

DIN 51735**DIN**

ICS 75.160.10

**Prüfung fester Brennstoffe –
Bestimmung der plastischen Eigenschaften von Kohle mit dem
Gieseler-Plastometer**

Testing of solid fuels –

Determination of plastic properties of coal with the Gieseler Plastometer

Essais des combustibles solides –

Détermination des propriétés plastiques du charbon –

Méthode à l'aide du plastomètre Gieseler

Gesamtumfang 14 Seiten

Normenausschuss Bergbau (FABERG) im DIN
Normenausschuss Materialprüfung (NMP) im DIN

Vorwort

Diese Norm wurde vom Arbeitsausschuss 12.2 „Prüfung fester Brennstoffe“ im Normenausschuss Bergbau (FABERG) ausgearbeitet.

Sie entspricht inhaltlich weitgehend dem Entwurf ISO/DIS 10329:2006 „Coal — Determination of plastic properties — Constant-torque Gieseler Plastometer method“ (Kohle — Bestimmung der plastischen Eigenschaften — Methode mit dem Konstant-Drehmoment-Gieseler-Plastometer).

1 Anwendungsbereich

In dieser Norm wird ein Verfahren festgelegt, welches eine (relative) Aussage über das plastische Verhalten von Kohle macht, die unter in dieser Norm beschriebenen Bedingungen erhitzt wird.

2 Normative Verweisungen

Die folgenden zitierten Dokumente sind für die Anwendung dieses Dokuments erforderlich. Bei datierten Verweisungen gilt nur die in Bezug genommene Ausgabe. Bei undatierten Verweisungen gilt die letzte Ausgabe des in Bezug genommenen Dokuments (einschließlich aller Änderungen).

DIN 51701-2, *Prüfung fester Brennstoffe — Probenahme und Probenvorbereitung — Teil 2: Durchführung der Probenahme*

3 Begriffe

Für die Anwendung dieses Dokuments gelten die folgenden Begriffe.

3.1

Teilstriche je Minute

Maß, das die Umdrehungsgeschwindigkeit des Rührers beschreibt, wobei eine volle Umdrehung des Rührers (360°) 100 Teilstrichen entspricht

ANMERKUNG Der Messwert der Fluidität wird angegeben als die Anzahl der Teilstriche, die sich der Rührer in einer Minute weiterdreht, also dd/min.

3.2

Erweichungstemperatur

Temperatur, bei der sich der Rührer mit mindestens 1,0 dd/min zu drehen beginnt und diese Geschwindigkeit weiter beibehält

3.3

Temperatur der maximalen Fluidität

Temperatur, bei der sich der Rührer mit der maximalen Geschwindigkeit dreht

3.4

plastischer Bereich

Differenz zwischen der Erweichungstemperatur und der Verfestigungstemperatur

3.5**Temperatur der letzten Fluidität**

Temperatur, bei der sich der Rührer letztmalig mit 1,0 dd/min dreht

3.6**Wiederverfestigungstemperatur**

Temperatur, bei der der Rührer stoppt

3.7**maximale Fluidität**

höchste Drehgeschwindigkeit des Rührers in dd/min

4 Bezeichnung

Bezeichnung des Verfahrens nach dieser Norm zur Bestimmung des plastischen Verhaltens von Steinkohlen, Braunkohlen und Ligniten mit dem Gieseler-Plastometer:

Verfahren DIN 51735 — GP**5 Kurzbeschreibung des Verfahrens**

Zur Bestimmung der plastischen Eigenschaften von Kohle wird die Kohleprobe in eine Retorte gefüllt, in die ein Rührer eintaucht, auf den ein konstantes Drehmoment einwirkt. Die Retorte ist in einem Heizbad eingetaucht und die Temperatur wird gleichmäßig erhöht. Die Drehgeschwindigkeit des Rührers wird in Abhängigkeit der steigenden Temperatur registriert.

Da es sich um ein empirisches (Konventions-)Verfahren handelt, ist eine sorgfältige Kalibrierung erforderlich, insbesondere die Einstellung des korrekten Drehmomentes. Nur so können die ermittelten Werte einen Hinweis auf das tatsächliche plastische Verhalten der Kohle, z. B. im Koksofen, geben. Das exakt eingestellte Drehmoment ist eine wichtige Voraussetzung für gute Wiederhol- und Vergleichbarkeiten der maximalen Fluidität. Einige Kohlen jedoch, insbesondere mit hohen Blähzahlen, können sich in der Retorte ausdehnen und somit den Rührer blockieren oder auch nur verlangsamen und somit eine zu niedrige Fluidität vortäuschen. Dies kann besonders dann eintreten, wenn die Fluidität oberhalb von 5 000 dd/min liegt.

6 Geräte**6.1 Plastometer-Unterteil, bestehend aus (siehe Bild 1)****6.1.1 Retorte**

Zylindrisch mit einem Innendurchmesser von $21,4 \text{ mm} \pm 0,1 \text{ mm}$ und einer Tiefe von $35 \text{ mm} \pm 0,3 \text{ mm}$. Die Retorte hat eine Bohrung mit einem Durchmesser von $2,38 \text{ mm} \pm 0,02 \text{ mm}$ mit einem angefrästen Winkel von 70° in der Mitte als Sitz für den Rührer.

6.1.2 Retortendeckel

Mit einem inneren Gewinde, das es erlaubt, den Deckel exakt auf die Retorte aufzusetzen, sowie einem äußeren Gewinde, das es erlaubt, den Retortenhalter exakt auf den Deckel aufzusetzen. Der Innendurchmesser der Bohrung, die den Rührer aufnimmt, beträgt $9,5 \text{ mm} \pm 0,1 \text{ mm}$.

6.1.3 Retortenhalter

121 mm $\pm$ 2,5 mm lang mit einem Innendurchmesser von 9,5 mm $\pm$ 0,1 mm. Das obere Ende des Retortenhalters hat einen Innendurchmesser von 12,7 mm mit einer so bemessenen Tiefe, dass eine Führungshülse eingesetzt werden kann, durch die dann die Rührerwelle in der zusammengebauten Apparatur läuft. Seitlich am Retortenhalter ist eine Öffnung mit aufgesetztem Rohr (etwa in der Mitte) angebracht, aus dem flüchtige Produkte während des Tests austreten können.

6.1.4 Rührer

Der Rührer ist in Bild 2 dargestellt.

Bestehend aus einer geraden Rührerwelle mit einem Durchmesser von 3,95 mm $\pm$ 0,05 mm und mit 4 aufgesetzten Fingern. Das untere Ende des Rührers ist in einem Winkel von 60° angeschrägt. Die aufgesetzten Finger auf dem Rührer haben einen Durchmesser von 1,60 mm $\pm$ 0,05 mm, eine Länge von 6,4 mm $\pm$ 0,05 mm und sind in einem Winkel von jeweils 90° gegeneinander angeordnet, wobei sie jeweils einen vertikalen Abstand auf der Rührerwelle von 3,2 mm $\pm$ 0,05 mm (gemessen von Mitte zu Mitte) haben. Die beiden mittleren Finger sind genau gegenüber (180°) angeordnet; dasselbe gilt für den oberen und den unteren Finger. Der unterste Finger wird so angebracht, dass er im zusammengebauten Zustand einen Abstand von 1,6 mm $\pm$ 0,05 mm zum Retortenboden hat. Das obere Ende des Rührers ist so bearbeitet, dass es in die Aufnahme der Antriebswelle des Plastometerkopfes geführt werden kann. In probenfertigem Zustand darf das Ende des Fingerrührers nicht an die Welle stoßen. Der Abstand sollte 1 mm bis 2 mm betragen. Die Seitenflanken müssen leicht in die Aufnahme eingesetzt werden können, um den Fingerrührer in der Probe nicht zu lockern.

Vor jedem Test sollten die Finger visuell geprüft werden, dass sie frei von Anbackungen sind und keine sichtbaren Schäden aufweisen. Es ist wichtig, dass die Anordnung und Dimensionierung der Finger auf der Rührerwelle exakt den in diesem Abschnitt beschriebenen Details entsprechen. Die Maße sollten regelmäßig, z. B. nach jeweils 50 Tests, überprüft werden. Wenn durch häufigen Gebrauch Durchmesser oder Länge der Finger außerhalb der zulässigen Abweichungen liegen, ist ein neuer Rührer zu verwenden.

6.1.5 Führungshülse

Zum Einbau am oberen Ende des Retortenhalters zur Führung der Rührerwelle mit einem Spiel von 0,05 mm bis 0,1 mm.

6.2 Plastometerkopf

Der Plastometerkopf ist schematisch in Bild 3 zu sehen. Er besteht aus einem Synchronmotor (etwa 300 U/min), der direkt an eine Magnetkupplung oder eine Hysteresebremse angeschlossen ist, welche einen ausreichenden beidseitigen Einstellbereich um das geforderte Drehmoment von 101,6 g cm (9,66 Nm) besitzt. Auf die Antriebswelle, an deren Ende der Fingerrührer angesetzt wird, ist eine Messtrommel gesetzt, welche eine Einteilung von 100 Teilstrichen auf den Umfang von 360° besitzt. Jede Umdrehung oder 100 Teilstriche werden mit einem elektronischen Auge oder einem anderen geeigneten Instrument registriert. Alternativ kann ein Inkremental-Drehgeber eingesetzt werden, welcher Umdrehungsraten von 0,01 min⁻¹ bis 300 min⁻¹ erfassen kann. Der Datenausgang des Inkremental-Drehgebers wird auf einen Zähler oder eine Auswertesoftware geführt. Alle eingesetzten Geräte müssen in der Lage sein, die Teilstriche (dd/min) zu erfassen und im Minutenabstand aufzuzeichnen.

Sorgfalt ist bei der Pflege und Schmierung aller Lager zu üben, besonders wenn hochflüchtige Kohlen untersucht worden sind. Die Verwendung von Lagern mit geschlossenem Laufring wird nicht empfohlen, da hierbei erhöhte Reibung im Vergleich zu Lagern mit offenem Laufring auftritt. Bei der Verwendung von offenen Laufringen sind diese regelmäßig zu reinigen und bei Bedarf auszutauschen.

6.3 Ofen

Elektrisch beheizter Ofen (siehe Bild 4), fähig, eine Aufheizrate von $3\text{ °C/min} \pm 0,1\text{ °C/min}$ über den gesamten Temperaturbereich sicherzustellen, wobei während der Messung zu jedem beliebigen Zeitraum von einer Minute zwischen 300 °C und 550 °C die Aufheizrate $3\text{ °C/min} \pm 1\text{ °C/min}$ und zu jedem beliebigen Zeitraum von 5 min die Aufheizrate $15\text{ °C/min} \pm 1\text{ °C/min}$ sein muss. Im Ofen befindet sich ein Metallbad, bestehend aus etwa 50 % Blei und etwa 50 % Zinn. Die Temperatur im Metallbad wird mit einem geeigneten Schutzmantel-Thermoelement von etwa 6 mm Außendurchmesser bestimmt, wobei das Thermoelement die Außenwand der Retorte berührt. Das Thermoelement wird so weit eingetaucht, dass sich die Lötstelle in Höhe des Zentrums der Kohleprobe befindet. Zur Durchmischung des Metallbades ist ein Rührer einzusetzen.

6.4 Verdichtungsrichtung

Die Verdichtungsrichtung dient zum gleichmäßigen Einbringen der Kohle in die Retorte unter einer Auflagemasse von insgesamt 10 kg. Sie muss so beschaffen sein, dass sich nach der Verdichtung Retorte samt Inhalt leicht ausbauen lassen, ohne dass die verdichtete Kohlenpackung gestört wird. Ein Beispiel für eine geeignete Vorrichtung ist in Bild 5 dargestellt. Sie besitzt eine statische Masse von 9 kg und hat ein Fallgewicht mit einer Masse von 1 kg, welches 15-mal aus einer Höhe von 115 mm fallen gelassen wird.

ANMERKUNG Die statische Masse beinhaltet die Massen des Führungsrohrs, des Gleitständers, des Verdichtungsstempels und des statischen Auflagegewichtes.

7 Kalibrierung

Das Drehmoment muss mit der Schnur- und Umlenkrollen-Methode nach Bild 6 geprüft werden, gegebenenfalls auch mit einem geeigneten Signalaufnehmer. Bei der Schnur- und Umlenkrollen-Methode wird eine Scheibe (Antriebsriemenscheibe) auf die Rührerwelle aufgeschraubt, an der eine Schnur befestigt wird, welche über ein vertikales Laufrad (Umlenkrolle) gelenkt und mit dem erforderlichen Gewicht beschwert wird. Bei einer Umlenkrolle mit einem Durchmesser von $50,8\text{ mm} \pm 0,1\text{ mm}$ ist ein Gewicht von 40 g erforderlich. Wenn dann der Motor des Plastometers eingeschaltet wird, muss die Bremsen- oder Kupplungsspannung bzw. der Signalaufnehmer ein Drehmoment von $101,6\text{ g cm} \pm 5\text{ g cm}$ anzeigen. Alle Geräte sollten mit einer dieser Methoden wöchentlich geprüft werden.

Bei Verwendung eines Signalaufnehmers wird empfohlen, das Drehmoment, welches auf den Rührer einwirkt, an mindestens zwei Positionen zu prüfen, welche jeweils um 90° versetzt sind, um sicherzustellen, dass die Ausrichtung und Lagerung der Rührerwelle einwandfrei sind. Wenn die Drehmomente an verschiedenen Positionen nicht übereinstimmen, deutet dies auf einen technischen Fehler hin, welcher behoben werden muss, da sonst zu niedrige Fluiditätswerte registriert werden.

ANMERKUNG Die Schnur- und Umlenkrollen-Methode ist die einzige, die in der Lage ist, das Drehmoment über die vollen 360° zuverlässig zu bestimmen.

8 Probenahme und Probenvorbereitung

Die Probenahme erfolgt nach DIN 51701-2. Zur Erstellung der Laboratoriumsprobe werden aus der Primär- oder Sammelprobe etwa 4 kg repräsentativ entnommen und auf $< 4,75\text{ mm}$ gebrochen. Die Laboratoriumsprobe wird zur Gleichgewichtseinstellung mit der Laboratmosphäre auf einem Blech ausgebreitet. Die Probe sollte nicht weiter getrocknet werden, damit keine Beeinflussung der plastischen Eigenschaften der Kohle durch Oxidation stattfindet. Die Trocknungstemperatur darf 40 °C nicht überschreiten. Nach der Lufttrocknung wird die Probe auf $< 850\text{ }\mu\text{m}$ gemahlen und z. B. durch Riffeln auf 500 g geteilt. Diese Probe wird nochmals geviertelt, ein Viertel davon wird in Portionen auf $< 425\text{ }\mu\text{m}$ zerkleinert, wobei die Zerkleinerung möglichst schonend erfolgen soll, um die Feinkornbildung zu minimieren. Dies wird durch wechselndes Sieben und Zerkleinern des Überkorns erreicht; dies wird solange fortgesetzt, bis kein Überkorn mehr vorhanden ist. Die Probenzerkleinerung sollte so erfolgen, dass der Anteil des Feinkorns $< 0,2\text{ mm}$ weniger als 50 % der für die Untersuchung eingesetzten Probe beträgt.