösung					4%
Absorber - Oil Dri					
<b>Bemerkungen bzgl. Rohling</b>	zu feucht	klumpig	zu feucht	sehr gut	zu feucht
<b>Brand</b>	liegend	liegend	liegend	liegend	liegend
<b>Physikalische Größen</b>					
Rohdichte tr. [g/cm <sup>3</sup> ]				3,09	3,22
Rohdichte gebr. [g/m <sup>3</sup> ]				2,98	3
Brennwachsen [%]				oben 6 unten 4	oben 7 unten 4
Gewichtszunahme [%]				6	4

Bestandteil/Mischung	M 6	M 7	M 8	M 9	M 10
Gussspäne, entölt, 0-4 mm	61%	79%	82,4%	82,4%	61,8%
Gussspäne, entölt, 0,63-4 mm					
Metallschleifschlamm	26,5%				26,9%
Tonschlicker Arborn	5%	17%	16,5%	16,5%	10%
Ton Arborn	3,4%	4%			
Bentonit					
PVA - Pulver			1,1%		
Emulgator KP 2501					
Dextrin				1,1%	1,3%
Optapix PAF 35 - Lösung	4,1%				
Absorber - Oil Dri					
<b>Bemerkungen bzgl. Rohling</b>	feucht	feucht	gut	sehr gut	gut
<b>Brand</b>	liegend	liegend	liegend	liegend	liegend
<b>Physikalische Größen</b>					
Rohdichte tr. [g/cm <sup>3</sup> ]	3,15		2,77	3	3,26
Rohdichte gebr. [g/m <sup>3</sup> ]	3,1		2,84	2,99	3,02
Brennwachsen [%]	oben 6 unten 4		oben 4 unten 2	oben 4,4 unten 2	oben 6 unten 4
Gewichtszunahme [%]	4		14	8	4



**Tabelle 7: Versuchsmischungen Gussspäne und Metallschleifschlamm (2. Teil)**

Bestandteil/Mischung	M 11	M 12	M 13	M 14	M 15
Gußspäne, entölt, 0-4 mm	86,7%	84,2%	86,8%		
Gußspäne, entölt, 0,63-4 mm				89%	91,4%
Metallschleifschlamm					
Tonschlicker Arborn	8,7%	7,9%	12%	10%	8%
Ton Arborn		2,2%			
Bentonit					
PVA - Pulver					
Dextrin		0,6%			
Optapix PS 94	4,6%	5,1%			
Blanose CMC 7000			1,2%	1%	0,6%
Absorber - Oil Dri					
<b>Bemerkungen bzgl. Rohling</b>	feucht	gut	sehr gut	gut	gut
<b>Brand</b>	liegend	liegend	liegend	stehend	stehend
<b>Physikalische Größen</b>					
Rohdichte tr. [g/cm <sup>3</sup> ]	2,86	2,89	2,66	2,18	2,11
Rohdichte gebr. [g/m <sup>3</sup> ]	3,02	3,13	2,97	2,41	2,35
Brennwachsen [%]	oben 5,2 unten 2,4	oben 4,2 unten 1	oben 4 unten 1,8	4	4,8
Gewichtszunahme [%]	13	10	17	23	25

Bestandteil/Mischung	M 16	M 17	M 18	M 22	M23
Gußspäne, entölt, 0-4 mm	80,7%				
Gußspäne, entölt, 0,63-4 mm		78,9%	81%	93,6%	95,8%
Metallschleifschlamm	10%	9,7%	10%		
Tonschlicker Arborn	8%	10%	7%	6%	4%
Ton Arborn					
Bentonit					
PVA - Pulver					
Dextrin					
Optapix PS 94					
Blanose CMC 7000	1,3%	1,4%		0,4%	0,2%
Absorber - Oil Dri			2%		
<b>Bemerkungen bzgl. Rohling</b>	gut	recht gut	etwas feucht	gut	weniger bindig
<b>Brand</b>	stehend	stehend	stehend	stehend	stehend
<b>Physikalische Größen</b>					
Rohdichte tr. [g/cm <sup>3</sup> ]	2,59	2,59	2,24	2,3	2,22
Rohdichte gebr. [g/m <sup>3</sup> ]	2,83	2,81	2,35	2,53	2,45
Brennwachsen [%]	4,2	4,6	4,6	6,1	6
Gewichtszunahme [%]	21	24	23	30,7	31



### Punkt 9.1: Auflistung der Richtlinien

Die Messungen wurden gemäß den Vorgaben der Richtlinien-Reihe VDI 2066 durchgeführt. Das gesamte Probenahmesystem wurde vor und nach der Messung auf Dichtigkeit geprüft.

Es wurden folgende Komponenten gemessen:

#### a) Gesamtkohlenwasserstoffe ( $C_{ges.}$ -organisch):

Richtlinie: VDI 3481 Blatt 1 "Messen der Kohlenwasserstoff-Konzentration, Flammen-Ionisationsdetektor (FID)"  
Messverfahren: FID-Messung  
Messbereich:  $0 \dots 10^5$  ppm

#### b) Kohlenmonoxid (CO):

Richtlinie: VDI 2459 Blatt 6 "Messen der Kohlenmonoxid-Konzentration, Verfahren der nichtdispersiven Infrarot-Absorption"  
Messverfahren: Nichtdispersives Infrarotverfahren  
Messbereiche:  $0 \dots 4100$  mg/m<sup>3</sup> bei Messung 1;  $0 \dots 10$  Vol.-% bei Messungen 2-5

#### c) Sauerstoff (O<sub>2</sub>):

Messverfahren: Paramagnetischer Sauerstoffsensoren eingesetzt.  
Messbereiche:  $0 \dots 25$  Vol.-% für die Messungen unter Luftatmosphäre,  
 $0 \dots 100$  Vol.-% für die Messungen mit Sauerstoffüberschuss

#### d) Kohlendioxid (CO<sub>2</sub>):

Messverfahren: NDIR-Analysator  
Messbereich:  $0 \dots 25$  Vol.-%.

#### e) Schwefeldioxid (SO<sub>2</sub>):

Richtlinie: VDI 2462 Blatt 4 "Messung gasförmiger Emissionen: Messen der Schwefeldioxid-Konzentration"  
Messverfahren: Nichtdispersiver UV-Analysator  
Messbereich:  $0 \dots 3000$  mg/m<sup>3</sup>

Die Komponenten b)-e) wurden mit dem NGA 2000, Typ MLT 2.M-Messgerät der Firma Fisher - Rosemount (heute: Emerson Process Management) gemessen.



## **Punkt 9.2: Beschreibung der Sauerstoffemission**

### Messung 1:

Die Ofen-Atmosphäre wurde über eine Sonde abgesaugt. Während des gesamten Brandes trat Luftsauerstoff über diverse Öffnungen in den Ofen ein.

Nach dem Einbringen der 10 Sintergrundkörper in den Ofen wurde das Temperaturprogramm (Aufheizrate 5 K/min) gestartet. Bis zu einer Temperatur von ca. 300° C war die O<sub>2</sub>-Konzentration identisch mit der Luftatmosphäre (≈ 21 Vol-%). Ab 300° C wurde ein starker Abfall der O<sub>2</sub>-Konzentration beobachtet. Im Temperaturintervall von 585° bis 640 °C liegt die O<sub>2</sub>-Konzentration zwischen 0,0-0,2 Vol.-%, wobei ab einer Temperatur von ca. 610° C eine vollständige Sauerstoffzehrung festzustellen war. Ab ca. 640° C steigt die O<sub>2</sub>-Konzentration im Ofenraum kontinuierlich wieder an. Bei der Ofenendtemperatur von 700° C (Haltezeit eine Stunde) wird selbst 1 ½ Stunden nach dem Erreichen des O<sub>2</sub>-Konzentrationsminimums nur eine O<sub>2</sub>-Konzentration von ≈ 17 Vol.-% gemessen.

### Messung 2:

Es wurden drei Sintergrundkörper direkt bei 700° C unter Luftatmosphäre in den Ofen gelegt. Die Temperatur wurde konstant gehalten.

Bei Messbeginn beträgt die O<sub>2</sub>-Konzentration 21,0 % (Luftatmosphäre). Der Sauerstoffgehalt nimmt nach Einbringung der Körper sofort schnell ab. Nach ungefähr 30 Minuten beträgt die Konzentration nahezu konstant 0,1 Vol.-% (Werte schwanken zwischen 0,08 und 0,14 Vol.-%). Anschließend steigt die O<sub>2</sub>-Konzentration wieder an. Bei Versuchsende (1 Stunde Messzeit) beträgt diese 3,9 Vol.-%.

### Messung 3:

Nach dem Einbringen der drei Sintergrundkörper in den Ofen wird das Temperaturprogramm (Aufheizrate 5 K/min) gestartet. Es wird Sauerstoff aus einer Gasflasche zudosiert. Die O<sub>2</sub>-Konzentration wurde auf ca. 50 Vol.-% eingestellt. Der festgelegte O<sub>2</sub>-Volumenstrom wird während der Messung beibehalten. Die genauen Werte pendeln zwischen 49,2 und 51,8 Vol.-%. Ab einer Temperatur von 405° C beginnt die O<sub>2</sub>-Konzentration zu sinken. Sie nimmt stetig ab und erreicht bei einer Temperatur von ca. 530° C den Minimalwert von 17,4 Vol.-%. Mit steigender Temperatur nimmt die O<sub>2</sub>-Konzentration wieder stetig zu.

Zum Messende, bei der Haltetemperatur von 700° C, wird (nach 2 ¼ Stunden) eine O<sub>2</sub>-Konzentration von 38,2 Vol.-% gemessen.

Messung 4:

Drei Sintergrundkörper wurden direkt bei 700° C in den Ofen gelegt. Nach dem Einbringen der Sintergrundkörper beträgt die O<sub>2</sub>-Konzentration im Ofenraum 21,0 Vol.-% (Luftatmosphäre). Während der Messung (2 Stunden bei 700° C) wurde trotz der permanenten Zudosierung von Sauerstoff nach etwa 10 Minuten ein erheblicher Abfall der Konzentration auf ca. 1,2 Vol.-% O<sub>2</sub> beobachtet. Dieser Wert bleibt etwa 10 Minuten lang konstant. Danach steigt die Konzentration wieder stetig an. Bei Messende beträgt die O<sub>2</sub>-Konzentration 48,6 Vol.-%.

Messung 5:

Die Messung wird analog der Messung 1 durchgeführt (hier: 3, anstatt 10 Sintergrundkörper; Gesamtmenge Sintergut: ≈200g). Es wird derselbe Verlauf der O<sub>2</sub>-Konzentration festgestellt, wie während der Messung 1 (siehe oben).



Diagramm 5  
O<sub>2</sub> [Vol.-%] Messung 1

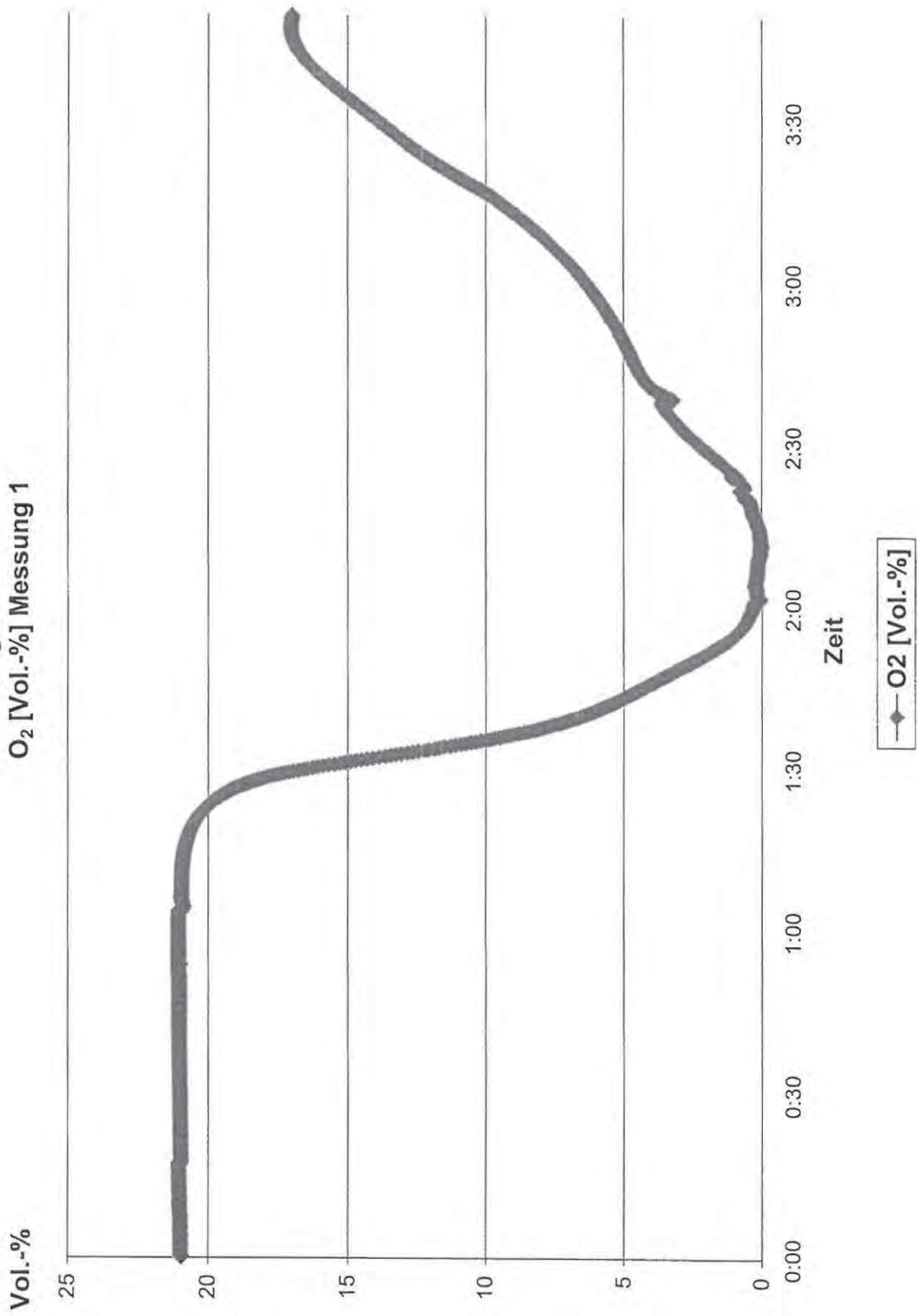


Diagramm 6  
O<sub>2</sub> [Vol.-%] Messung 2

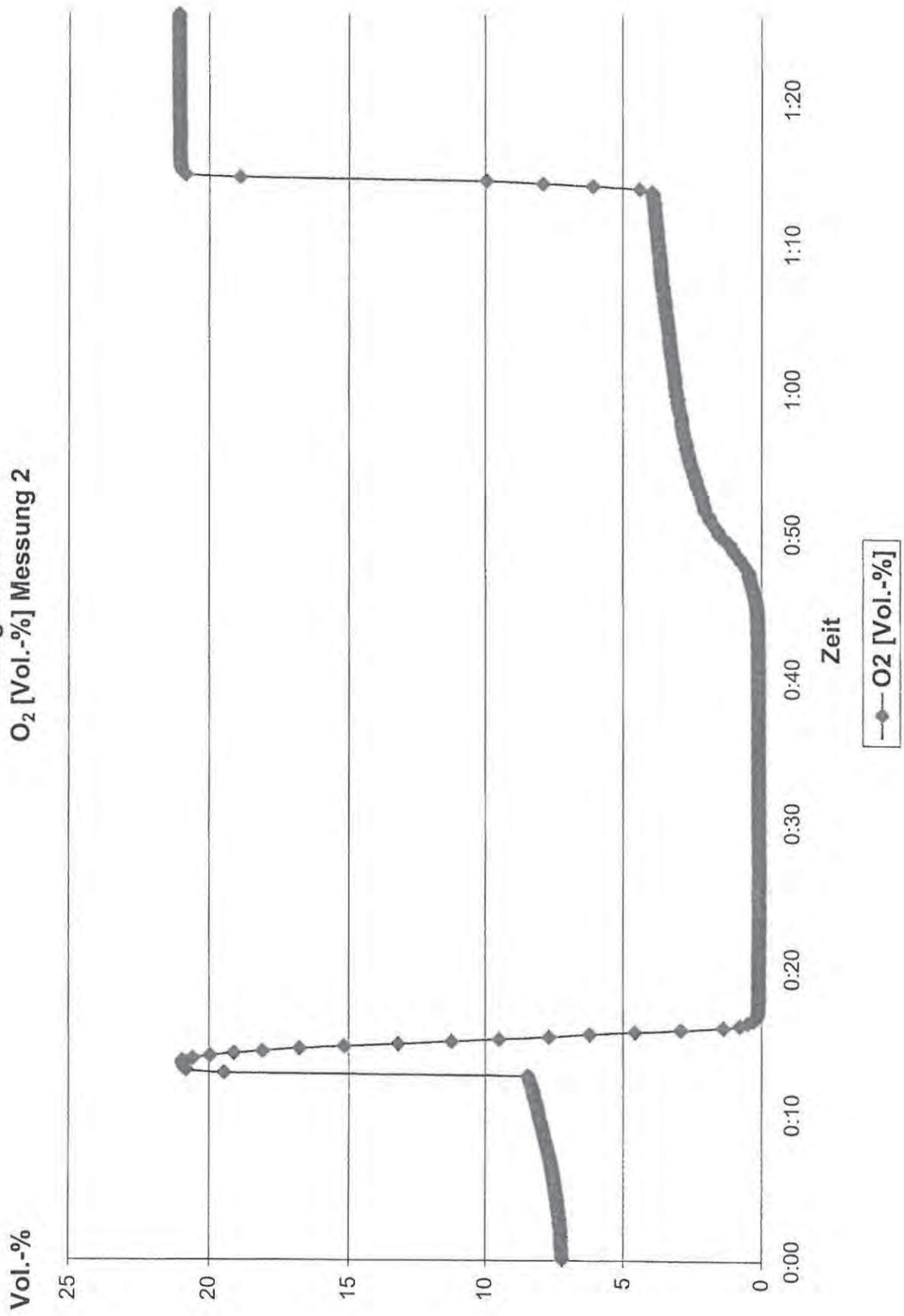




Diagramm 7  
O<sub>2</sub> [Vol.-%] Messung 3

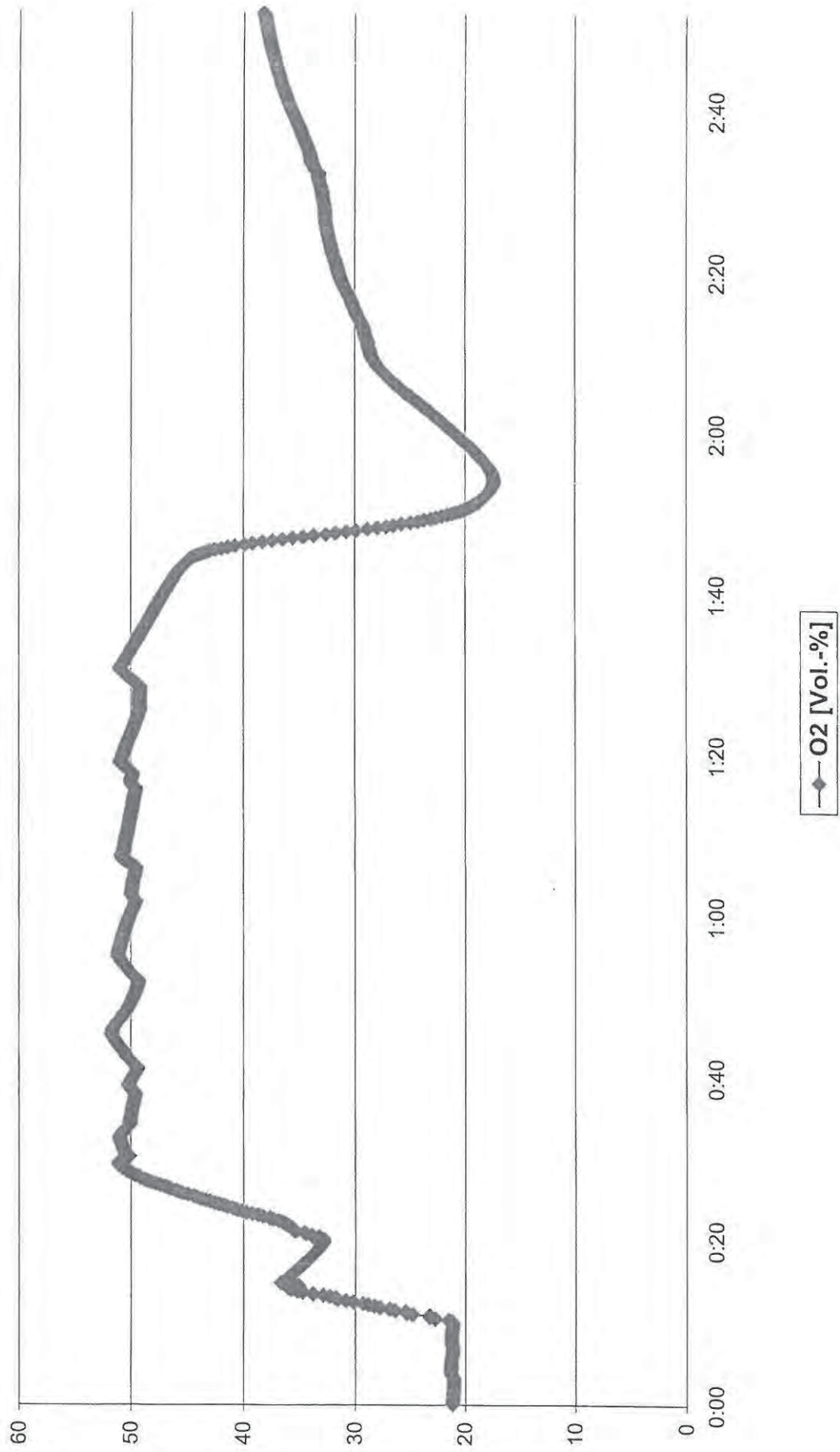
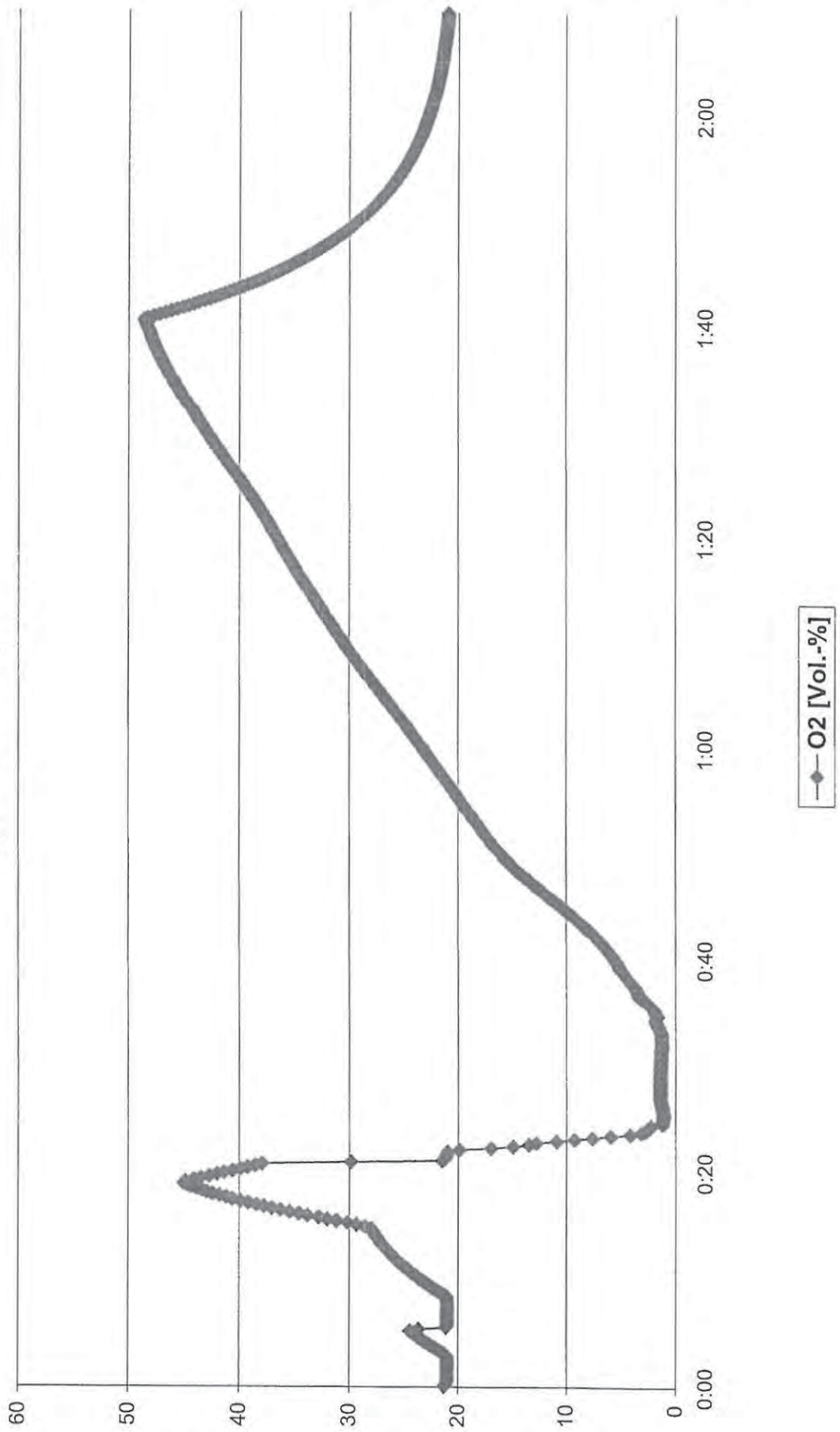


Diagramm 8  
O<sub>2</sub> [Vol.-%] Messung 4





### **Punkt 9.3: Beschreibung der Schwefeldioxidemission**

#### Messung 1:

Nach dem Einbringen der 10 Sintergrundkörper (Gesamtmenge Sintergut betrug ca. 600g) in dem Ofen wurde das Temperaturprogramm mit einer Aufheizrate von 5 K/min gestartet. Bei 700° C endete das Temperaturprogramm. Die Temperatur wurde eine Stunden lang konstant bei 700° C gehalten.

Nach dem Start des Temperaturprogramms ist bis zu einer Ofen-Temperatur von 280° C nur ein geringes Ansteigen der SO<sub>2</sub>-Konzentration auf 3,2 mg/m<sup>3</sup> zu beobachten. Danach kann innerhalb einer Stunde ein stetiges Ansteigen der Emission auf einen Maximalwert von 764 mg/m<sup>3</sup> beobachtet werden. Die Emission an SO<sub>2</sub> sinkt danach stetig in Form einer Hyberbel.

#### Messung 2:

Drei Sintergrundkörper wurden direkt bei 700° C unter Luftatmosphäre in den Ofen plaziert. Die Temperatur wurde eine Stunde lang konstant gehalten.

Zu Beginn der Messung 2, welche unmittelbar im Anschluss an die Messung 1 erfolgte, zeigte das Messgerät noch eine SO<sub>2</sub>-Konzentration im Brennofen von 68 mg/m<sup>3</sup> an (Absorptions-/Desorptionseffekte im Probenahmesystem). Nach ca. 2 Minuten setzte eine starke SO<sub>2</sub>-Bildung ein. Der Maximalwert von 453 mg/m<sup>3</sup> wurde nach einer 15 Minuten erreicht. Anschließend sank die SO<sub>2</sub>-Konzentration stetig ab.

#### Messung 3:

Es wurden drei Sintergrundkörper (ergab ca. 200g Sintergut) in den Ofen gelegt. Nach der Einstellung der Sauerstoffkonzentration im Ofen auf ca. 50 Vol.-% wurde das Temperaturprogramm (Aufheizrate: 5 K/min ab 20° C) gestartet.

Bis zu einer Temperatur von ca. 390° C konnte nur eine geringe Emission festgestellt werden ( $\approx 6$  mg/m<sup>3</sup> SO<sub>2</sub>). Danach setzte eine starke Emission ein, welche bei etwa 510° C den maximalen Wert von 413 mg/m<sup>3</sup> erreichte. Die Konzentration von SO<sub>2</sub> nahm danach stetig ab.

Messung 4:

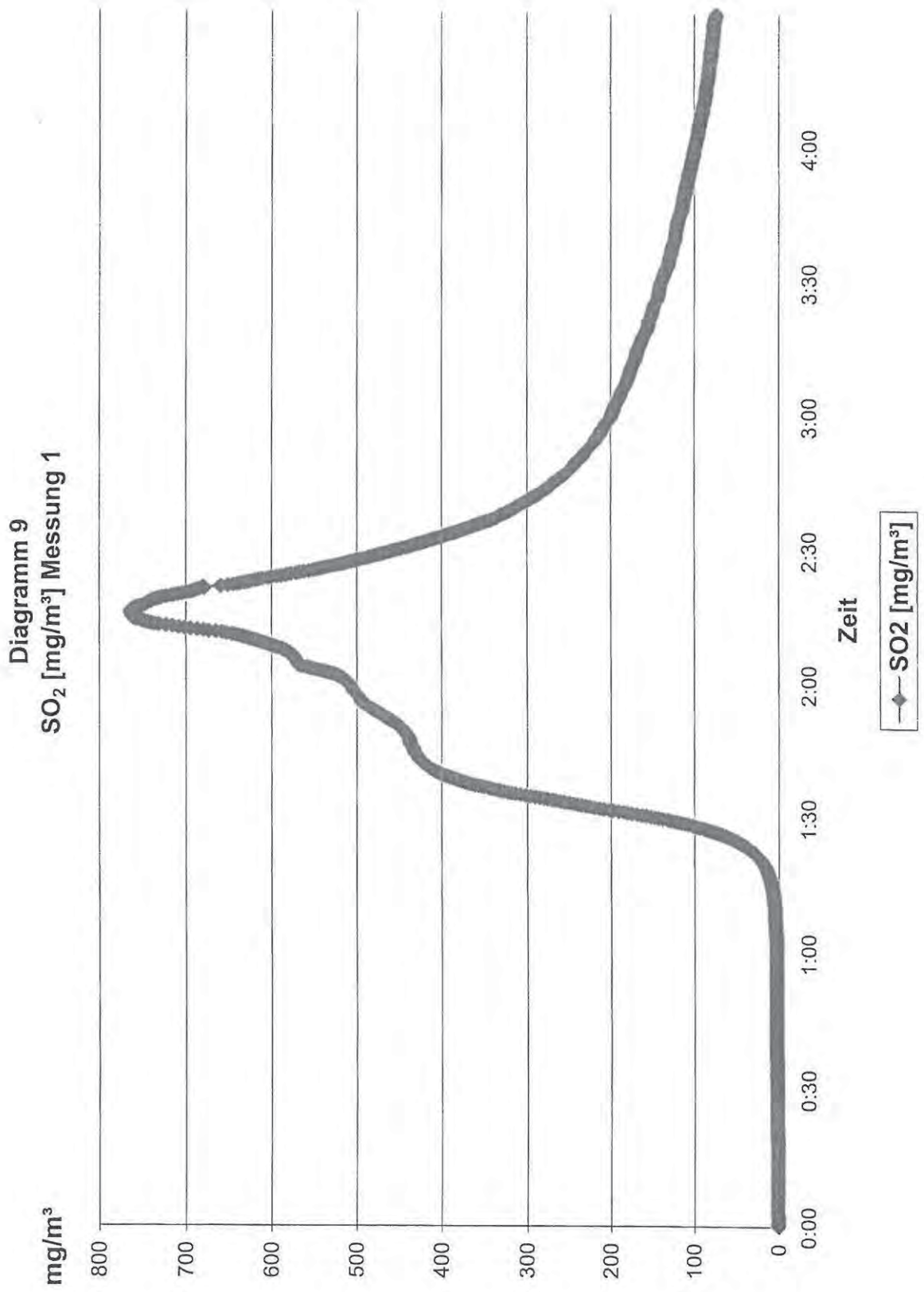
Drei Sintergrundkörper wurden bei 700° C unter Sauerstoffatmosphäre (50 Vol.-%) in den Brennofen gelegt. Die Temperatur wurde über einen Zeitraum von 2 Stunden konstant gehalten.

Zu Beginn der Messung wurde noch eine Restkonzentration von 48 mg/m<sup>3</sup> SO<sub>2</sub> im Brennraum gemessen (gleicher Effekt wie bei Messung 2). Mit einer Verzögerung von etwa 3 Minuten setzte ein starke Emission ein. Nach 10 Minuten Brenndauer wurde das Maximum (337 mg/m<sup>3</sup>) erreicht. Anschließend sinkt die Emission stetig. Gegen Ende der Messung, nach 2 Stunden, wurde noch eine Konzentration von ≈ 63 mg/m<sup>3</sup> gemessen.

Messung 5:

Die Messung wird analog der Messung 1 durchgeführt (hier: 3, anstatt 10 Sintergrundkörper, Gesamtmasse Sintergut: ≈ 200g). Es wurde derselbe Verlauf für SO<sub>2</sub>-Bildung wie der Messung 1 festgestellt.





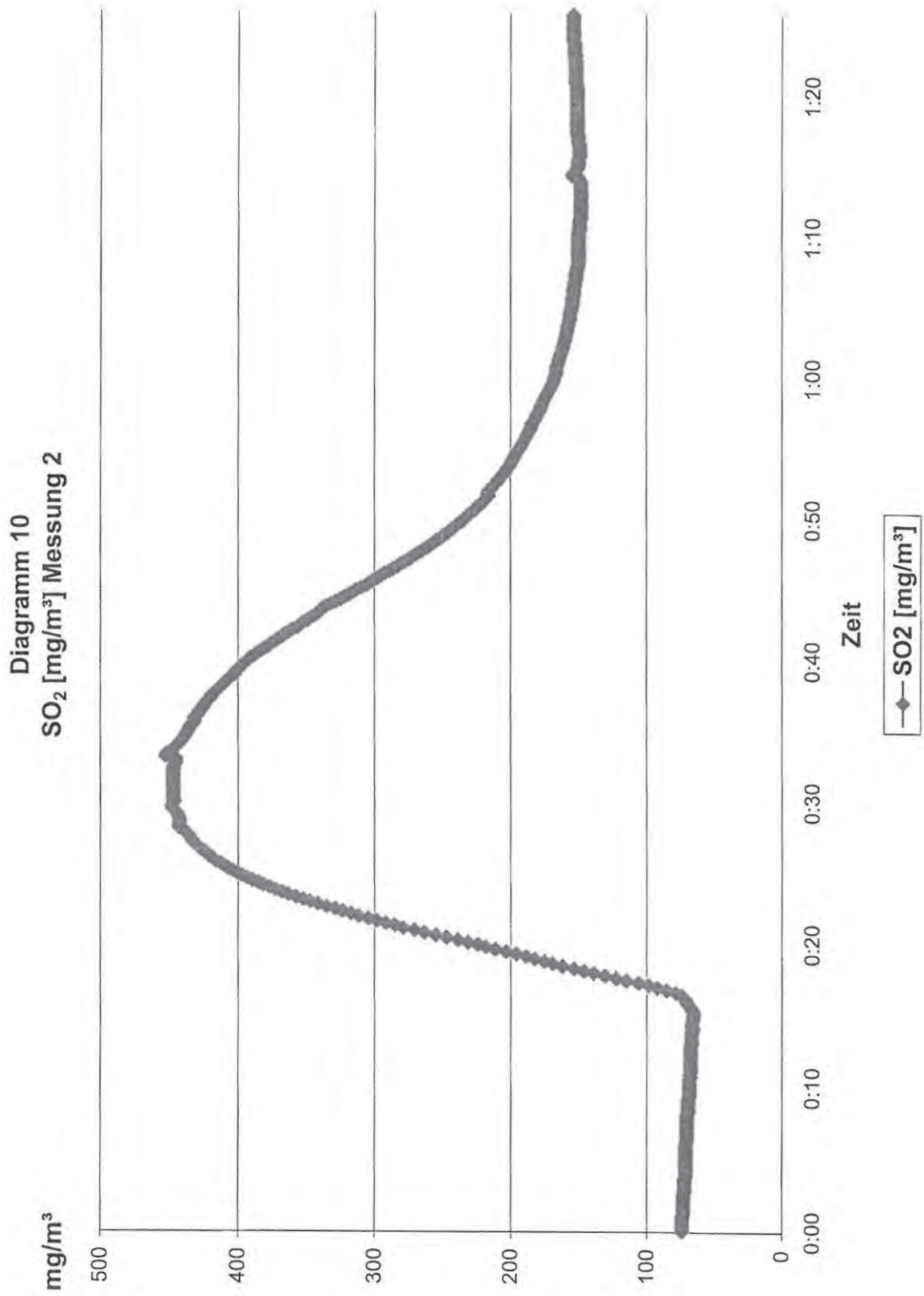




Diagramm 11  
SO<sub>2</sub> [mg/m<sup>3</sup>] Messung 3

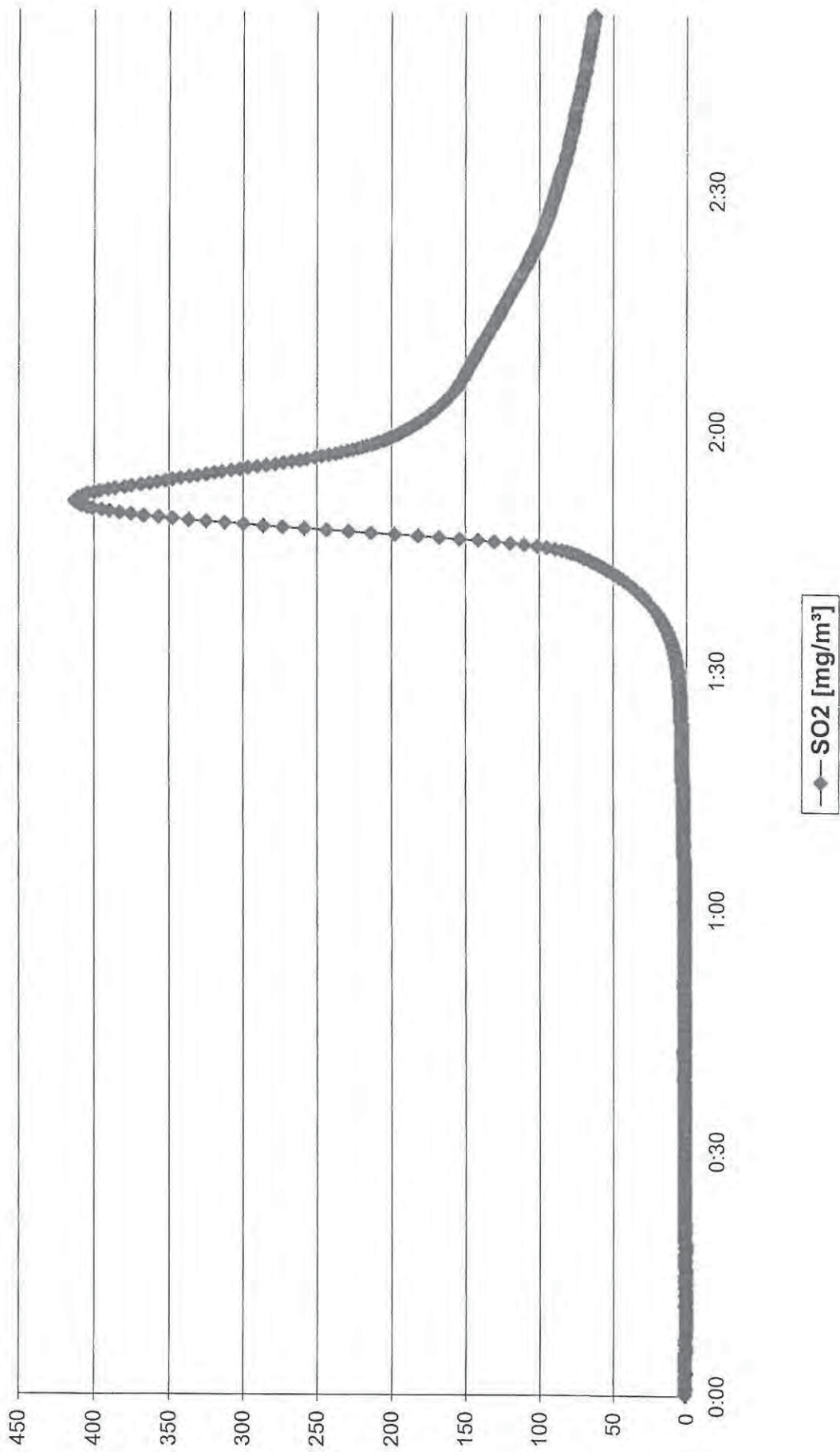


Diagramm 12  
SO<sub>2</sub> [mg/m<sup>3</sup>] Messung 4

