

(12) NACH DEM VERTRAG ÜBER DIE INTERNATIONALE ZUSAMMENARBEIT AUF DEM GEBIET DES
PATENTWESENS (PCT) VERÖFFENTLICHTE INTERNATIONALE ANMELDUNG

(19) Weltorganisation für geistiges Eigentum
Internationales Büro



(43) Internationales Veröffentlichungsdatum
15. August 2002 (15.08.2002)

PCT

(10) Internationale Veröffentlichungsnummer
WO 02/063276 A2

(51) Internationale Patentklassifikation⁷: G01N 1/40,
1/22, 15/06, C01B 31/00

(71) Anmelder: PROMECON PROZESS- UND
MESSTECHNIK CONRADS GMBH [DE/DE];
Steinfeldstrasse 3, 39179 Barleben (DE).

(21) Internationales Aktenzeichen: PCT/DE02/00381

(72) Erfinder: CONRADS, Hans, Georg; Podbielskistrasse
81, 30177 Hanover (DE). KLUPSCH, Volkhard; Garten-
strasse 1, 39179 Barleben (DE). HÖPFL, Thomas;
Merkurstrasse 1, 06118 Halle (DE).

(22) Internationales Anmeldedatum:

30. Januar 2002 (30.01.2002)

(81) Bestimmungsstaaten (national): AU, BR, CA, CN, CZ,
IL, JP, KR, MX, NO, NZ, PL, RO, RU, UA.

(25) Einreichungssprache: Deutsch

(84) Bestimmungsstaaten (regional): europäisches Patent (AT,
BE, CH, CY, DE, DK, ES, FI, FR, GB, GR, IE, IT, LU, MC,
NL, PT, SE, TR).

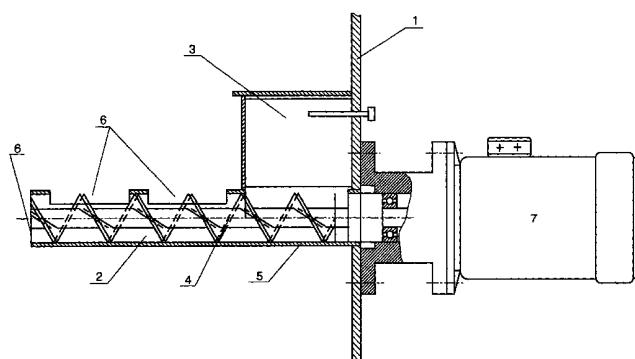
(26) Veröffentlichungssprache: Deutsch

(30) Angaben zur Priorität:
101 05 117.4 5. Februar 2001 (05.02.2001) DE

[Fortsetzung auf der nächsten Seite]

(54) Title: DEVICE AND METHOD FOR PRODUCING SAMPLES FROM PREDOMINANTLY DUST-LIKE AND DRY MATERIAL

(54) Bezeichnung: EINRICHTUNG UND VERFAHREN ZUR ERZEUGUNG VON PROBEN AUS ÜBERWIEGEND STAUBFÖRMIGEM UND TROCKENEM MATERIAL



(57) Abstract: The invention relates to a device and a method for producing samples from predominantly dust-like and dry material, especially dust-like residues of combustion such as filter ash or flue ash, for determining the residual carbon content by determining the change in electrical parameters of a complex electrical component containing the produced samples to be examined. The aim of the invention is to solve the technical problem of easily obtaining suitable samples from dust-like and dry material such as filter ash or flue ash having extremely bad flow behaviour, enabling the residual carbon content to be determined with a high level of precision according to the described method. To this end, the flue ash is transported into the complex electrical component (3) by means of a screw conveyor (2) and is compressed until a rapid, significant increase of the compression force is indicated. It was observed that during the compression of flue ash, a rapid increase in compression force of over 200 % is produced when a defined reproducible degree of compression is obtained, without any further increase occurring in the degree of compression. Possible samples having defined compression ratios can thus be produced, said samples enabling a sufficiently precise determination of the residual carbon content.

(57) Zusammenfassung: Die Erfindung betrifft eine Einrichtung sowie ein Verfahren zur Erzeugung von Proben aus überwiegend staubförmigem und trockenem Material, speziell von staubförmigen Verbrennungsrückständen wie Filter- oder Flugasche für die Bestimmung des Restkohlenstoffgehaltes durch die Bestimmung der Änderung elektrischer Parameter eines komplexen

WO 02/063276 A2

[Fortsetzung auf der nächsten Seite]

**Veröffentlicht:**

- ohne internationalen Recherchenbericht und erneut zu veröffentlichen nach Erhalt des Berichts

Zur Erklärung der Zweibuchstaben-Codes und der anderen Abkürzungen wird auf die Erklärungen ("*Guidance Notes on Codes and Abbreviations*") am Anfang jeder regulären Ausgabe der PCT-Gazette verwiesen.

elektrischen Bauelementes, das die erzeugten zu untersuchenden Proben beinhaltet. Das der Erfindung zugrundeliegende technische Problem besteht darin, aus staubförmigem und trockenem Material wie beispielsweise Filter- oder Flugasche mit extrem schlechtem Schüttverhältnis auf einfache Weise geeignete Proben zu gewinnen, die eine Bestimmung des Restkohlenstoffgehaltes nach der beschriebenen Methode mit hoher Genauigkeit ermöglichen. Dieses Problem wird erfundungsgemäß dadurch gelöst, dass die Flugasche mittels eines Schneckenförderers (2) in das komplexe elektrische Bauelement (3) gefördert und soweit verdichtet wird, bis ein sprunghafter, signifikanter Anstieg der Verdichtungskraft zu verzeichnen ist. Es wurde gefunden, dass bei der Verdichtung von Flugasche mit dem Erreichen eines bestimmten reproduzierbaren Verdichtungsgrades ein sprunghafter Anstieg der Verdichtungskraft um mehr als 200 Prozent zu verzeichnen ist, ohne dass eine weitere Erhöhung des Verdichtungsgrades erreicht wird. Damit wird es auf einfache Weise möglich Proben mit definierten Verdichtungsverhältnissen zu erzeugen, die eine hinreichend genaue Bestimmung des Restkohlenstoffgehaltes ermöglichen.

Einrichtung und Verfahren zur Erzeugung von Proben aus überwiegend staubförmigem und trockenem Material

- Die Erfindung betrifft eine Einrichtung sowie ein Verfahren zur Erzeugung von Proben aus überwiegend staubförmigem und trockenem Material, speziell von staubförmigen Verbrennungsrückständen wie Filter- oder Flugasche für die Bestimmung des Restkohlenstoffgehaltes durch die Bestimmung der Änderung elektrischer Parameter eines komplexen elektrischen Bauelementes, das die erzeugten zu untersuchenden Proben aus überwiegend staubförmigem und trockenem Material beinhaltet.
- 5 Die Erfindung ist insbesondere für den Einsatz in Aschesammelstationen von Feuerungsanlagen in Kohlekraftwerken vorgesehen. Es wird daher im folgenden überwiegend von Flugasche gesprochen, ohne dass das Einsatzgebiet der Erfindung darauf beschränkt werden soll. Die Erfindung kann nämlich darüber hinaus mit Vorteil überall dort eingesetzt werden, wo der Restkohlenstoffgehalt von überwiegend staubförmigem und
- 10 trockenem Material durch die Bestimmung der Änderung elektrischer Parameter komplexer elektrischer Bauelemente, die das zu untersuchende Material beinhalten, bestimmt werden soll. Dies können neben Kraftwerksfeuerungsanlagen beispielsweise auch Müllverbrennungsanlagen oder Anlagen zur Zementherstellung sein.
- 15 20 Die Bestimmung des Restkohlenstoffgehaltes von Flugasche ist zum einen unter dem Gesichtspunkt der Führung und Optimierung des Verbrennungsprozesses, das heißt, für eine möglichst vollständige Nutzung der im Brennstoff enthaltenen Energie notwendig, zum anderen aber auch zur Qualitätskontrolle der Flugasche, für deren Verwendung als Zuschlagstoff für die Baustoff- und Zementindustrie. Zielstellung ist unter beiden
- 25 30 Gesichtspunkten ein möglichst geringer Restkohlenstoffgehalt bzw. ein möglichst kleiner Anteil unverbrannter Bestandteile. Wechselnde Lastbedingungen in einer Feuerungsanlage und unterschiedliche Brennstoffzusammensetzungen erfordern eine kontinuierliche Überwachung des Verbrennungsprozesses, was eine möglichst kontinuierliche oder in kurzen Zeitabständen periodische und zeitlich nicht oder nur gering verzögerte Bestimmung des Restkohlenstoffgehaltes in den Verbrennungsrückständen erforderlich macht.
- 35 Die derzeit überwiegend in Kraftwerksfeuerungsanlagen von Kohlekraftwerken noch anzutreffende Methode der Entnahme von Ascheproben und anschließender analytischer Untersuchung der Proben im Labor ist zum einen sehr kostenaufwendig und führt zum anderen auch zu einem so erheblichen Zeitversatz, dass eine optimierte Führung des Verbrennungsprozesses praktisch nicht möglich ist.
- Es werden daher schon seit längerem Anstrengungen unternommen, um Verfahren und Einrichtungen zu entwickeln, die eine Bestimmung des Restkohlenstoffgehaltes auf einfache

che Weise und kontinuierlich oder periodisch ohne Zeitversatz ermöglichen. Dabei haben sich Verfahren, die auf einer Änderung elektrischer Parameter komplexer elektrischer Bauelemente, die die zu untersuchende Flugasche beinhalten, basieren als besonders geeignet erwiesen. Problematisch ist aber die Handhabung der ein extrem schwieriges Schüttverhalten aufweisenden Flugasche.

- In der DE-OS 3303177 werden ein Verfahren und eine Einrichtung zur Messung des Kohlenstoffgehaltes von Flugasche beschrieben, bei dem die Veränderung der Kapazität eines Kondensators, in den eine Flugascheprobe als Dielektrikum eingebracht wird, ausgewertet wird. Mittels einer Förderschnecke wird dabei Flugasche aus einem Silo entnommen, in eine das Dielektrikum eines Kondensators bildende Messkammer überführt und mittels Vibrationen verdichtet. Danach wird die Kapazität der die verdichtete Flugascheprobe enthaltenden Messkammer bestimmt. Nach der Bestimmung der Kapazität wird die Flugascheprobe aus der Messkammer entfernt und mittels einer anderen Förderschnecke in das Silo zurückgeführt. Aus der elektrisch gemessenen Kapazität wird auf den Kohlenstoffgehalt der Flugasche geschlossen. Das Verfahren kann kontinuierlich oder periodisch durchgeführt werden, wobei zur Erzielung brauchbarer Messwerte sichergestellt werden muss, dass die in der Messkammer enthaltene Menge an Flugasche im Mittel im wesentlichen konstant ist und eine definierte Dichte aufweist. Eine prinzipiell vergleichbare Lösung ist in der DE-OS 19856870 beschrieben. Hierbei wird Asche, die in einem pneumatischen Fördersystem transportiert wird, einem Probennehmer zugeführt, wobei mittels Abluftfilter und Lichtschranke ein definierter Partikelgehalt der Probe realisiert wird, die Probe auf eine vorgegebene Analysetemperatur erwärmt und mittels einer Rütteleinrichtung verdichtet und dann einem Mikrowellenanalysator zugeführt wird. Die Bestimmung des Restkohlenstoffgehaltes in der dem Mikrowellenanalysator zugeführten aufbereiteten Probe erfolgt in bekannter Weise mittels Mikrowellenresonanztechnik. Die untersuchte Probe wird dem pneumatischen Fördersystem wieder zugeführt.
- Beide beschriebenen Lösungen weisen einen hohen apparativen Aufwand für Entnahme, Aufbereitung und Rückführung der Probe auf. Dieser Aufwand ist letztlich dem extrem schlechten Schüttverhalten der zu untersuchenden Flugasche geschuldet. Es hat sich darüber hinaus gezeigt, dass die erreichte Genauigkeit der Restkohlenstoffbestimmung unbefriedigend ist. Insbesondere ist eine starke Streuung der Messwerte zu verzeichnen. Sie sind daher beispielsweise zur Regelung des Verbrennungsprozesses nur bedingt geeignet.

35

Ziel der Erfindung sind eine Einrichtung sowie ein Verfahren zur Erzeugung von Flugascheproben für die Bestimmung des Restkohlenstoffgehaltes durch die Bestimmung der Veränderung der elektrischen Parameter eines komplexen elektrischen Bauelementes,

das die zu untersuchenden Proben beinhaltet, die ohne hohen apparativen Aufwand auskommen und eine hohe Genauigkeit der Bestimmung des Restkohlenstoffgehaltes ermöglichen.

- 5 Erfindungsgemäß wird dies durch eine Einrichtung wie in Anspruch I beschrieben erreicht, die aus einem Schneckenförderer und einem als geschlossene Messkammer ausgeführten komplexen elektrischen Bauelement besteht, die so angeordnet sind, dass der Schneckenförderer die Flugasche in das als geschlossene Messkammer ausgeführte komplexe elektrische Bauelement fördert und verdichtet. Gemäß dem in Anspruch 5
- 10 beschriebenen erfindungsgemäßen Verfahren wird das überwiegend staubförmige und trockene Material (z. B. Flugasche) bis zu einem sprunghaften Anstieg der Verdichtungskraft verdichtet.
Es wurde gefunden, dass die bisher übliche Verdichtung der Flugasche durch Vibration nicht zu reproduzierbaren Verdichtungsergebnissen führt. Vielmehr verbleibt die Flugasche infolge der Vibrationen in einem fluidisierten Zustand. Außerdem führen die Vibrationen zu einer Entmischung unterschiedlicher Bestandteile der Flugasche. Sowohl die nicht reproduzierbaren Verdichtungsergebnisse insbesondere aber auch die Entmischungserscheinungen führen bei den bisher bekannten Einrichtungen und Verfahren zur Erzeugung von Flugascheproben für eine Bestimmung des Restkohlenstoffgehaltes
- 15 20 nach der beschriebenen Methode zu erheblichen Streuungen der Messergebnisse. Die festgestellten Streuungen liegen deutlich oberhalb von $\pm 0,5$ Prozent.
Grundlage des erfindungsgemäßen Verfahrens ist die gefundene Erkenntnis, dass bei der Verdichtung von Flugasche mit dem Erreichen eines bestimmten reproduzierbaren Verdichtungsgrades ein sprunghafter Anstieg der Verdichtungskraft um mehr als
- 25 30 35 200 Prozent zu verzeichnen ist, ohne dass eine weitere Erhöhung des Verdichtungsgrades erreicht wird. Dadurch ist es möglich durch Auswertung dieses erheblichen und signifikanten Sprunges in der Verdichtungskraft auf einfache Weise reproduzierbare Verdichtungsverhältnisse zu schaffen, die dann mittels der beschriebenen Messmethode zu Messergebnissen hoher Genauigkeit und geringer Streuung führen.
Besonders vorteilhaft ist es, wenn das als geschlossene Messkammer ausgeführte komplexe elektrische Bauelement gemeinsam mit einem Schneckenförderer in einem die Flugasche aufnehmenden Behälter so angeordnet ist, dass der Schneckenförderer die Flugasche in die Messkammer fördert und bis zu einem Sprung des zur Förderung und Verdichtung aufgewandten Drehmomentes verdichtet. Durch die Anordnung des komplexen elektrischen Bauelementes im die Flugasche aufnehmenden Behälter wird erreicht, dass die Temperatur der Flugasche auf dem üblicherweise in Aschesammelbehältern herrschenden Niveau, d. h. zwischen 60 und 90 Grad Celsius gehalten wird. Damit sind, wie bei Lösungen des Standes der Technik üblich, keine zusätzlichen

- Maßnahmen zur Temperierung der Flugascheproben notwendig. Die Flugasche gelangt auf kurzem Wege direkt in die Messkammer und kann nach erfolgter Messung durch Umkehr der Drehrichtung der Förderschnecke des Schneckenförderers wieder in den Aschesammelbehälter zurückgeführt werden. Vorteilhaft kann es auch sein, wenn der
- 5 Schneckenförderer eine nach oben hin offene Auffangrinne aufweist, mittels derer neu in den Behälter eingefüllte Flugasche aufgefangen werden kann. Eine derartige Auffangrinne sollte insbesondere dann vorgesehen werden, wenn der Schneckenförderer so innerhalb des Behälters angeordnet ist, dass er sich nicht ständig in einer Flugaschenschüttung befindet.
- 10 Selbstverständlich ist es auch bei der erfindungsgemäßen Lösung möglich und sinnvoll an dem als Messkammer ausgeführten komplexen elektrischen Bauelement eine Einrichtung vorzusehen, die die Entnahme einer Flugascheprobe für externe, kalibrierende Untersuchungen ermöglicht.
- Ein besonderer Vorteil der erfindungsgemäßen Lösung wird neben den erreichbaren
- 15 genauen und wenig streuenden Messergebnissen in ihrer Einfachheit gesehen. Sowohl die aus dem Schneckenförderer und dem als Messkammer ausgeführten komplexen elektrischen Bauelement bestehende Einrichtung als auch das erfindungsgemäße Verfahren sind problemlos beherrschbare technische Lösungen, die bei einer Vielzahl von Messaufgaben zur Bestimmung des Restkohlenstoffgehaltes von Flugasche durch
- 20 Bestimmung der Veränderung elektrischer Größen eines die Proben aufnehmenden komplexen elektrischen Bauelementes mit Vorteil Anwendung finden können.

Die erfindungsgemäße Einrichtung und das erfindungsgemäße Verfahren sollen nachfolgend anhand eines Ausführungsbeispiels näher erläutert werden. Die zugehörige

25 Zeichnung zeigt einen Teilschnitt einer in der Seitenwand 1 eines Aschesammelbehälters angeordneten erfindungsgemäßen Einrichtung. Diese besteht aus einem Schneckenförderer 2 und einem als geschlossene Messkammer ausgeführten komplexen elektrischen Bauelement 3. Die Förderschnecke 4 des Schneckenförderers 2 läuft innerhalb eines Rohres 5, dass stirnseitig sowie im oberen Bereich Öffnungen 6 für den

30 Ein- bzw. Austritt der Flugasche aufweist. In der beschriebenen Ausführung besitzt der Schneckenförderer eine Länge von ca. 300 Millimetern und einen Durchmesser von ca. 40 Millimetern. Die oberen Öffnungen 6 sind als ca. 60 Millimeter lange und einen Kreisbogen von ca. 40 Grad öffnende Ausnehmungen im Rohr 5 ausgeführt. Die Förderschnecke 4 wird von einem außerhalb des Behälters angeordneten Elektromotor 7 angetrieben. Im inneren des Behälters an die Behälterwand 1 angrenzend ist oberhalb des Schneckenförderers 2 das komplexe elektrische Bauelement 3 so angeordnet, dass von der Förderschnecke 4 erfaßte Flugasche in das komplexe elektrische Bauelement 3 gefördert werden kann.

- Zur Probennahme befindet sich der Schneckenförderer 2 innerhalb einer Flugasche-
schüttung. Die Flugasche gelangt durch die oberen Öffnungen 6, ggf auch die stirnseitige
Öffnung 6 in den Schneckenförderer 2 und wird durch Rotation der Förderschnecke 4 in
die geschlossene Messkammer des komplexen elektrischen Bauelementes 3 gefördert
- 5 und zunehmend verdichtet. Steigt das vom Schneckenförderer 2 aufgenommene
Drehmoment sprunghaft von ca. 0,1 Newtonmeter auf ca. 0,3 Newtonmeter, ist inner-
halb der geschlossenen Messkammer des komplexen elektrischen Bauelementes 3
eine definierte Verdichtung der Flugasche erreicht, die eine hinreichend genaue Bestim-
mung des Restkohlenstoffgehaltes der Flugasche durch Bestimmung der Veränderung
- 10 elektrischer Größen des komplexen elektrischen Bauelementes 3, in dem sich die
verdichtete Flugasche befindet, ermöglicht. Die erreichte Streuung der Messwerte liegt
beim beschriebenen Ausführungsbeispiel unterhalb von $\pm 0,2$ Prozent.
- Nach der Messung wird durch Drehrichtungsumkehr der Förderschnecke 4 das
komplexe elektrische Bauelement 3 entleert und die Flugasche zurück in den Behälter
- 15 gefördert.

Patentansprüche

- I Einrichtung zur Erzeugung von Proben aus überwiegend staubförmigem und trockenem Material für die Bestimmung des Restkohlenstoffgehaltes durch Bestimmung der
5 Veränderung elektrischer Größen eines die Proben aufnehmenden komplexen elektrischen Bauelementes, einen Schneckenförderer aufweisend,
dadurch gekennzeichnet,
dass der Schneckenförderer (2) und das komplexe elektrische Bauelement (3) so angeordnet sind, dass der Schneckenförderer (2) das staubförmige und trockene
10 Material in das komplexe elektrische Bauelement (3) fördert und verdichtet, und dass das komplexe elektrische Bauelement (3) als geschlossene Messkammer ausgeführt ist.
2. Einrichtung nach Anspruch I
15 dadurch gekennzeichnet,
dass der Schneckenförderer (2) und das komplexe elektrische Bauelement (3) innerhalb eines das staubförmige und trockene Material enthaltenden Behälters angeordnet sind.
- 20 3. Einrichtung nach Anspruch I oder 2
dadurch gekennzeichnet,
dass die Förderschnecke (4) des Schneckenförderers (2) in ihrer Drehrichtung umkehrbar ist.
- 25 4. Einrichtung nach einem der Ansprüche I - 3,
dadurch gekennzeichnet,
dass der Schneckenförderer (2) eine nach oben offene Auffangrinne aufweist.
5. Verfahren zur Erzeugung von Proben aus überwiegend staubförmigem und trockenem Material für die Bestimmung des Restkohlenstoffgehaltes durch Bestimmung der
30 Veränderung elektrischer Größen eines die Proben aufnehmenden komplexen elektrischen Bauelementes,
dadurch gekennzeichnet,
dass das überwiegend staubförmige und trockene Material bis zu einem sprunghaften
35 Anstieg der Verdichtungskraft in das komplexe elektrische Bauelement (3) gedrückt wird.

6. Verfahren nach Anspruch 5,
dadurch gekennzeichnet,
dass das überwiegend staubförmige und trockene Material bis zu einem sprunghaften
Anstieg der Verdichtungskraft von mehr als 200 Prozent in das komplexe elektrische
5 Bauelement (3) gedrückt wird.
7. Verfahren nach Anspruch 5 oder 6,
dadurch gekennzeichnet,
dass die Verdichtung mittels eines Schneckenförderers (2) erfolgt, der das staubförmige
10 und trockene Material in das komplexe elektrische Bauelement (3) fördert und
soweit verdichtet, bis ein sprunghafter Anstieg des zur Förderung und Verdichtung
notwendigen Drehmomentes eintritt.

