



Montanuniversität Leoben - University of Leoben

Department Metallurgie - Department of Metallurgy

Nichteisenmetallurgie - Nonferrous Metallurgy



Diplomarbeit

Thema:

Metallurgische Aufarbeitung von Rückständen aus dem Erz-Bergbau



Ersteller:

Helmut Paulitsch

Betreuer:

Ao.Univ.Prof. Dipl.-Ing. Dr.mont. Helmut Antrekowitsch

Dipl.-Ing. Stefan Konetschnik

Leoben, September 2009

Danksagung

Die vorliegende Arbeit wurde in der Zeit von Februar 2009 bis September 2009 am Institut für Nichteisenmetallurgie verfasst.

An dieser Stelle möchte ich all jenen Personen danken, die durch ihre fachliche und persönliche Unterstützung zum Gelingen dieser Diplomarbeit beigetragen haben:

Zuerst darf ich meiner Familie, meinen Freunden und meinen Kollegen für die Unterstützung während des Studiums danken. Besonderer Dank gilt meinen Eltern, welche mir das Studium ermöglichten.

Weiters möchte ich mich beim Leiter des Institutes für Nichteisenmetallurgie, Herrn Ao.Univ.Prof. Dipl.-Ing. Dr. mont Helmut Antrekowitsch für die Betreuung und Begutachtung dieser Arbeit bedanken.

Ein besonderer Dank gilt auch meinem Betreuer Herrn Dipl.-Ing. Stefan Konetschnik, welcher mir stets zur Seite stand und mich beim Verfassen dieser Arbeit unterstützte.

Schlussendlich noch ein herzliches Dankeschön an das Sekretariat der Nichteisenmetallurgie, an erster Stelle Frau Claudia Pelka, sowie an alle Institutsmitarbeiter, welche mir über meine gesamte Studienzeit eine große Hilfe waren.

September, Juli 2009

Metallurgische Aufarbeitung von Rückständen aus dem Erz-Bergbau

Durch die steigenden Abbaumengen im Bergbau erhöhen sich auch die Rückstände, welche beim Verarbeiten verschiedener Erze anfallen. Die strenger werdenden Umweltauflagen für die Deponierung solcher Stoffe führen zu einem wesentlichen Anstieg der Kosten für die Entsorgung. Aus diesem Grund erfolgt das Suchen nach Aufarbeitungsmöglichkeiten für diese Reststoffe.

Die metallurgische Verarbeitung von Rückständen aus dem Eisenbergbau erscheint als sinnvoll, da diese erhebliche Mengen an Eisen und Titan besitzen, wodurch eine Aufarbeitung zur Gewinnung dieser beiden Metalle unter Berücksichtigung des ökologischen Aspektes möglich wäre.

Ziel dieser Arbeit ist, eine titanreiche Schlacke mit einer separaten Fraktion an metallischem Eisen zu erzeugen oder das Titanoxid zu reduzieren und somit Ferrotitan herzustellen.

Vor der Durchführung praktischer Untersuchungen soll eine intensive Literaturrecherche bezüglich Primärherstellung von Titan, der Erzeugung von Ferrotitan, Einsatz verschiedenster Reduktionsmittel und Aufarbeitung von oxidischer Rückstände aus dem Eisenbergbau erfolgen.

Der praktische Teil dieser Arbeit umfasst zahlreiche Vorversuche zur Charakterisierung des Materials und dessen Eigenschaften, welche das Aufarbeiten des Erzrückstandes in den Hauptversuchen erleichtert.

Durch zahlreiche Reduktionsversuche soll das Eisen abgetrennt und somit eine eigene titanreiche Fraktion erzeugt werden. Diese Oxidphase ist dann das Ausgangsmaterial verschiedener Prozesse, z. B. bei der Pigmentherstellung.

Leoben, Februar 2009

Eidesstattliche Erklärung

Ich erkläre an Eides statt, dass ich die vorliegende Arbeit selbstständig und ohne fremde Hilfe verfasst, andere als die angegebenen Quellen und Hilfsmittel nicht benutzt, wörtlich und inhaltlich entnommene Stellen als solche erkenntlich gemacht habe.

Paulitsch Helmut

Leoben, September 09

Kurzfassung

Ferrotitan und Titan lassen sich mittels unterschiedlicher Verfahrensrouten herstellen, wobei die wichtigsten in dieser Arbeit angeführt sind. Titan ist in der Stahlherstellung ein wesentlicher Bestandteil, da dieses die Neigung zur interkristallinen Korrosion senkt und die Festigkeitseigenschaften wesentlich verbessert. Es wird in Form von Ferrotitan ins flüssige Metall legiert. Die Anwendung von Titan umfasst ein breites Spektrum. Als Beispiele sind Turbinenschaufeln, Schmuck, Implantate, Handygehäuse und Supraleiterlegierungen anzuführen.

Die Rohstoffe für die Titan- bzw. Ferrotitanherstellung sind sowohl natürlich vorkommende Erze, als auch titanoxidhaltige Schlacken. Als Ausgangsstoff für die Produktion von Titan-tetrachlorid dienen Rutil, Brookit und Anatas. Vormaterial für die Herstellung von titanreichen Schlacken ist Ilmenit. Dieser kann zur Anreicherung verschiedenen Reduktionsprozessen zugeführt werden. Dabei erfolgt die Erzeugung einer titanreichen Schlacke und einer Roheisenfraktion. Der Titangehalt der Oxidphase variiert je nach Einsatzmaterial. Bei hohen Temperaturen kann das TiO_2 durch Kohlenmonoxid, Wasserstoff und Ammoniak zu Titanoxiden mit niedrigeren Wertigkeiten reduziert werden. Die Bildung von metallischem Titan erfolgt dabei nicht. Weiters reagiert TiO_2 mit Chlor unter Anwesenheit von Kohlenstoff. Dies ist für den Chlorierungsprozess bei der Titanherstellung wichtig. Unter anderem wird Titandioxid für die Pigmentherstellung verwendet.

In dieser Arbeit erfolgten Versuchsreihen mit Kohlenstoff und Wasserstoff als Reduktionsmittel, welche am Institut für Nichteisenmetallurgie an der Montanuniversität in Leoben durchgeführt wurden. Das Ziel war, das Eisen so gut wie möglich abzutrennen und Titan bzw. Titandioxid in einer eigenen Phase anzureichern, welche in nachfolgenden Prozessschritten zu metallischem Titan bzw. reinem TiO_2 raffiniert werden kann. Zahlreiche Vorversuche gaben Auskunft über das Verhalten des Titans bei höheren Temperaturen bzw. bei Anwendung unterschiedlicher Reduktionsmittel. Als Versuchsaggregate für die Hauptversuche dienten sowohl eine Röhrenofen, als auch ein Induktionsofen. Das reduzierte Metall bzw. die erhaltene Schlacke wurden durch XRF- und REM-Untersuchungen analysiert und ausgewertet.

Abstract

Ferrotitanium and titanium can be produced with different processes. In this diploma thesis, the most important methods are mentioned. Titanium is a very important component for the production of steel. The affinity for intercrystalline corrosion is lowered and the tensile strength increases. Titanium is added in form of ferrotitanium into the molten metal. Examples for the application of titanium are turbine blades, jewellery, implants, handy bodies and superconductor alloys.

The raw materials for the production of titanium and ferrotitanium are natural occurring ores or slags which are rich in titanium. For the fabrication of titanium tetrachloride rutile, brookite and anatase are used. Ilmenite is the primary material for the production of titanium rich slags. To increase the titanium content, the ilmenite is reduced at different processes where a titanium rich slag and crude iron are generated. The titanium content of the oxidic phase depends on the feedstock. It is possible to reduce the TiO_2 to titanium oxides with lower valence at high temperatures with some reducing agents like carbon monoxide, hydrogen and ammoniac. There is no reduction to metallic titanium possible.

Titanium dioxide reacts with gaseous chlorine, when carbon is attendant. This is an important fact for the chlorination process. Titanium dioxide is also used for the production of pigments. At this work some experiments are realised with carbon and hydrogen as reducing agent. The investigations were performed at the department of nonferrous metallurgy at the University of Leoben.

The aim of the experiments is to separate the iron and increase the titanium content in a different phase. In following processing steps, metallic titanium or pure titanium dioxide are produced with the titanium rich phase as a raw material. A lot of preliminary tests are realised to determine the behaviour of titanium at higher temperatures with different reduction agents. An induction furnace and a tube furnace are used for the main experiments. The reduced metal and the slag have been analysed with XRF- and REM- analyses. After this the results have been interpreted.

Inhaltsverzeichnis

1.	EINLEITUNG	1
2.	PRODUKTION VON SCHLACKEN MIT HOHEN TITANGEHALTEN	3
2.1	Karbothermische Herstellung	3
2.2	Wasserstoffreduktion von Eisensand	9
2.2.1	Einfluss der Temperatur	10
2.2.2	Einfluss des Wasserstoffgehaltes vom Reduktionsgas	11
2.2.3	Reduktionsmechanismen	12
3.	HERSTELLUNG VON TITAN	15
3.1	Grundlagen.....	15
3.2	Gewinnung von Titanschwamm	16
3.2.1	Herstellung des Tetrachlorids.....	17
3.2.2	Reduktion von Titan-tetrachloriden zu Schwammtitan mit Magnesium (Krollverfahren).....	19
3.2.3	Reduktion von Titan-tetrachloriden zu Titanschwamm mit Natrium	21
3.2.4	Reduktion von Titan-tetrachloriden zu Schwammtitan mit Aluminiumsubchlorid	23
3.3	Thermische Zersetzung von Titanjodid	25
4.	HERSTELLUNG VON FERROTITAN	26
4.1	Karbothermische Herstellung	26
4.2	Aluminothermische Herstellung.....	27
4.2.1	Herstellung von Ferrotitan aus Ilmenit.....	28
4.2.2	Ferrotitanproduktion aus titanhaltigen Schlacken	32
4.3	Alternativer zweistufiger Prozess	37
4.4	Herstellung von Ferrotitan durch Umschmelzen	39
4.5	Verhalten der wichtigsten Elemente	40
5.	VORBEREITUNGEN ZU DEN VERSUCHSDURCHFÜHRUNGEN	41
5.1	XRF-Analyse/EDX-Analyse	41
5.2	XRD-Analyse	42
5.3	Berechnungen mit HSC 6.1 und Factsage™ 6.0.....	43
5.4	Schmelzmikroskopversuche.....	44
5.5	DSC-Analyse	46
5.6	REM-Analyse	47
6.	ERGEBNISSE AUS DEN VORVERSUCHEN	49
6.1	XRF- und XRD-Analyse	49
6.2	HSC- und FactSage-Berechnungen.....	49
6.2.1	Reduktion mit Wasserstoff	50
6.2.2	Reduktion mit Kohlenstoff	52

6.2.3	Vergleich der Wasserstoff- und Kohlenstoffreduktion	56
6.3	Schmelzmikroskop	58
6.3.1	Schmelzmikroskopversuche unter Stickstoffatmosphäre	58
6.3.2	Schmelzmikroskopversuche unter Wasserstoffatmosphäre	59
6.3.3	Schmelzmikroskopversuche mit Kohlenstoff als Reduktionsmittel	61
6.3.4	Vergleich der einzelnen Schmelzmikroskopversuche	64
6.4	Rasterelektronenmikroskop	65
6.5	DSC-Analysen	67
7.	REDUKTIONSVERSUCHE MIT WASSERSTOFF	69
7.1	Versuchsaufbau	69
7.2	Versuchsdurchführung	70
7.3	Ergebnisse und Diskussion	72
7.3.1	REM-Ergebnisse des wasserstoffreduzierten Einsatzmaterials	73
7.3.2	Diskussion der Ergebnisse	76
8.	REDUKTIONSVERSUCHE MIT KOHLENSTOFF	80
8.1	Versuchsaufbau	80
8.2	Versuchsdurchführung	81
8.3	Ergebnisse und Diskussion	81
8.3.1	Ergebnisse der XRF-Analyse	82
8.3.2	Ergebnisse der REM-Untersuchungen	83
8.3.3	Diskussion der Ergebnisse	84
9.	VERGLEICH DER VERSUCHSERGEBNISSE UND EMPFEHLUNGEN	87
9.1	Vergleich der Versuchsergebnisse	87
9.2	Empfehlungen	88
10.	ZUSAMMENFASSUNG UND AUSBLICK	89
11.	LITERATURVERZEICHNIS	91
12.	ABBILDUNGSVERZEICHNIS	94
13.	TABELLENVERZEICHNIS	98
14.	ANHANG	102

1. Einleitung

Durch den ständig steigenden Bedarf an Eisen bzw. Stahl nimmt auch dessen Produktion zu. Dabei fallen wiederum größere Mengen an zu deponierenden Reststoffen an. Die ständig steigenden Deponiekosten und die strenger werdenden Umweltauflagen führen dazu, dass die Aufarbeitung von Reststoffen verschiedener Art an Bedeutung zunimmt.

Die Verarbeitung von Rückständen aus dem Eisenbergbau erscheint als sinnvoll, wenn diese erhebliche Mengen an Eisen und Titan besitzen. Eine Gewinnung dieser beiden Metalle wird auch unter Berücksichtigung des ökonomischen Aspektes ermöglicht. Inhalt dieser Arbeit ist es, die aus technischer Sicht möglichen Aufarbeitungsvarianten und Produkte anzuführen. Dies wird durch verschiedene Versuchsreihen untersucht. Ob eine Teilreduktion des Eisens und Gewinnung einer titanoxidreichen Schlacke oder die vollständige Reduktion zu FeTi vorteilhafter ist, soll im Rahmen von Experimenten geklärt werden.

Titan ist in der Erdkruste sehr häufig vertreten und liegt hinter Aluminium, Eisen und Magnesium an der 4. Stelle der Metalle [1], [3]. Die wichtigsten titanhaltigen Mineralien sind in Tabelle 1-1 ersichtlich [1].

Als Rohstoffe für die Titan- bzw. Ferrotitanherstellung dienen sowohl natürlich vorkommende Erze, als auch titanoxidhaltige Schlacken [1]. Ausgangsstoff für die Produktion von Titan-tetrachlorid sind Rutil, Brookit und Anatas [2].

Titandioxid ist für die Pigmentherstellung als Rohstoff aufgrund seiner Eigenschaften von großer Bedeutung. Bei hohen Temperaturen kann es durch Kohlenmonoxid, Wasserstoff und Ammoniak zu Titanoxiden mit niedrigeren Wertigkeiten reduziert werden. Die Bildung von metallischem Titan erfolgt dabei nicht. Weiters reagiert TiO_2 mit Chlor unter Anwesenheit von Kohlenstoff. Dies ist für den Chlorierungsprozess bei der Titanherstellung sehr wichtig. Rohstoffe zur Herstellung von TiO_2 sind sowohl natürliche Erze, wie Ilmenit und Rutil, als auch titanreiche Schlacken. [16]

Tabelle 1-1: Darstellung der wichtigsten Titanminerale, Vorkommen und deren Zusammensetzung [1]

Vorkommen	Hauptmaterial	Chemische Zusammensetzung in %										
		TiO ₂	FeO	Fe ₂ O ₃	SiO ₂	ZrO ₂	Al ₂ O ₃	MnO	CaO	MgO	S	P
Australien	Rutil	96,4	0,3	-	0,9	1,4	0,9	-	0,2	-	0,03	0,01
Norwegen	Ilmenomagnetit	40 - 45	30 - 35	12 - 20	2 - 3	n. b.	0,5 - 1,5	< 0,5	0,4	< 4,0	0,3	-
Indien	Ilmenit	57 - 62	22 - 26	10 - 15	< 1,0	0,3	0,5 - 2,5	0,5 - 2,0	0,2	< 1,0	Spuren	0,2
USSR	Ilmenomagnetit	40 - 44	27 - 32	17 - 23	1,5 - 2	-	0,5 - 3,5	< 1,0	0,5 - 1,5	< 2,0	-	-
Senegal	Ilmenit	55 - 60	3 - 6	28 - 32	< 1,0	0,3	< 1,5	< 1,0	< 0,2	< 0,5	-	0,1
Südafrika	Ilmenomagnetit	45 - 50	35 - 40	10 - 15	< 1,0	< 0,1	Spuren	< 1,0	Spuren	< 0,5	0,02	0,03
Malaya	Ilmenit	50 - 55	30 - 35	7 - 10	< 1,0	-	Spuren	< 4,0	Spuren	Spuren	0,002	0,05

2. Produktion von Schlacken mit hohen Titangehalten

Durch den wachsenden Bedarf an Rohstoffen mit hohem TiO_2 -Gehalt steigt auch die Nachfrage nach alternativen synthetischen Rohmaterialien für die Pigmentproduktion. Es gibt verschiedene Prozesse zur Produktion dieser Grundstoffe, in allen erfolgt die Abtrennung des Eisens. Diese Separation kann auf unterschiedliche Arten erfolgen [16]:

- Zerkleinern mit anschließender Magnetscheidung
- Auflösen in einer Eisen(III)-Chlorid-Lösung
- Laugen mit Säuren
- Oxidieren mit Sauerstoff
- Oxidation mit Eisen(III)sulfat
- Chlorination zur Bildung von Eisen(III)chloriden
- Reaktion mit CO zur Bildung von Eisencarbonyl

Grundsätzlich gibt es verschiedene Verfahren zur Erzeugung titanhaltiger Schlacken, wobei die wichtigsten karbothermisch oder über Wasserstoffreduktion erfolgen. Diese Oxidphasen sind sowohl für den Sulfatprozess bei der Titanoxid-Pigmentherstellung, als auch als Rohstoff für die Ferrotitanerzeugung und Titanherstellung über die Chlorierung einsetzbar [8], [11]. Durch den hohen Anteil an Ti^{3+} und dem geringen Kohlenstoffgehalt sind diese Schlacken gut in Schwefelsäure laugbar [16].

2.1 Karbothermische Herstellung

Die Produktion der Schlackenkonzentrate erfolgt durch Erschmelzen im Elektroofen aus Ilmenit. Hierbei liegt ein Unterschuss an Kohlenstoff vor, sodass die Verunreinigungen (Fe, SiO_2 , P_2O_5) in Form eines Roheisens mit geringen Titangehalten (1 – 2 %¹) ausgeschieden werden. Die Schlacke muss sich gut vom Roheisen abtrennen lassen. Erfolgt eine Weiterverarbeitung des Schlackenkonzentrates auf elektrothermischem Weg, kann als Flussmittel Kieselsäure, Soda und Kalk zugesetzt werden. Es bilden sich Silikate und Titanate, welche bedeutend leichter schmelzbar sind. Erfolgt eine aluminothermische Behandlung der Schlacke, ist der Zusatz von Kieselsäure zu vermeiden, da sich sonst ein zu hoher Siliziumgehalt in der Ferrolegierung einstellt. [1]

¹ Alle Angaben, falls nicht explizit ausgewiesen, sind in Gewichtsprozent.

Das Ausgangsmaterial für die Produktion von 1 t Titankonzentrat setzt sich aus 2.000 – 2.100 kg Ilmenit, 100 – 150 kg Soda, 200 – 250 kg gebrannten Kalk, 260 – 280 kg Koks und 50 – 70 kg Elektrodenmaterial zusammen. Der Energieverbrauch liegt bei zirka 4.000 kWh. [1]

Die anfallenden Titanschlacken bzw. -konzentrate besitzen zirka 60 % Ti und 8 – 12 % FeO. Die Zähigkeit dieser Schlacken ist auf die Bildung von Ti_2O_3 und TiC rückzuführen (siehe Gleichungen (2.1) und (2.2)). Dieses Titanoxid kann als Lösung von Titan in Titan(IV)oxid nach



verstanden werden. Das Titan reagiert nach



mit dem Kohlenstoff unter Bildung des Karbids. Um dem entgegenzuwirken, gibt es zwei Möglichkeiten [1]:

- Arbeiten mit einem Unterschuss an Kohlenstoff und Erzeugen eines Produktes mit 70 – 75 % TiO_2 und 8 – 10 % FeO.
- Einblasen von Sauerstoff in die Schlacke und Oxidation des Karbids, wodurch die Schlacke sofort wieder dünnflüssig wird. Das fast eisenfreie Titanschlackenkonzentrat besteht aus zirka 90 % TiO_2 (siehe Tabelle 2-1).

Tabelle 2-1: Zusammensetzung des Schlackenkonzentrates [1]

Produzent	Chemische Zusammensetzung in %					
	TiO_2	FeO	Fe	CaO	SiO_2	MnO
Sorellsmelter	70 – 72	13 – 15	11 – 13	0,5 – 0,8	3,5 – 4,5	< 0,3
Japan	95	2	2	0,05	1,0	0,5
	Al_2O_3	MgO	Cr_2O_3	V_2O_5	S	
Sorellsmelter	4 – 5	4 – 5	0,25 – 0,9	0,5 – 0,6	0,05 – 0,1	
Japan	0,5	1,5	–	0,15	0,02	

In diesem Prozess ist Roheisen das Nebenprodukt. Die Trennung des Titans vom Eisen erfolgt durch die unterschiedliche Stabilität der Oxide. Das Roheisen und die titanreiche Schlacke werden durch den Dichteunterschied voneinander separiert. Beim ESCM-Verfahren erfolgt die Beheizung durch Grafit Elektroden in feuerfesten Grafitteiegeln (siehe Abbildung 2-1), wobei oben auf dem Metall die Schlacke schwimmt. [8]

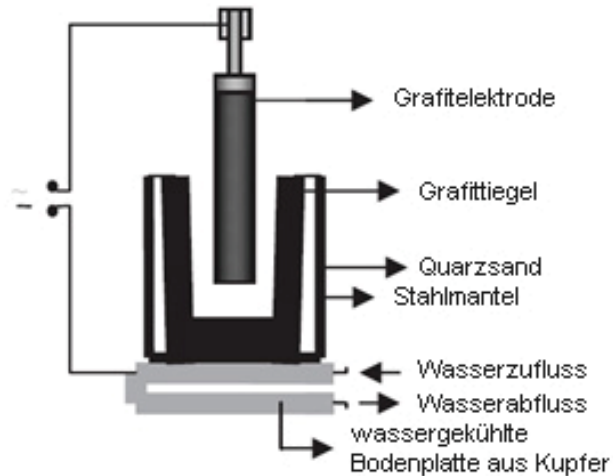


Abbildung 2-1: Schematische Darstellung des ESCM-Ofens [8]

Der Temperaturbereich liegt zwischen 1.600 und 1.650 °C. Im Unterschied zu dem in Abbildung 4-7 dargestellten Aggregat erfolgte in dem von Pourabdoli u. a. [8] durchgeführten Versuch zuerst der Einsatz und das Einschmelzen der ESCM-Schlacke und anschließend die Zugabe der Ilmenit-Koks-Mischung. Die Zusammensetzung des Einsatzes ist: Ilmenit mit 47,4 % Ti, 34,2 % FeO und 10,6 % Fe₂O₃, Petrolkoks mit 98 % C und eine Mischung von 43 % CaF₂ + 40 % CaO, 17 % Al₂O₃ als ESCM-Schlacke mit dem Ziel, eine hoch titanhaltige Oxidphase zu erzeugen. Die ESCM-Schlacke dient als Flussmittel und reduziert den Schmelzpunkt der Titanschlacke. Die Zugabemenge beträgt zirka 5 % des Ilmenits. Tritt der Fall ein, dass sich die Oxidphase von der metallischen nur schwierig trennen lässt, kommt ein Magnetscheider zur Anwendung, welcher das feingemahlene Gut separiert. [8]

Das Eisenausbringen in Prozent lässt sich berechnen nach [8]:

$$IR = w/W \cdot 100 (\%) \quad (2.3)$$

W und w sind die Anteile an Eisen vor und nach dem Versuch. Das FeO-Äquivalent lässt sich ermitteln, indem der Gesamteisengehalt (FeO, Fe₂O₃) in z. B. 100 g Ilmenit zuerst berechnet wird, welcher 34,02 g entspricht. Anschließend erfolgt die Berechnung wie nachfolgend angeführt [8]:

$$FeO_{\text{äquiv.}} = 34,02 \cdot 72/56 = 43,74 \% \quad (2.4)$$

Abbildung 2-2 zeigt das Eisenausbringen in Abhängigkeit vom Kohlenstoffgehalt nach einer Reduktionsdauer von 10 Minuten. Das beste Ausbringen wird dabei bei 100 % C erzielt. Einen Einfluss besitzt hierfür auch die passende Viskosität, welche eine gute Trennung zwischen Metall- und Oxidphase erlaubt. Erfolgt die Zugabe einer überstöchiometrischen

Menge an Kohlenstoff, dann führt dies zur Bildung von Ti_2O_3 und Ti_3O_5 , welche einen höheren Schmelzpunkt als TiO_2 besitzen. Das führt zu einem Viskositätsanstieg und somit zur schwierigeren Trennung von Schlacke und Metall. Die optimale Zugabemenge an Kohlenstoff liegt somit bei der stöchiometrisch berechneten. [8]

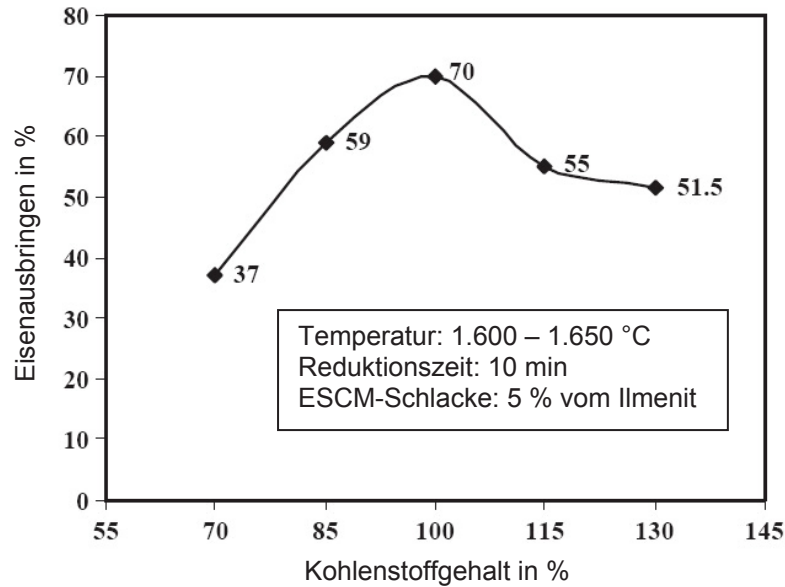


Abbildung 2-2: Eisenausbringen in Abhängigkeit vom Kohlenstoffgehalt [8]

Abbildung 2-3 zeigt die Abhängigkeit der Äquivalente von FeO und TiO_2 vom Kohlenstoffgehalt. Die höchsten TiO_2 -Gehalte in der Schlacke werden bei 100 % C erzielt. [8]

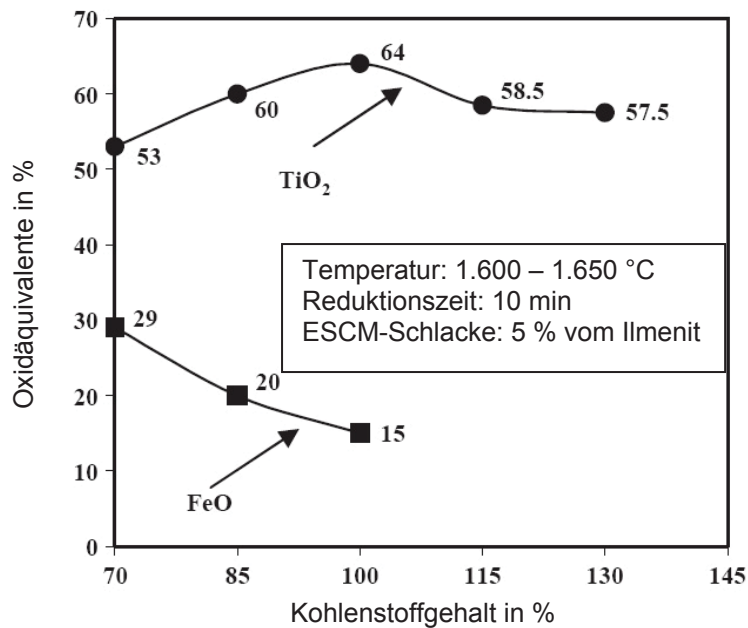


Abbildung 2-3: Oxidäquivalente über Reduktionsmittelmenge [8]

Weiters spielt auch die Reduktionszeit hinsichtlich Eisenausbringen und Titangehalt der Schlacke eine wesentliche Rolle. Dieser Einfluss ist aus Abbildung 2-4 und Abbildung 2-5 ersichtlich [8].

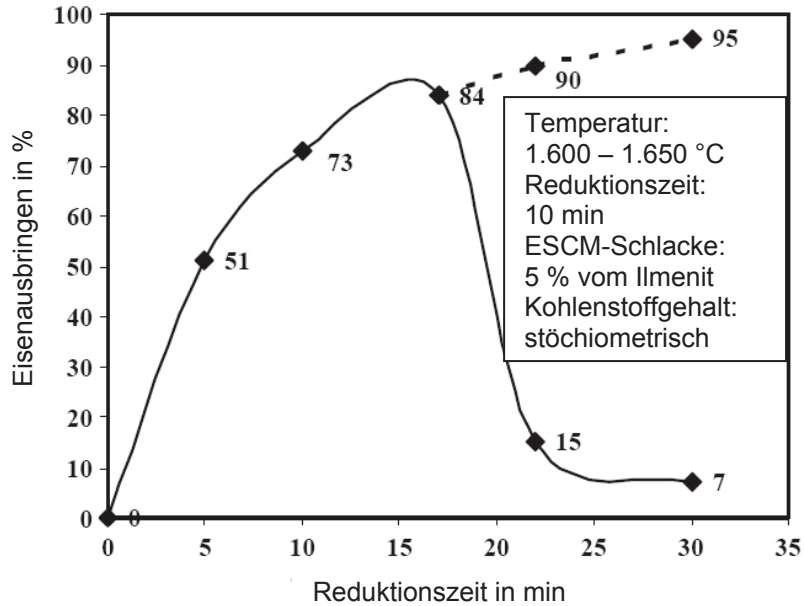


Abbildung 2-4: Eisenausbringen in Abhängigkeit der Reduktionszeit [8]

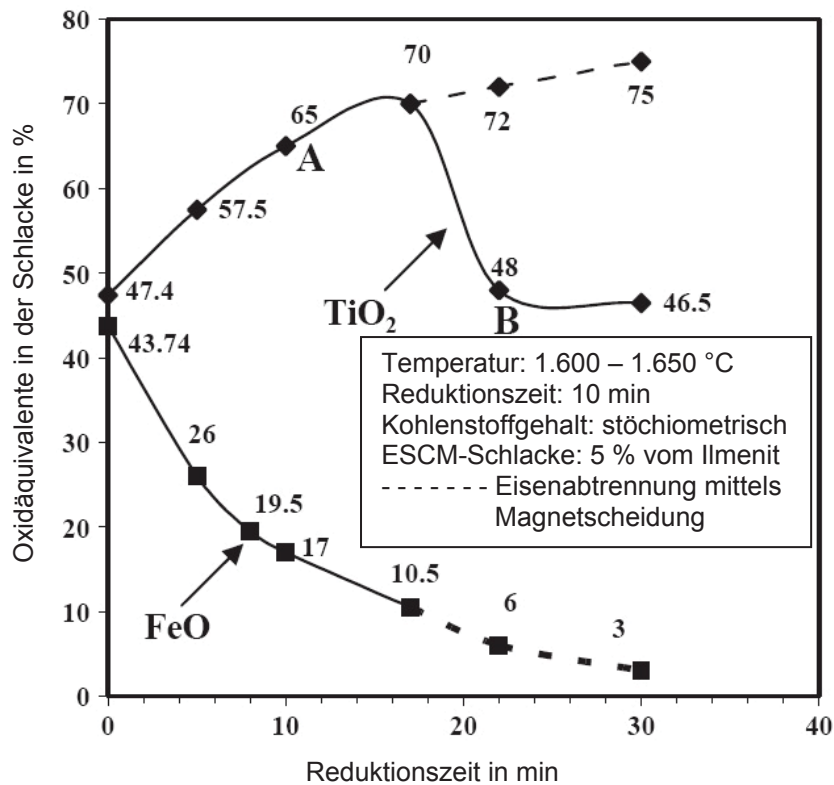
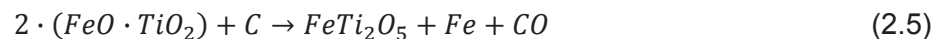


Abbildung 2-5: Oxidäquivalente der Schlacke in Abhängigkeit der Reduktionszeit [8]

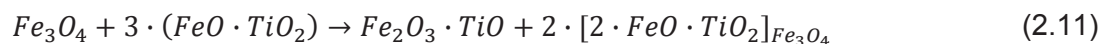
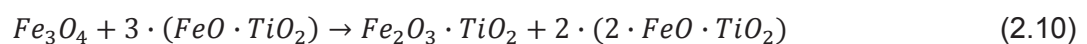
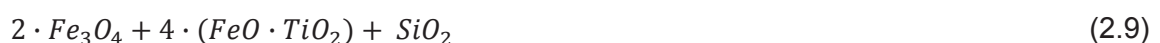
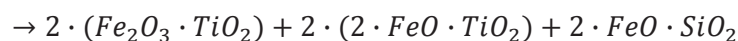
Das Optimum der Reduktionszeit liegt bei 17 Minuten. Darüber fällt das Eisenausbringen stark. Eisenoxide dienen als Flussmittel in der Schlacke. Während dem Reduktionsprozess verringern sich die Fe-Oxide in der Oxidphase. Dies führt zu einem Anstieg der Viskosität und somit zu einer schlechteren Trennbarkeit zwischen Schlacke und Metallphase, wodurch das Eisenausbringen sinkt. Weiters nimmt die Schlacke Kohlenstoff vom Tiegel und der Elektrode auf. Dies führt in Kombination mit hohen Temperaturen zur Bildung von Ti_3O_5 und Ti_2O_3 und zur Erhöhung der Viskosität. [8]

Das Titanoxidäquivalent steigt ebenfalls bei einer Reduktionszeit von 17 Minuten auf 70 % an. Wird die Reduktionsdauer erhöht, dann bilden sich metallische Eiseneinschlüsse in der Schlacke und somit verringert sich der Titangehalt. Die strichlierte Linie in Abbildung 2-5 deutet den erzielbaren Titanoxidgehalt an, wenn diese Eisenphasen durch Magnetscheidung abgetrennt werden. [8]

Die Schlacke weist auch $FeTi_2O_5$ (Pseudo-Brookite) Phasen auf, welche aufgrund folgender Reaktion gebildet werden [8]:



Während dem Reduktionsprozess scheidet sich Eisen aus dem Pseudo-Brookite aus. Dies führt bevorzugt zur Bildung von Ti_2O_3 und nicht TiO_2 [8]. Nach Reznichenko [11] und andere sind bei der Schlackenbildung folgende Reaktionen möglich:



Thermodynamisch am günstigsten und am wahrscheinlichsten sind die Reaktionen (2.7), (2.9) und (2.11). [11]

Typische Schlackenzusammensetzungen von verschiedenen Literaturstellen, erzeugt durch den ESCM-Prozess, sind aus Tabelle 2-2 ersichtlich. Der Energieverbrauch beim ESCM-Verfahren liegt bei 1.510 kWh/t Schlacke (zirka 70 % TiO_2) und der Koksverbrauch bei 110 kg/t. [8]

Tabelle 2-2: Typische Schlackenzusammensetzungen hergestellt mittels ESCM-Verfahren [8]

Komponente	QIT	RBM	Swinden and Jones	Sahoo et al.
TiO ₂	77,5	85,5	86,3	77,43
Ti ₂ O ₃	16,0	28,1	30,0	–
FeO	10,9	10,5	10,1	10,8
SiO ₂	3,0	1,2	0,4	0,71
MgO	5,3	1,0	0,04	–
MnO	0,2	1,8	1,5	0,47
CaO	0,6	0,16	0,05	0,57
Al ₂ O ₃	3,5	1,10	1,31	–
Cr ₂ O ₃	0,17	0,18	0,06	0,02

QIT = Quebec Iron and Titanium Inc. Canada

RBM = Richards Bay Minerals, South Africa

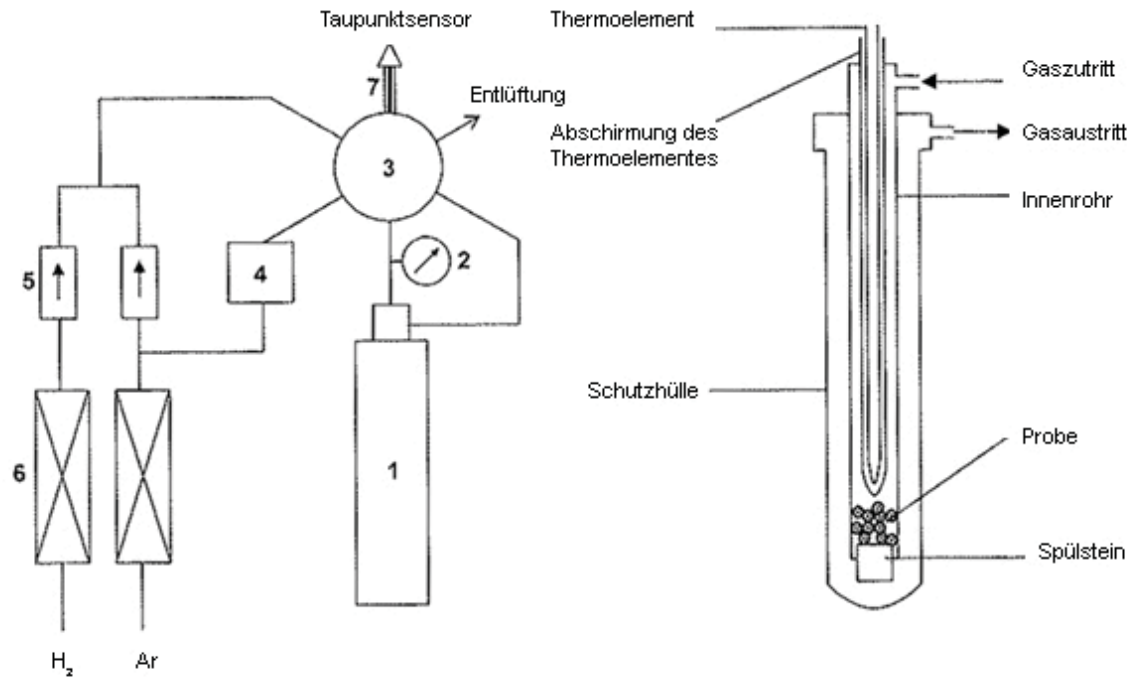
2.2 Wasserstoffreduktion von Eisensand

Eisensand ist ein eisen- bzw. titanhaltiger Rohstoff und entspricht in etwa der in Tabelle 2-3 dargestellten Zusammensetzung [15].

Tabelle 2-3: Chemische Zusammensetzung von Eisensand in Massenprozent [15]

Element	Fe _{ges}	Fe ²⁺	Fe ³⁺	TiO ₂	Al ₂ O ₃	MgO	SiO ₂	CaO	Mn
Eisensand	57,2	24,2	33,0	7,43	3,59	2,94	2,17	0,67	0,51
Hämatitisches Eisenerz	62,7	–	62,7	0,08	2,61	–	4,81	–	0,04

Die von Park u. a. [15] durchgeführten Versuchsreihen erfolgten anhand von Proben mit einer Masse von 2 g. Der mit dem Eisen in Verbindung gebrachte Sauerstoff lag bei 21,1 %. Als Reduktionsaggregat diente dabei ein Festbettreaktor, welcher in Abbildung 2-6 dargestellt ist [15].



1. Reaktor, 2. Manometer, 3. Sechs-Wege-Ventil, 4. Rotameter, 5. Durchflusskontrolle, 6. Gasreinigung, 7. Heizband.

Abbildung 2-6: Schematischer Aufbau des Festbettreaktors nach Park u. a. [15]

Der Reaktor wurde nach dem Zuführen der Proben beheizt und mit Argon geflutet. Das Reduktionsmittel war ein Gemisch aus Wasserstoff und Argon. Nach einer bestimmten Reaktionszeit wurden die Proben wieder aus dem Reaktionsgefäß entnommen und abgeschreckt. Es erfolgte sowohl eine Messung des zugeführten Reduktionsgases, als auch der abgeführten Menge und Zusammensetzung des Abgases. Der Reduktionsgrades wurde durch Berechnung, gemessen am Eisenoxidanteil vor und nach der Reduktion, ermittelt. Verschiedenste Parameter besitzen einen Einfluss auf den Prozess, welche in den nächsten Kapiteln im Detail dargestellt werden. [15]

2.2.1 Einfluss der Temperatur

Der von Park u. a. [15] untersuchte Temperaturbereich reicht von 973 K bis 1.373 K. Abbildung 2-7 zeigt die Reduktion von Eisensand mit einem Gemisch an Argon und Wasserstoff (25 Vol.%) [15].

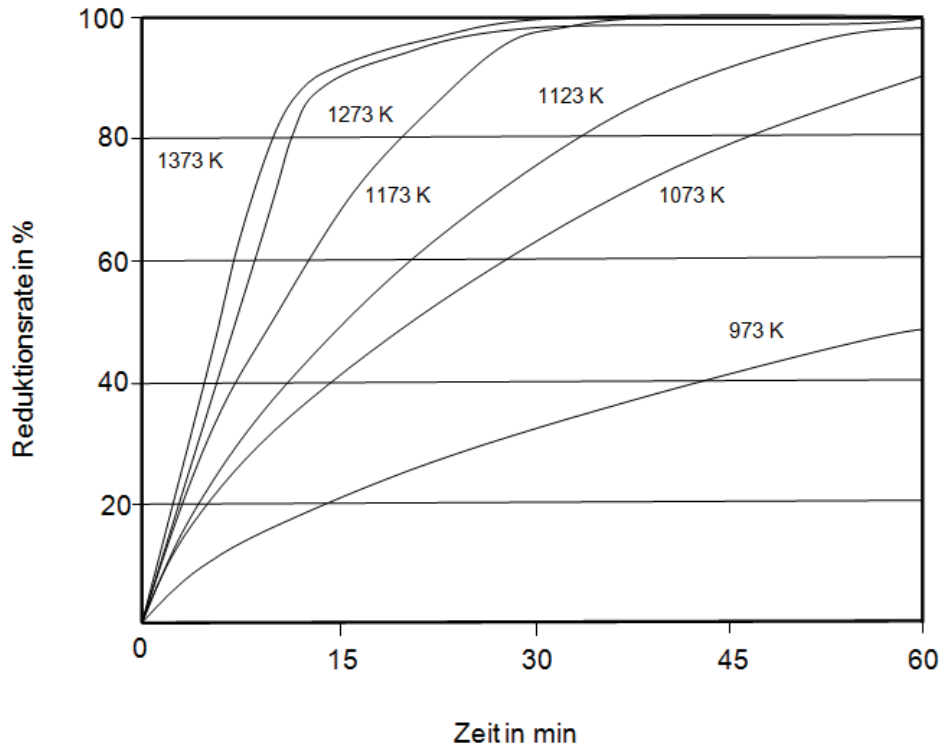


Abbildung 2-7: Reduktion von Eisensand mit einer 25 Vol.% H₂-Ar-Gasmischung in Abhängigkeit unterschiedlicher Temperaturen [15]

Eine vollständige Reduktion der Eisenoxide erfolgt oberhalb von 1.123 K. Bei einer Reduktionsdauer von 2 h und einer Temperatur von 973 – 1.073 K werden Reduktionsgrade von 70 – 95 % erzielt. Die Reduktionsrate steigt mit zunehmender Temperatur bis 1.273 K. Bei 1273 und 1.373 K erhöht sich die Reduktionsrate nahezu bis 80 % linear und flacht dann bis zur Vollständigkeit der Reduktion ab. Von 973 bis 1.173 K laufen die Reaktionen wesentlich langsamer ab. [15]

2.2.2 Einfluss des Wasserstoffgehaltes vom Reduktionsgas

Durch die Variation des Wasserstoffgehaltes von 5 – 50 Vol.% in der H₂-Ar-Gasmischung kann dessen Einfluss bei 1.173 K festgestellt werden. In Abbildung 2-8 ist dieser Zusammenhang dargestellt [15].

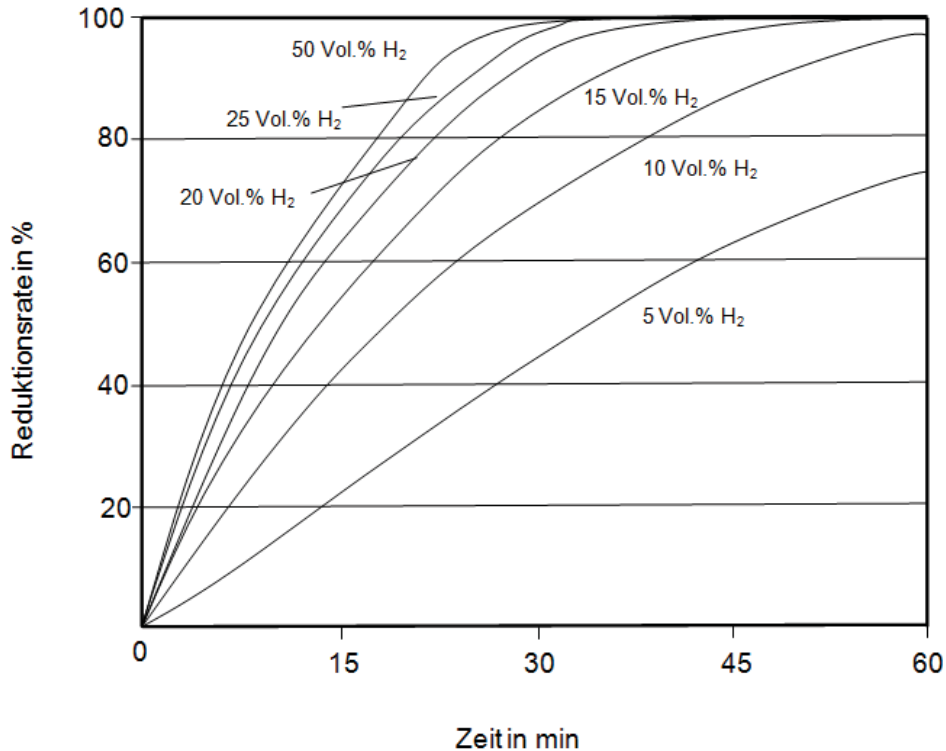


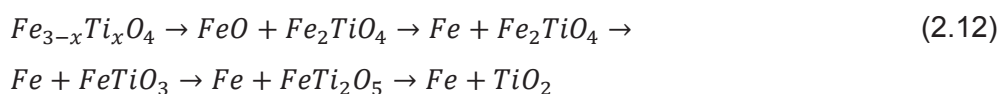
Abbildung 2-8: Einfluss der Variation des Wasserstoffgehaltes im Reduktionsgas [15]

Die Reduktionsrate steigt bei einer Erhöhung des Wasserstoffgehaltes von 5 auf 10 Vol.% stark an. Der günstigste Anteil an H₂ in der Gasmischung liegt bei 25 Vol.%, darüber ist die Zunahme der Reduktion nur mehr gering. [15]

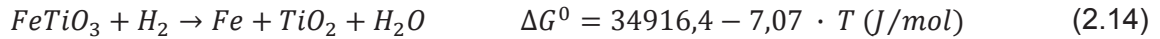
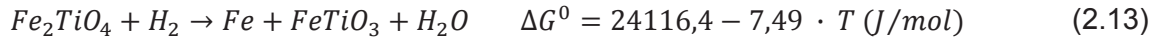
2.2.3 Reduktionsmechanismen

Bei der Zufuhr von einer 25 Vol.% H₂-Ar-Gasmischung bei 1.173 K kann nach einer Reduktionsdauer von 3 min metallisches Eisen mittels XRD detektiert werden. Nach 20 min beträgt der Reduktionsgrad 80 %. Die Reduktion der Titanomagnetite zu Wüstit erfolgt viel langsamer, als jene von FeO zu Fe. Nach einer Reduktionsdauer von 60 min können mittels XRD kein Titanomagnetit, Ilmenit und Titanoxide mehr detektiert werden. Diese Oxidphasen sind bei Absenkung der Temperatur auf 1.073 K bzw. 973 K in der Probe erhalten. [15]

Im Gleichgewicht nimmt die Reduktion von Titanomagnetiten im System Fe-Ti-O folgenden Verlauf ein [15]:



Der Reduktionsverlauf beinhaltet sowohl die Phasen Ulvöspinell (Fe_2TiO_4), Ilmenit (FeTiO_3) und Eisen-Pseudo-Brookit (FeTi_2O_5). Die freien Gibbs-Energien der Reduktion der ersten beiden Phasen mit Wasserstoff lauten wie folgt [15]:



Das Gleichgewichtsphasendiagramm mit dem $\text{H}_2/\text{H}_2\text{O}$ -Verhältnis für die Reaktionen (2.13) und (2.14) ist in Abbildung 2-9 dargestellt. Hier ist zu erkennen, dass eine vollständige Reduktion sowohl bei 973 K, als auch 1.373 K erreichbar ist. [15]

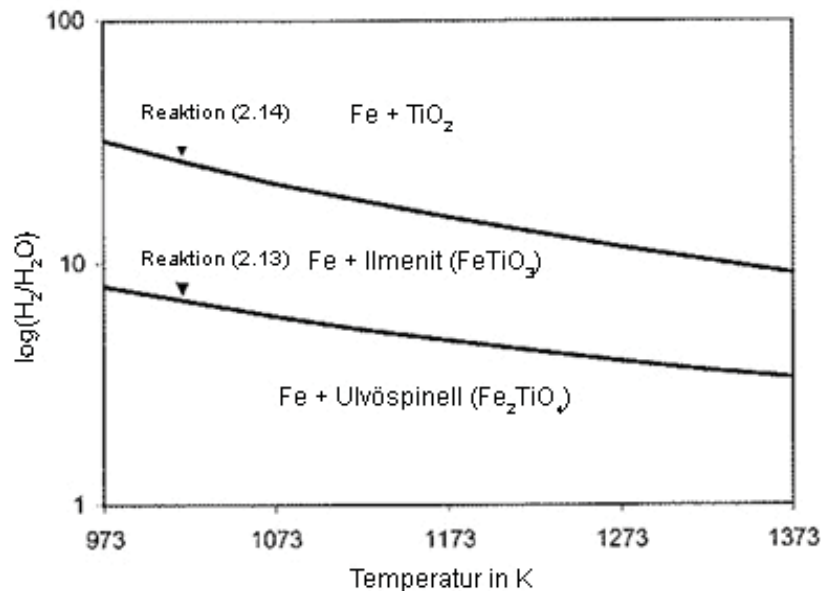


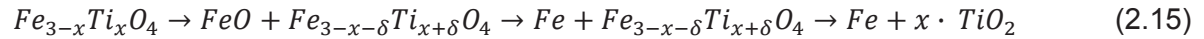
Abbildung 2-9: Gleichgewichtsdiagramm der Abhängigkeit Partialdruckverhältnis $\text{H}_2/\text{H}_2\text{O}$ und der Temperatur [15]

Tabelle 2-4 zeigt die Reaktionsprodukte nach einer Reduktionszeit von 2 Stunden. Eine vollständige Eisenreduktion erfolgt bei 1.123 K. Bei niedrigeren Temperaturen bilden sich Titanomagnetite (TTM) und Ilmenit. [15]

Tabelle 2-4: Phasen in einer mit einer 25 Vol.% H_2 -Ar-Gasmischung über 2 h reduzierten Probe bei verschiedenen Temperaturen [15]

Temperatur in K	Detektierte Phasen (XRD)
973	Eisen, TTM
1073	Eisen, TTM, Ilmenit
1173	Fe
1273	Fe, TiO_2
1373	Fe, TiO_2

Das in den Reaktionsgleichungen (2.15) dargestellte FeO liegt in nicht stöchiometrischer Form vor und δ bewegt sich zwischen 0 und $(1 - x)$. Temperaturen oberhalb von 1.173 K führen zu folgendem Mechanismus [15]:



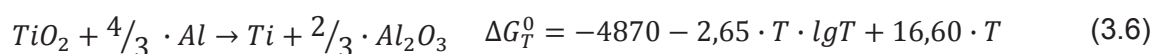
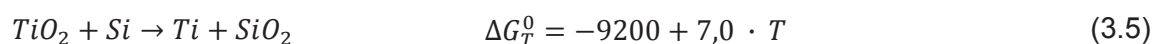
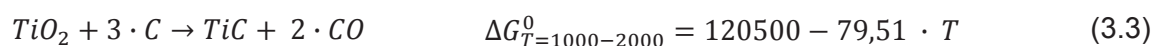
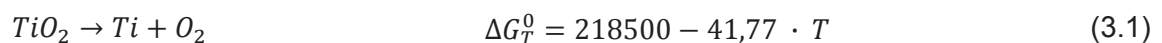
Hieraus kann deutlich der Unterschied zu den Reaktionen im Gleichgewicht erkannt werden, was auf die Reaktionskinetik rückzuführen ist. Die Reduktion der Titanomagnetite startet mit der Umwandlung von Fe^{3+} zu Fe^{2+} , begleitet durch die Verringerung des Sauerstoffgehaltes. Die Reduktion vom Fe^{3+} ist die langsamste Reaktion und geht mit der Abgabe von Fe^{2+} von der Titanomagnetitphase einher. Durch die hohe Diffusivität von Wasserstoff kann das zweiwertige Eisen den Gleichgewichtszustand nicht halten und der in (2.15) dargestellte Reaktionsweg stellt sich ein. Nach Beendigung der Eisenreduktion erfolgt eine Sinterung bei steigender Temperatur und die Titanoxidphase bildet sich aus. [15]

3. Herstellung von Titan

Die Herstellung von Reintitan ($\geq 99,9\%$) erfolgt durch thermische Zersetzung von Titanjodid, welches aus Rohtitan und Jod gebildet wurde. Weiters ist die Erzeugung von technisch reinem Titan durch die Reduktion von Titan-tetrachloriden mittels Magnesium (Krollverfahren) und Natrium möglich. Aufgrund des Aussehens erhält das Produkt von diesem Prozess die Bezeichnung Schwammtitan. Die Gehalte an Stickstoff und Sauerstoff sollen möglichst niedrig gehalten werden, um die Verarbeitbarkeit gewährleisten zu können [2], [3]. Stickstoff führt im Stahl zu Spannungsrisskorrosion [13]. Durch die hohe Aktivität des Titans kommt es bei hohen Temperaturen auch zu Reaktionen mit dem Feuerfestmaterial [10].

3.1 Grundlagen

Die Reduktion der oxidischen Rohstoffe kann durch karbothermische oder metallothermische Verfahren erfolgen [1]. Die Metallothermie ist mit Silizium nicht möglich, da die freie Enthalpie positiv ist [6]. Nachstehend sind in Abbildung 3-1 die Reaktionsgleichungen (siehe Gleichungen (3.1), (3.2), (3.3), (3.4), (3.5) und (3.6)) und Reaktionsenthalpien dargestellt [1]. Das Ausreduzieren des Eisens ist auch mit Wasserstoff durchführbar, wodurch eine titanreiche Schlacke entsteht. [15]



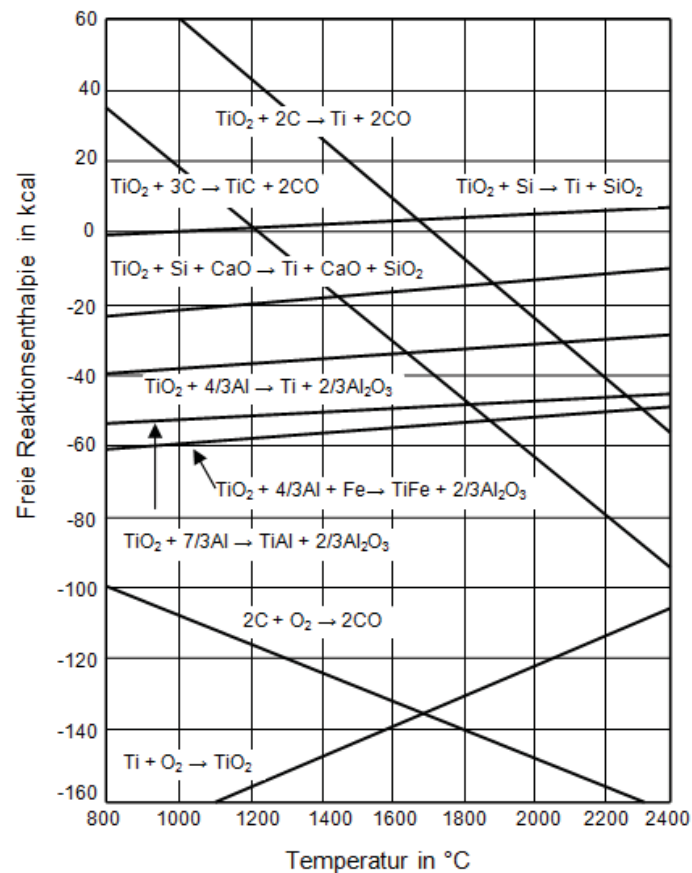


Abbildung 3-1: Abhängigkeit der freien Reaktionsenthalpien von der Temperatur [1]

Weiters ist die Herstellung von Titan über eine Chlorierung möglich, was im nachfolgenden Kapitel detailliert erläutert wird [2].

3.2 Gewinnung von Titanschwamm

Die Erzeugung von porösem Titanschwamm erfolgt über einen Chlorierungsprozess mit nachfolgender Reduktion. Ausgangsstoff für die Herstellung von Titan-tetrachlorid sind Rutil, Brookit und Anatas. Bei der Verhüttung von Ilmenit muss zunächst das Eisen abgetrennt werden. Durch Reduktion mit Kohlenstoff erfolgt die Produktion von Roheisen und einer titanreichen Schlacke. Die Abtrennung des Eisens ist mittels eines Magnetscheiders gewährleistet. Die TiO_2 -Schlacke schmilzt erst bei sehr hohen Temperaturen. Dies macht die Zugabe von Zuschlägen unumgänglich, wodurch eine Schlacke mit 5 % MgO , 0,5 % CaO und 70 – 75 % TiO_2 hergestellt wird. Für eine anschließende Chlorierung wirken sich diese Zuschläge allerdings negativ aus, da sich Chloride mit hohen Siedepunkten bilden. Diese verstopfen alle Düsen und Leitungen. Der Schmelzprozess wird im E-Ofen in der Mitte mit einer Elektrode durchgeführt, womit sich ein Angreifen der Feuerfestausmauerung durch die Schlacke vermeiden lässt. Die aus diesem Prozess gewonnene titanreiche Oxidphase besitzt 58,6 % TiO_2 und 32,2 % Ti_2O_3 , was einem Titangehalt von 59 % entspricht. Der

Gehalt an TiO_2 in der Schlacke kann problemlos auf 95 % erhöht werden, wofür jedoch Temperaturen größer $1.800\text{ }^\circ\text{C}$ und ein Aufblasen von Sauerstoff auf die Schlacke erforderlich sind. Hierbei erfolgt die Zersetzung des Karbides. Anschließend wird die Schlacke in Wasser abgeschreckt, um sie gut zerkleinern und chlorieren zu können. [2]

3.2.1 Herstellung des Tetrachlorids

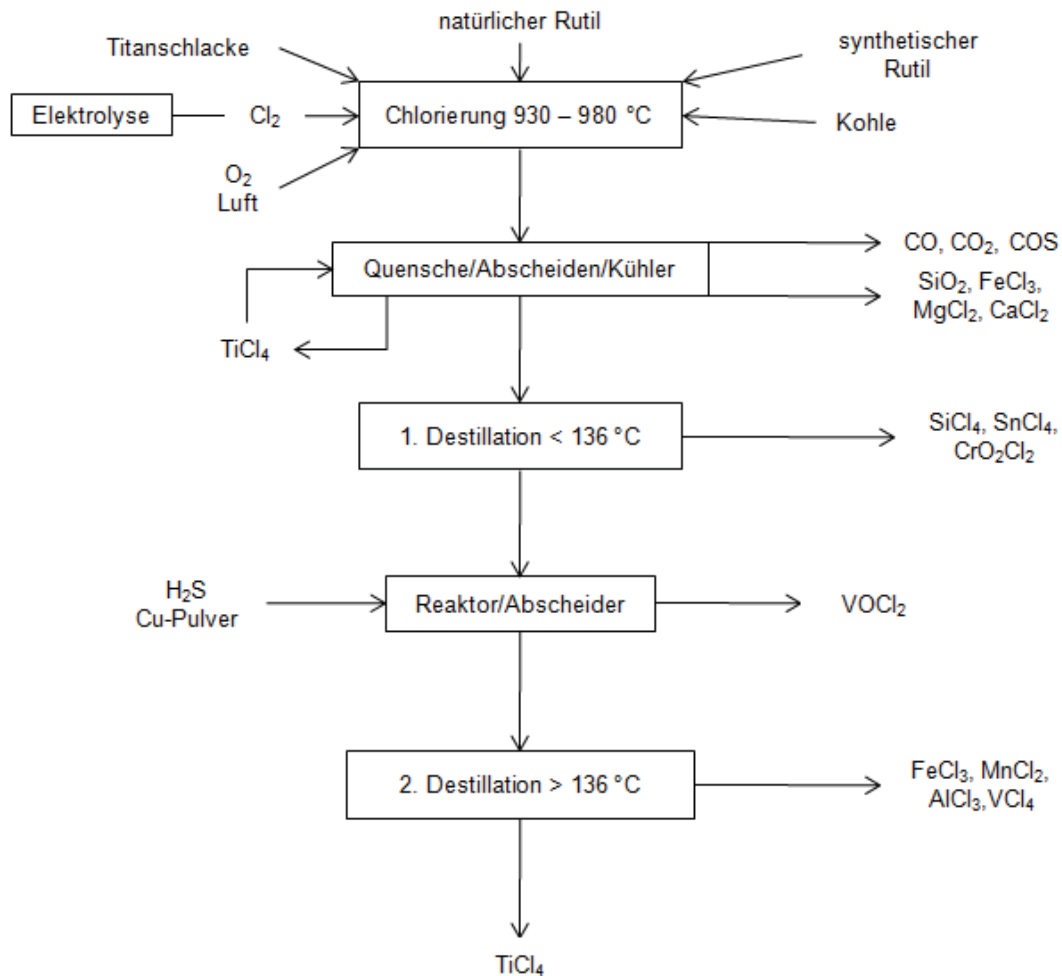
Für die Herstellung von Titan-tetrachlorid steht sowohl das diskontinuierliche Verfahren über Briketts, als auch ein kontinuierliches Verfahren im Wirbelbett unter Anwesenheit von Chlor und Kohlenstoff zur Verfügung [2]. Der Vorteil von Chloriden im Vergleich zu Oxiden liegt darin, dass diese rascher siedeln und sich als Folge davon besser von Verunreinigungen abtrennen lassen [4]. Folgende Gleichgewichte beeinflussen die Chlorierung [2]:



Durch hohe Temperaturen erfolgt nach dem Boudouard-Gleichgewicht die Bevorzugung der Bildung von CO (siehe Gleichung (3.8)). Für einen raschen Reaktionsablauf ist die Anwesenheit von festem Kohlenstoff, da sich die Bildungsgeschwindigkeit für das Tetrachlorid erhöht wichtig [2].

Das Ausgangsmaterial soll möglichst titanreich sein. Die mit Kohlenstoff und Teer geformten Briketts werden gesintert und chloriert. Das Einleiten des Chlors erfolgt im Kohlenstoffbett, wodurch das Gas eine Temperatur von $700 - 1.000\text{ }^\circ\text{C}$ erreicht. Dies ist jene Gastemperatur, bevor es den Sinterkörper erreicht. Durch Einspritzen von Titan-tetrachloriden kommt es zu einer Entfernung von Eisenchloriden. [2]

Das kontinuierliche Wirbelbettverfahren ist aufgrund seiner höheren Durchsatzgeschwindigkeiten besser und häufiger angewandt. Hierbei ist kein Brikettieren notwendig und die Wärmeverteilung ist gleichmäßiger [2]. Der Prozessablauf der gesamten Chloridherstellung ist in Abbildung 3-2 ersichtlich [4].

Abbildung 3-2: Prozessüberblick bei der Herstellung von TiCl₄ [4]

Die Temperaturen bei der Chlorierung im Wirbelschichtreaktor liegen zwischen 950 – 980 °C. Das Titan-tetrachlorid tritt gasförmig aus dem Reaktor aus und wird anschließend durch Wärmeaustauschflächen oder durch Abschrecken mit umlaufendem TiCl₄ auf 145 °C abgekühlt. [4]

Obwohl die Siedepunkte von Eisentetrachlorid (315 °C) und Titan-tetrachlorid (136 °C) sehr unterschiedlich sind, ist es nicht möglich diese beiden Stoffe durch Destillation voneinander vollständig zu trennen. Dies ist auf den gelösten Anteil des FeCl₃ in TiCl₄ rückzuführen. Für den Prozessablauf ist wichtig, dass alle Leitungen dicht sein müssen, da das Titan-tetrachlorid schon bei kleinen Leckstellen zu Salzsäure und Titanhydroxid dissoziiert, wodurch die Rohre einem starken Korrosionsangriff unterzogen werden. Das Rohchlorid mit zirka 95 % TiCl₄ besitzt die in Tabelle 3-1 dargestellten Verunreinigungen. [2]

In der ersten Destillationsstufe erfolgt die Abtrennung von Verunreinigungen (SiCl₄, SnCl₄, CrO₂Cl₂), welche einen Siedepunkt kleiner 136 °C besitzen. Die Siedepunktdifferenz zwischen VOCl₃ und TiCl₄ liegt bei 9 °C, weshalb eine vollständige Abtrennung des Vanadiums mit großen Verlusten an TiCl₄ verbunden ist. Aus diesem Grund gibt es einen

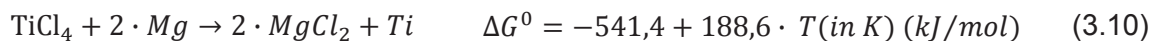
separaten Zwischenschritt. In diesem erfolgt bei 90 °C die Zugabe von H₂S und einem Kupferkatalysator, wodurch das VOCl₃ zu VOCl₂ reduziert und dieses abgeschieden wird [4]. Die zweite Destillationsstufe dient zur Abtrennung von FeCl₃, MnCl₂, AlCl₃ und VCl₄ mit einem Siedepunkt größer 136 °C. Das entstandene Chlorid besitzt eine Reinheit von 99,9 %. [4]

Tabelle 3-1: Fremdelemente im Roh- und Reinchlorid [2]

Fremdelemente	Rohchlorid in %	Reinchlorid in %
Fe	0,005	0,003 – 0,004
V	0,18 – 0,19	< 0,01
S	0,003 – 0,015	0,001 – 0,008
Si	0,025	< 0,01
Cl	0,1 – 0,35	0,01 – 0,015
Nicht verdampfbarer Rückstand	0,1 – 0,6	kein Rückstand

3.2.2 Reduktion von Titanetrachloriden zu Schwammtitan mit Magnesium (Krollverfahren)

Das Ausgangsmaterial für die Produktion von Titanhalbzeug wird durch Reduktion von Tetrachloriden mit Magnesium unter Luftabschluss nach folgender Reaktion hergestellt [2]:



Der Reaktionsprozess bedarf nur einer Aktivierung. Da die Reduktion ein exothermer Prozess ist, setzt sich diese anschließend selbsterhaltend fort. Durch ein örtliches oberflächliches Aufschmelzen des Titans backt dieses zusammen, wodurch Titanschwamm entsteht. Als Aggregat kommt ein schamotteausgekleideter Ölfenerofen zur Anwendung. [2]

Die großtechnische Herstellung erfolgt in ähnlichen Anlagen. Als Reaktionsgefäß dient ein Stahl- oder Chrom-Nickel-Stahlkessel, in welchem das säurebehandelte oxidschichtfreie Magnesium eingegeben wird. Durch Spülen mit Edelgas ist eine Inertgasatmosphäre vorhanden. Das Magnesium schmilzt unter Einleitung von Titanetrachlorid bei zirka 700 °C [2], [4]. Der erste entstehende Titanschwamm scheidet sich an der Reaktionsgefäßwand ab und baut sich dann nach innen zu weiter auf. Die Hauptreaktion findet zwischen 850 – 900 °C statt, wenn sich eine Brücke aus Schwammtitan gebildet hat. Es erfolgt die Zugabe eines Magnesiumüberschusses von etwa 15 %, da sich ein Teil des Magnesiums einschließt [2]. Das Magnesiumchlorid besitzt eine größere Dichte, wodurch dieses zu Boden sinkt und

abgezogen werden kann [4]. Das MgCl_2 ist sehr hygroskopisch, weshalb ein Abstich in einem wasserdampffreien Raum erforderlich ist [2]. Der gesamte Behälter kommt mit der Öffnung nach unten in eine Vakuumdestillationsanlage, um bei $900 - 1.000 \text{ }^\circ\text{C}$ und einem Druck von 10^{-3} mbar (Vakuum) das restliche Magnesiumchlorid und Magnesium durch Destillation zu entfernen [2], [3], [4]. Die hierfür benötigte Anlage besteht aus einem Reduktionsreaktor und einem Destillationsreaktor. Die Verunreinigungen gehen in den gasförmigen Aggregatzustand über und werden anschließend im Destillationsreaktor, welcher als Kondensator dient, abgeschieden. Der gereinigte Titanschwamm verbleibt im Reduktionsreaktor [4]. Durch Kühlbleche erfolgt das Abscheiden des Magnesiums. Das Magnesiumchlorid läuft flüssig aus dem Behälter. [2]

Die Auskleidung der Reaktionsbehälter ist häufig als Kohlenstoffstahl ausgeführt, auf welchem das Titan aufwächst. Dieses Produkt wird dann in die Destillationskolonnen gestellt, unter Argon abgekühlt und nach der Entnahme vom Eisenmantel abgeschält. Anschließend erfolgt das Brechen des Titanschwamms (auch Titankuchen) zu kleinen Stücken [2]. Das entstandene Produkt besitzt eine Dichte von $1,2 - 3 \text{ g/cm}^3$ [3], [4].

Aus Abbildung 3-3 ist die Massen- und Energiebilanz zur Herstellung einer Tonne Ti ersichtlich. Für die Produktion von 1 t Titan fällt die zehnfache Menge an Roheisen an. [2]

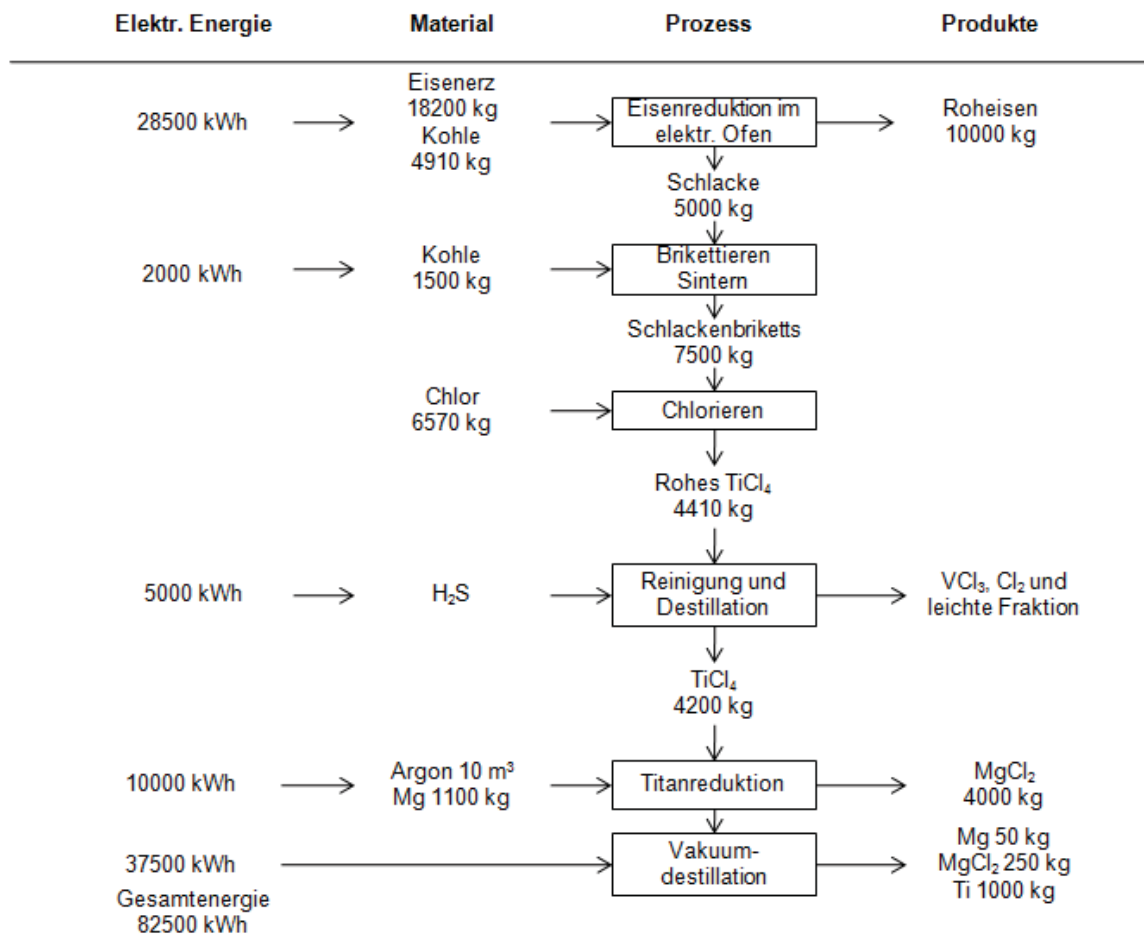


Abbildung 3-3: Bilanz zur Herstellung einer Tonne Titan mittels Krollverfahren [2]

Während der Reduktionsprozess meist nach 12 h beendet ist, kann der Destillationsvorgang bis zu 90 h dauern [2].

3.2.3 Reduktion von Titanetrachloriden zu Titanschwamm mit Natrium

Nachfolgend werden die wesentlichen Vor- und Nachteile der Reduktion mit Natrium angeführt.

Vorteile gegenüber dem Krollverfahren [2]:

- Durch einen niedrigen Schmelzpunkt ($98 \text{ }^\circ\text{C}$) ist eine Beförderung mit Pumpen möglich
- Geringerer Reduktionsmittelbedarf durch die Reaktionsfreudigkeit des Natriums

Nachteile gegenüber dem Krollverfahren [2]:

- Größeres Volumen der Reaktionsteilnehmern

- Hoher Schmelzpunkt des Natriumchlorids (797 °C) und niedriger Siedepunkt des Natriums (877 °C)

In Abbildung 3-4 ist der schematische Ablauf der Herstellung von Titanschwamm mittels zweistufiger Natriumreduktion dargestellt.

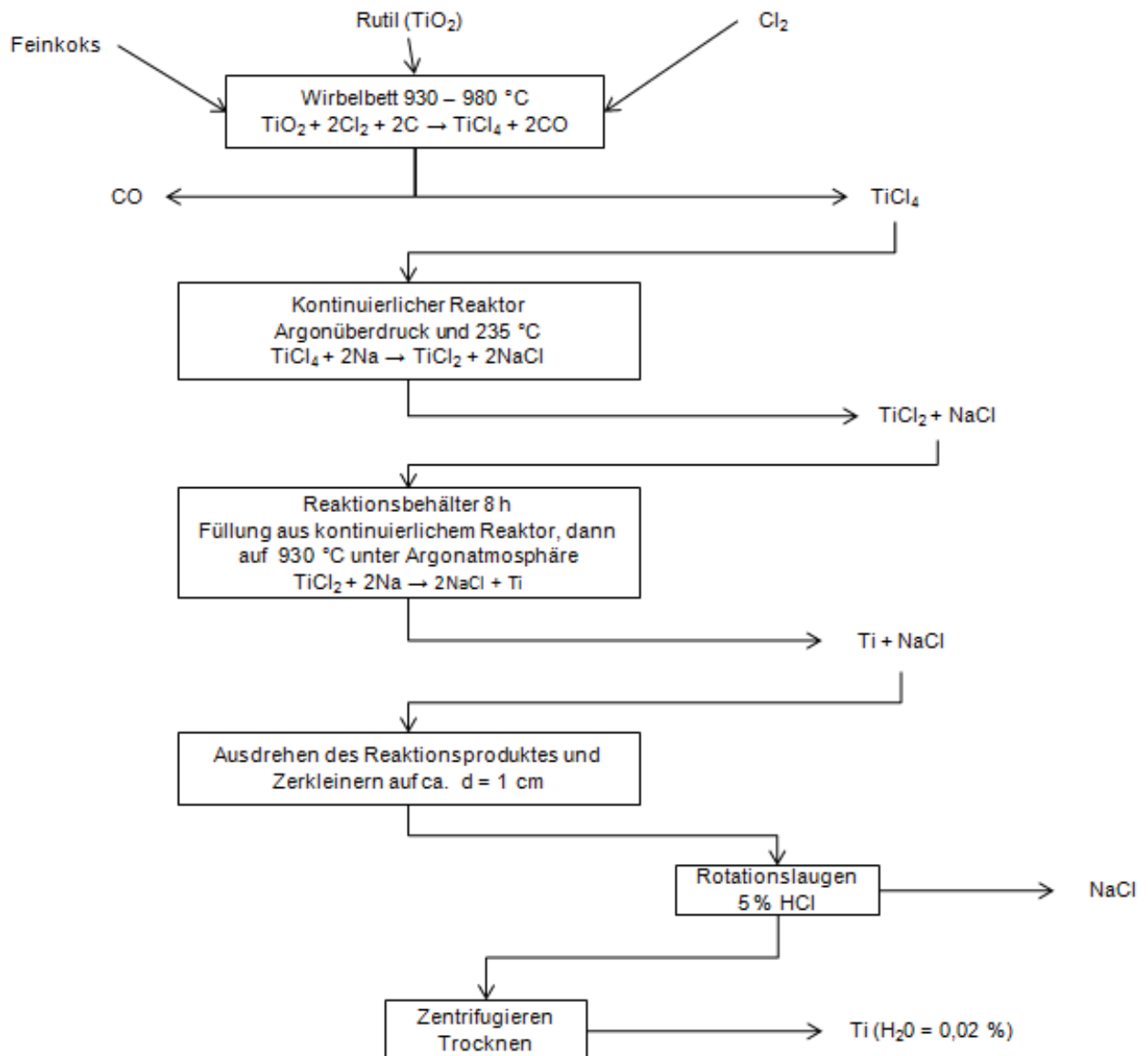


Abbildung 3-4: Schematischer Ablauf der Reduktion mit Natrium [2]

Zu Beginn erfolgt die Herstellung einer niedrigschmelzenden Na-Ti-Cl-Verbindung, in welcher das Titan zwei- bzw. dreiwertig vorliegt. Die zweite Stufe bewirkt eine Reduktion dieser Verbindung durch Zugabe von Natrium. Die dabei ablaufenden Reaktionen sind wie folgt [2]:





Das Verfahren ist aufgrund der besseren Beherrschbarkeit zweistufig ausgeführt. Die Temperatur im ersten Schritt beträgt 235 °C unter Argonatmosphäre. Das Reaktionsprodukt dieser Etappe wird sofort in das Natrium der zweiten Stufe eingeleitet und dort belassen, bis sich das Gleichgewicht einstellt. Anschließend erfolgt die Erhitzung des Behälters auf 930 °C, wodurch sich der Titanschwamm bildet. Dieser muss zur Entfernung des restlichen Natriumchlorids und Natriums einer Laugung unterzogen werden. Abschließend folgen eine Zentrifugierung und Trocknung. Das erzeugte Produkt enthält 0,02 % Wasser. [2]

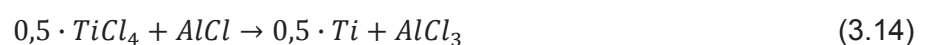
3.2.4 Reduktion von Titanetrachloriden zu Schwammtitan mit Aluminiumsubchlorid

Bei der Reduktion mit Natrium ist es nachteilig, dass sich ein NaCl-Film an der Oberfläche des Titans bildet, wodurch ein weiterer Reinigungsschritt notwendig ist. Ähnlich liegt dieser Nachteil beim Krollprozess vor, wo ebenso die Reaktorleistung geringer ist. Weiters sind die Affinitäten von Na und Ti zu Chlor sehr unterschiedlich, was dazu führt, dass die Dämpfe von Titan und Soda nicht miteinander reagieren. Die zuvor erwähnten Nachteile fallen durch die Reduktion mittels Aluminiumsubchlorid weg. [31]

Ziel von dieser Art der Reduktion ist es, die Herstellungskosten von Titan zu senken. Das Produkt ist ein reiner Titanfilm oder reines -pulver. Als Reduktionsmittel dient flüchtiges $AlCl_x$. Der große Vorteil der Gasphasenreaktion ist, dass die Diffusion schneller vor sich geht. Theoretisch ergeben sich dadurch im Reaktor Durchsatzleistungen von $1 \text{ kg}/(\text{m}^3\text{s})$. Titan bildet Aluminide, welche für die Herstellung von Titanlegierungen verwendet werden. Dadurch ergeben sich folgende Vorteile [31]:

- Gute Oxidationsbeständigkeit bei hohen Temperaturen
- Kältebeständigkeit
- Hitzebeständigkeit
- Erhöhung der spezifischen Festigkeitseigenschaften

Die Summenreaktionen der Reduktion sind nachfolgend angeführt [31]:



Aluminiummonochlorid und -dichlorid sind nicht in reiner Form vorhanden, sondern bestehen aus einer Mischung aus $x_1\text{AlCl} + x_2\text{AlCl}_2 + x_3\text{AlCl}_3 + x_4\text{Al}_2\text{Cl}_6$, wobei $x_1 + x_2 + x_3 + 2x_4 = 1$ und $1 < x < 3$. Die Größe des Anteils der einzelnen Komponenten ist abhängig von der vorliegenden Temperatur und der Anwesenheit anderer Komponenten [31].

Bei der konventionellen Metallothermie wird das Abtrennen von Magnesium und Soda dadurch erleichtert, dass Titan nicht mit diesen chemisch reagiert [31].

Drei verschiedene Parameter beeinflussen das Al/Ti-Verhältnis in der kondensierten Phase [31]:

- Der stöchiometrische Koeffizient (φ)
- Die Temperatur
- Das Verhältnis von Ar/TiCl_4

Abbildung 3-5 zeigt die Gleichgewichtszusammensetzung von den Reaktionsprodukten in Abhängigkeit der Temperatur und einem stöchiometrischen Koeffizienten von 1,25 [31].

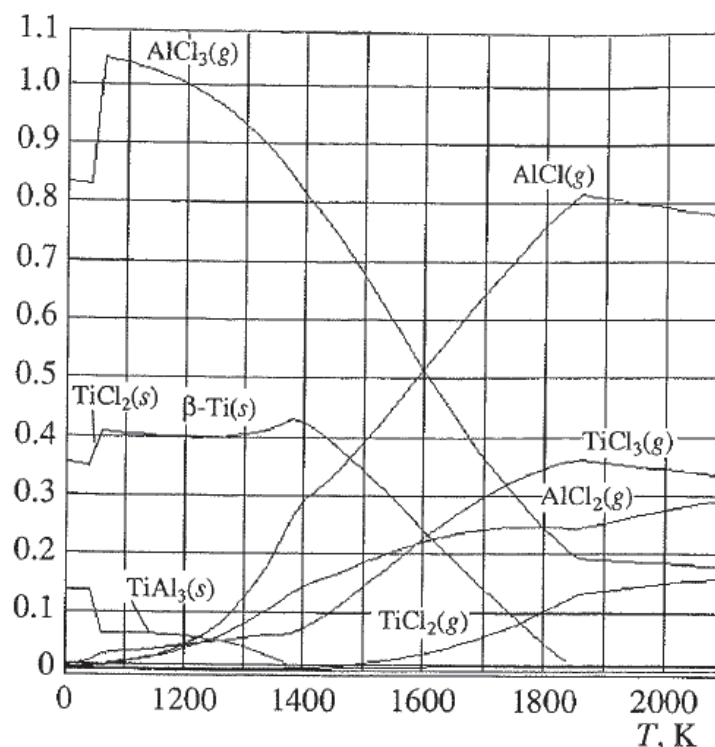


Abbildung 3-5: Thermodynamisches Gleichgewicht der Reaktionsprodukte in Abhängigkeit der Temperatur [31]

Bei $\varphi < 0,25$ ist die Reduktion von Titan nicht möglich, da AlCl und AlCl_2 das Titantetrachlorid nicht zu Titandichlorid reduzieren können. Liegt der stöchiometrische Koeffizient zwischen 0,25 und 1,0, dann steigt der Titangehalt linear an, über diesem Wert fällt er ab [31].

3.3 Thermische Zersetzung von Titanjodid

Bei diesem Verfahren erfolgt die Herstellung von reinem Titan durch Umsetzung von Jod in ein Titanjodid, welches anschließend durch Disproportionierung wieder zersetzt wird. Hauptsächlich dient dieses Verfahren der Entfernung von Kohlenstoff, Stickstoff und Sauerstoff. Das Abscheidungsverhalten ist maßgebend durch die Korngröße des Roh Titans beeinflusst. Dies liegt den unterschiedlichen Gleichgewichtspartialdrücken der Jodide zu Grunde. Bei niedrigen Temperaturen (100 – 200 °C) entsteht kein Gleichgewicht mit dem überschüssigen Roh Titan, außer dieses ist sehr feinkörnig, sodass eine rasche Umsetzung zum Jodid stattfinden kann. Bei grobkörnigem Titan ist an der Oberfläche Jod im Überschuss vorhanden. Das entstehende leicht flüchtige Titanjodid wird an einem Zersetzungsdraht dissoziiert, wobei sich das Titan am Draht niederschlägt und das freiwerdende Jod wieder in den Kreislauf zum Titan diffundiert. Durch höhere Temperaturen erfolgt eine Umsetzung zu Titanjodid und Titantrijodid. Umso größer der Anteil an Jod ist, welche an der Reaktion teilnehmen kann, desto mehr Trijodid bildet sich im Gleichgewicht. Steigt die Temperatur, dann entsteht ein Druck in Richtung Gleichgewicht, wodurch die nachfolgenden Reaktionen ablaufen [2]:



Die Drahttemperatur beträgt zwischen 1.300 – 1.450 °C, welche über die Dicke des Drahtes und seinem damit verbundenen Leiterwiderstand festgelegt ist. Als Drahtmaterial dient Titan oder Wolfram. Als Ausgangsmaterial wird meist Schwammtitan in das Reaktionsgefäß eingebracht, damit die Umsetzung nicht zu rasch abläuft. Die Abscheidung erfolgt oberhalb der α/β -Umwandlungstemperatur, welches dazu führt, dass sich kubische β -Titankristalle bilden, welche bei niedrigeren Temperaturen in hexagonales α -Titan umwandeln, in ihrer äußeren Form aber erhalten bleiben. Das oberflächliche Aussehen und die Reinheit kann durch die Temperatur des Reaktionsgefäßes eingestellt werden. Ist diese relativ niedrig (< 300 °C), dann scheidet sich das Titan leicht verunreinigt, allerdings mit glatter Oberfläche, auf dem Dissoziationsdraht ab. Ein Grund für die geringe Abscheidungsgeschwindigkeit liegt in der Bildung von zwei Molekülen Jod aus einem Titanjodidmolekül. Diese beiden entstehenden Teilchen stellen für die ankommenden Jodidteilchen ein Hindernis dar. [2]

4. Herstellung von Ferrotitan

Grundsätzlich besteht die Möglichkeit Ferrotitan auf verschiedene Arten zu erzeugen, welche in den nachfolgenden Kapiteln behandelt werden. Die Produktion von Ferrotitanlegierungen mit geringem Titangehalt (20 – 50 %) erfolgt durch Aluminothermie oder Kohlenstoffreduktion, jene mit höherem Anteil an Titan (65 – 75 %) durch Einschmelzen von Eisen und Titanschrott bzw. Titanschwamm. [6], [10]

Ferrolegerungen mit 70 % Ti sind bevorzugt, da der Schmelzpunkt (1.130 – 1.200 °C) relativ niedrig ist, die Auflösung rasch vor sich geht, sowie die Zugabemenge und die Abbrandverluste geringer sind, als bei Legierungen mit niedrigeren Titangehalten [6], [10].

4.1 Karbothermische Herstellung

Die karbothermische Herstellung erfolgt im Elektroofen oder Elektrolichtbogenofen [32]. Das dabei erzielbare Produkt besitzt folgende Zusammensetzung: 20 – 25 % Ti, 5 – 8 % C, 1 – 2 % Si, 1 – 2 % Al, Rest Fe. Titan reagiert mit Kohlenstoff zu Titankarbid, welches ein kubisches Gitter ($a = 4,325 \text{ \AA}$) mit 20,05 % C besitzt [1]. Eisenverbundwerkstoffe, verstärkt durch TiC, werden für verschleißfeste Formen, Werkzeuge und für korrosionsbeständige Komponenten verwendet. Das Titankarbid stammt entweder aus einem pulvermetallurgischen Prozess oder es entsteht durch Ausscheidung aus der Schmelze in die Matrix. [32]

Vor dem Aufschmelzen erfolgt eine Trocknung des Ilmenits, um den Feuchtigkeitsgehalt zu senken [32]. Anschließend wird in den Grafitiegel Ilmenit mit einem aktiven Reduktionsmittel (z. B. Schwelkoks) chargiert. Während dem Schmelzvorgang bildet sich zunächst ein Eisenbad, in welchem sich nur wenig Titan löst [1]. Zusätzlich wird mit Argon gespült [32]. Die Reduktion von Titanoxid geht schwer vor sich. Um diesen Vorgang zu beschleunigen, erfolgt die Zugabe von Kalk, welcher mit dem überschüssigen Kohlenstoff zu Kalziumkarbid reagiert und die Reduktion von TiO_2 begünstigt. [1]

Nach Galgali u. a. [32] korreliert die Basizität der Schlacke mit dem Titangehalt der Ferrolegerung. Steigt diese von 0,61 auf 1,76, dann erhöht sich auch der Ti-Gehalt von 0,72 auf 3,05 %. Weiters besitzen der Anteil an Wasserstoff sowie das Flussmittel und der Überschusskohlenstoff einen Einfluss auf das Ausbringen an Titan und Eisen in der Ferrolegerung (siehe Tabelle 4-1). Liegen 50 % des Kohlenstoffs im Überschuss vor und ist eine Flussmittelmenge von 4 % beigemischt, dann ist das Ti-Ausbringen wesentlich höher. Durch Erhöhung der Wasserstoffmenge in der Reduktionsgasmischung von 20 Vol.% auf 40 Vol.% sinkt das Titanausbringen [32]. Dies ist möglicherweise auf die in Kapitel 2.2.3 angeführten Reduktionsmechanismen rückzuführen.

Tabelle 4-1: Unterschiedliche Einflüsse auf das Ausbringen von Titan und Eisen [32]

Nr.	Prozessparameter			Schmelztemperatur in °C	Ausbringen in %	
	C-Überschuss in %	Flussmittel in %	Wasserstoffgehalt der Gasmischung in Vol.%		Titan	Eisen
1	0	2	20	1.660	16,29	30,95
2	50	2	20	1.730	37,20	55,28
3	0	4	20	1.640	23,61	55,21
4	50	4	20	1.770	79,90	60,64
5	0	4	40	1.580	17,59	39,67
6	50	4	40	1.760	65,12	79,18

Weiters ist zu beachten, dass das sich bildende TiC die Viskosität erhöht und dadurch ein normaler Abstich nicht möglich ist. Aus thermodynamischer Sicht ist die Bildung von Titankarbid ab einer Temperatur von 1.223 °C möglich. Um so höher die Zugabemenge an Kohlenstoff ist, desto höher ist der C-Gehalt in der Legierung. Die Reduktion von TiO₂ zu metallischem Titan ist ab 1.700 °C gewährleistet. Ein höhere Temperatur sorgt für eine ausreichende Antriebskraft der ablaufenden Reaktionen. Die Reaktion von TiC mit Eisenoxiden führt zur Bildung von Titandioxid und nicht zu metallischem Titan. Durch einen Zusatz an Silizium (20 – 25 %) kann der Kohlenstoffgehalt der Ferrolegierung durch Bildung von Titansiliziden bis zu 1 % gesenkt werden. Eine weitere Möglichkeit den C-Gehalt zu erniedrigen, stellt das Verdünnen mit Stahlschrott oder die Reduktion von Ilmenit mit Eisenerz dar. [32]

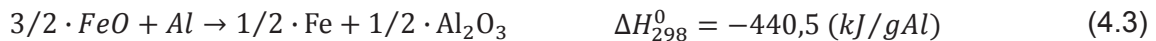
Titandioxid ist amphoter. Bei geringer Basizität bilden niederwertigere Oxide Verbindungen mit Aluminium und Silizium, wodurch die Aktivität von TiO₂ im Bad gesenkt wird. Durch Zusatz an CaO erfolgt eine Erhöhung der Basizität und somit eine Steigerung der Aktivität des Titandioxids. Ähnlich wie bei der aluminothermischen Reduktion von Ilmenit ist auch hier bei höheren Basizitäten das Ausbringen an Titan besser. [32]

Um eine gute Fließbarkeit der Schmelze und eine Trennung von Schlacke und Bad gewährleisten zu können, soll der Gehalt an Titan (10 %) in der Ferrolegierung nicht zu hoch sein [32].

Durch das Beschichten des Grafittiegels mit Magnesia oder Zirkon kann der rasche Abbrand vom Schmelzgefäß und auch die Aufkohlung der Schmelze verhindert werden [32].

4.2 Aluminothermische Herstellung

Das Verfahren zur aluminothermischen Herstellung von Ferrotitan aufgrund der Reduktion von Titandioxid und Eisenoxid wird durch die Reaktionswärme der Eisenoxidreduktion begünstigt. Die beteiligten Reaktionen mit ihren Reaktionsenthalpien sind nachfolgend dargestellt. [1]



4.2.1 Herstellung von Ferrotitan aus Ilmenit

Bei der Reduktion von Ilmenit ist zu beachten, dass die Reduktion der Eisenoxide vollständig erfolgt, womit sich bei gleichbleibender Titanausbeute das Verhältnis Fe/Ti ändert. Dies muss durch Zusatz an TiO_2 ausgeglichen werden. Die Reaktionsenthalpie für einen selbstgängigen Schmelzprozess reicht bei Ilmenit nicht aus, um Ferrotitan mit einem Titangehalt $> 28 \%$ zu erzeugen. Abhilfe kann dabei eine Temperaturerhöhung schaffen. Dabei erfolgt entweder eine Vorwärmung des Konzentrates auf $400 - 550 \text{ }^\circ\text{C}$ oder der Zusatz von $\text{BaO}_2 + \text{Al}$ oder $\text{NaClO}_3 + \text{Al}$. Hierbei ist zu berücksichtigen, dass die praktischen Ergebnisse stets von den theoretischen Werten abweichen, wie in Abbildung 4-1 dargestellt ist. Hierbei sollte der Titangehalt nach der Aluminothermie mit 100% Al bei zirka 42% liegen. [1]

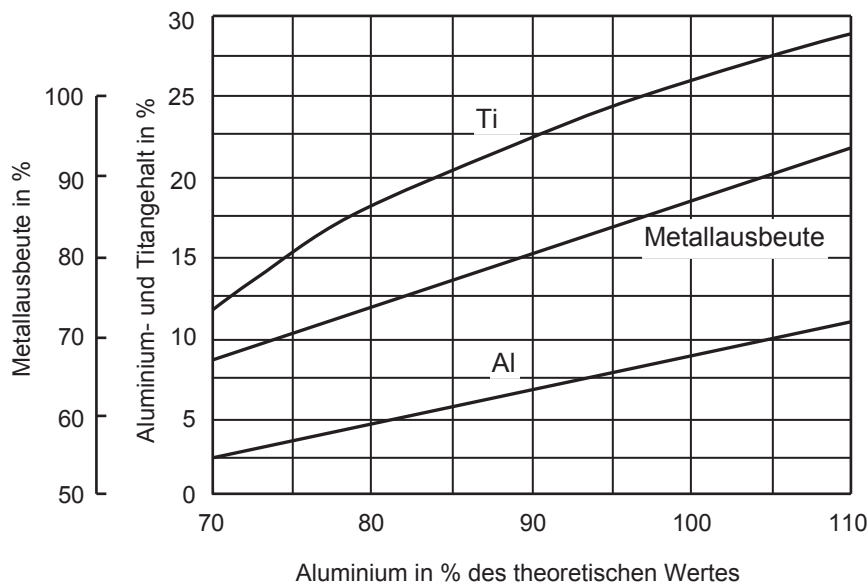


Abbildung 4-1: Einfluss der Aluminiummenge auf die Metallausbeute [1]

Die entstehende Schlacke enthält beträchtliche Mengen an Titan (ca. 30%) und hat einen Schmelzbereich von $1.850 - 1.900 \text{ }^\circ\text{C}$. Durch einen Zusatz an Kalk erfolgt ein Herabsetzen der Schmelztemperatur und Viskosität der Schlacke [1], [6]. Zusätzlich wird noch das Al_2O_3 abgebunden und das Gleichgewicht zugunsten der Titanabscheidung verlagert. In Abbildung 4-2 sind die Auswirkungen des Kalkzusatzes ersichtlich [1].

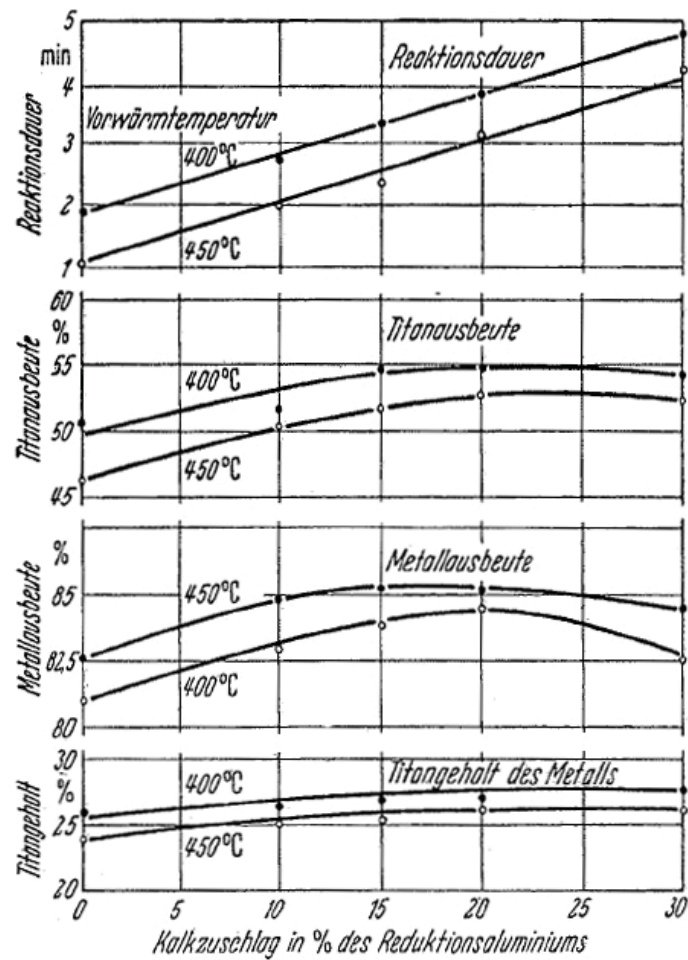


Abbildung 4-2: Auswirkungen eines Kalkzusatzes auf die Metallausbeute [1]

Ein wichtiger Einflussfaktor auf das Titanausbringen und den Titangehalt im Ferrotitan ist die Vorwärmtemperatur. In Abbildung 4-3 ist zu erkennen, dass das Optimum dieser Vorwärmung bei 400 °C liegt. Zusätzlich kann die Schlacke sehr gut vom Metall abgetrennt werden [1].

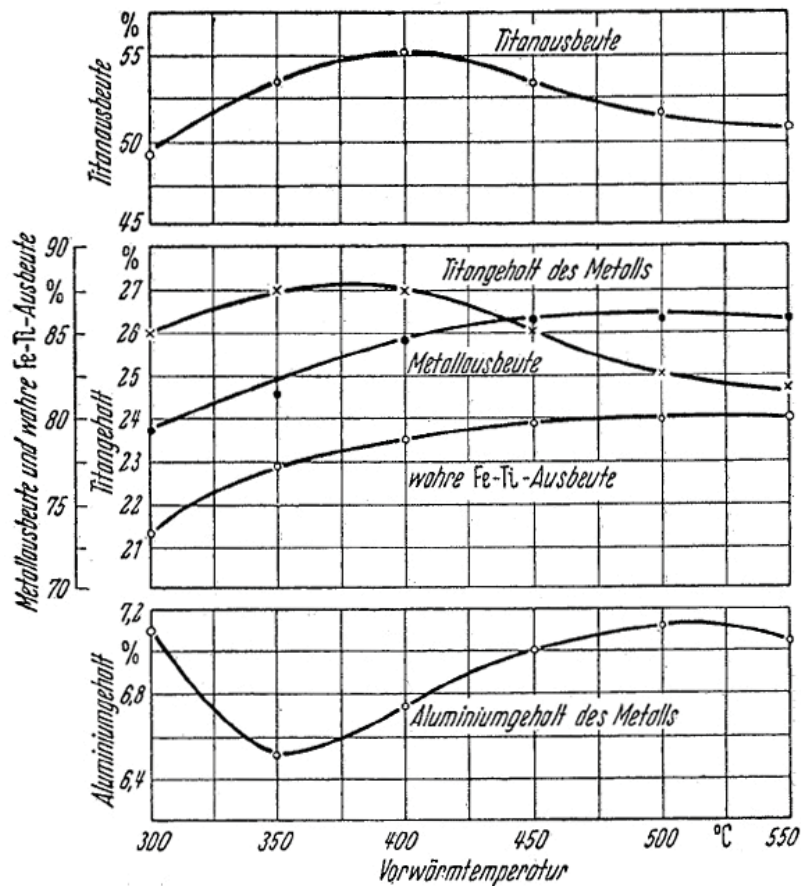


Abbildung 4-3: Einfluss der Vorwärmtemperatur auf die Metallausbeute [1]

Durch die Schädlichkeit für den Stahl muss der Aluminiumgehalt kleiner 8,5 % sein. In Abbildung 4-4 ist zu erkennen, dass der Aluminiumgehalt im Ferrotitan mit zunehmender Reaktionswärme abnimmt und sich die Schlackenviskosität verringert. Dies ist für die Trennung von Schlacke und Metall von großer Bedeutung. Die Reaktionswärme von -2.583,24 kJ/kg ist das Optimum für das Zusammenspiel an Aluminiumgehalt und Titanausbringen. [14]

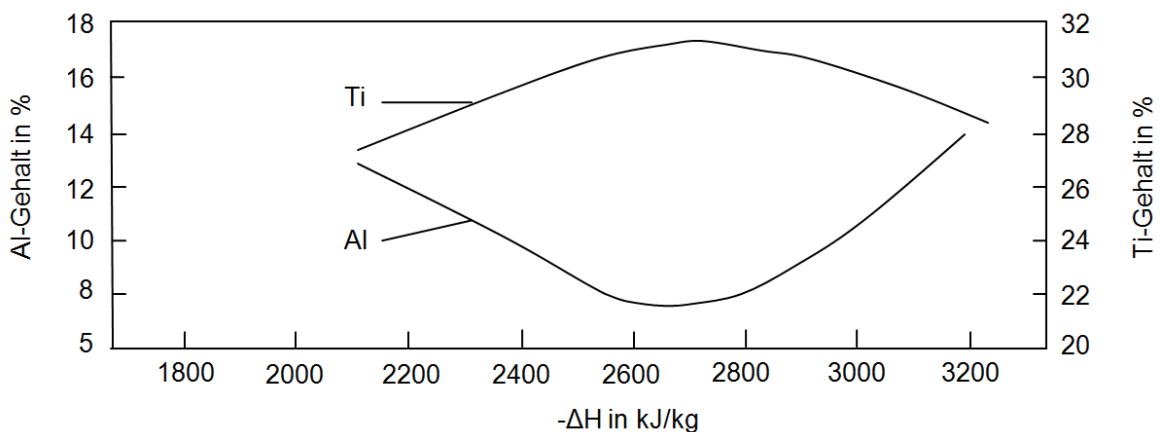


Abbildung 4-4: Auswirkung der Reaktionswärme auf das Ti- und FeTi-Ausbringen und den Aluminiumgehalt der Ferrolegierung [14]

Eine Erhöhung des Ti-Gehaltes im Ferrotitan kann durch den Zusatz eines Konzentrates oder durch Zusatz von Rutil erreicht werden. Wie aus Abbildung 4-5 ersichtlich, steigt der Titangehalt bei fast gleichem Aluminiumgehalt an [1].

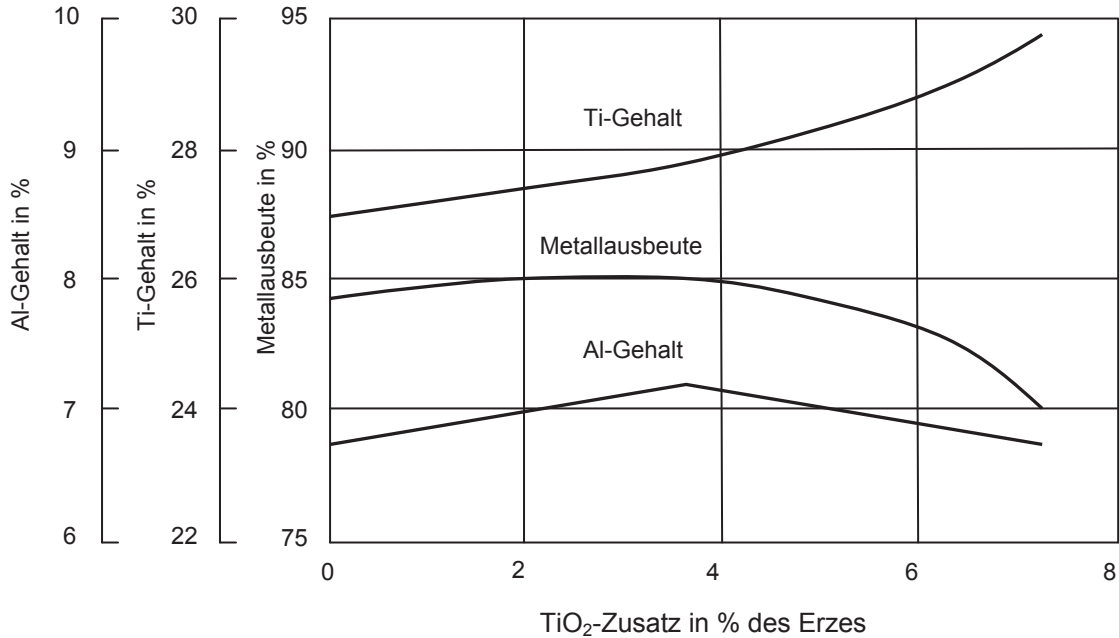


Abbildung 4-5: Einfluss eines Rutilzusatzes und Zusammensetzung des Ferrotitans [1]

Ebenso wie die Vorwärmtemperatur hat auch die Menge des Aktivierungsmittels, welches zum Starten der Reaktion zugegeben wird, einen Einfluss (siehe Abbildung 4-6). In diesem Fall besteht die Zündermischung aus BaO₂ und Al. Das in die Schlacke gehende BaO hat eine ähnliche Wirkung wie das CaO. [1]

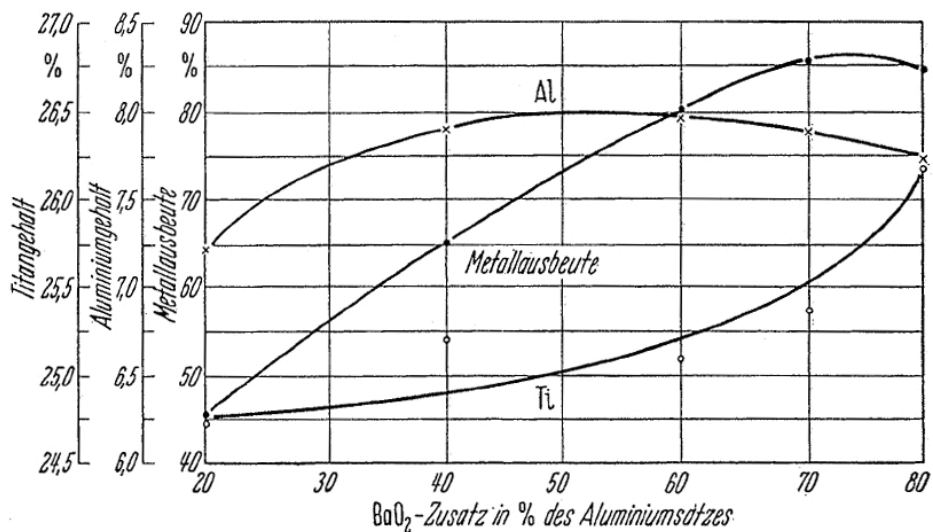
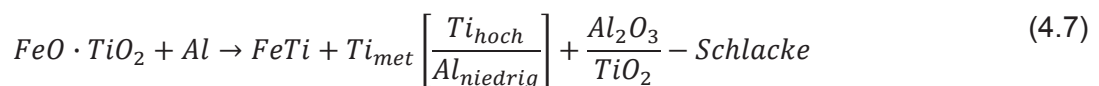
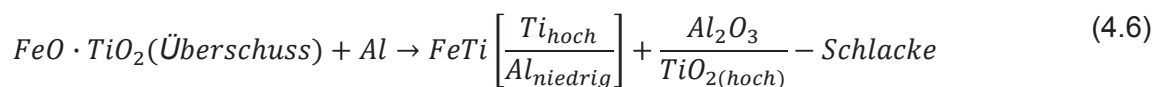
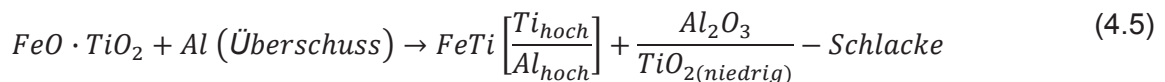
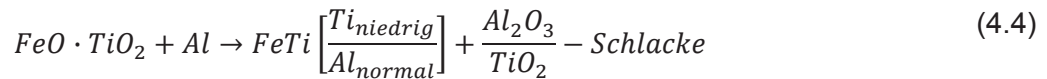


Abbildung 4-6: Einfluss des BaO₂-Zusatzes [1]

Die Korngrößenverteilung spielt ebenfalls eine wichtige Rolle. Optimale Ergebnisse werden erzielt, wenn die Korngröße von Aluminium und Erz in etwa gleich sind. [1]

Zum Erreichen eines höheren Titangehaltes erfolgt eine Beimengung eines beträchtlichen Anteils an TiO_2 zur Abbrennmischung. Die nachfolgenden Reaktionen sollen verdeutlichen, welche Verteilung sich bei welchem Mischungsverhältnis einstellt [1]:



Beim Abstich der Chargen ist darauf zu achten, dass Titan an Luft mit Sauerstoff und Stickstoff reagiert, wodurch es zu einer starken Nitrid- und Oxidbildung kommt [1].

Nach El-Fawakhry u. a. [9] besteht auch die Möglichkeit, anstelle von Aluminiumpulver billigere Sekundäraluminiumspäne zu verwenden, wodurch sich ein erhebliches Senken der Prozesskosten ergibt.

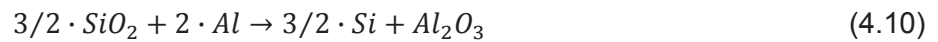
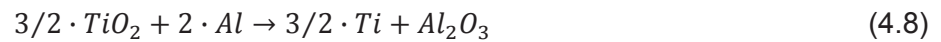
4.2.2 Ferrotitanproduktion aus titanhaltigen Schlacken

Neben der Möglichkeit Ferrotitan aus Ilmenit durch Aluminothermie zu erzeugen, kann dies auch noch durch Reduktion titanhaltiger Schlacken erfolgen. Die chemische Zusammensetzung einer solchen Schlacke ist in Tabelle 4-2 dargestellt. Diese kann allerdings variieren. [5]

Tabelle 4-2: Chemische Zusammensetzung einer Titanschlacke [5]

Komponente	%
TiO_2	63
FeO	17
Al_2O_3	2,5
MgO	1,2
MnO	2,3
SiO_2	10
CaO	3,5
V_2O_5	0,4
Cr_2O_3	0,04
P_2O_5	0,2

Auf Basis der chemischen Analyse kann festgestellt werden, dass nicht nur eine Reduktion des TiO_2 erfolgt, sondern auch andere Oxide reagieren. Die ablaufenden Reaktionen sind nachfolgend dargestellt und es muss bei der Berechnung der Reduktionsmittelmenge berücksichtigt werden. [5]



Das für die Herstellung des Ferrotitans verwendete Aggregat ist in Abbildung 4-7 dargestellt. Der aluminothermische Prozess wird in einem sogenannten „electro slag crucible melting“ (ESCM) Ofen durchgeführt, welcher mit wassergekühlten Kupferkokillen und einer Grafitelektrode bestückt ist [5].

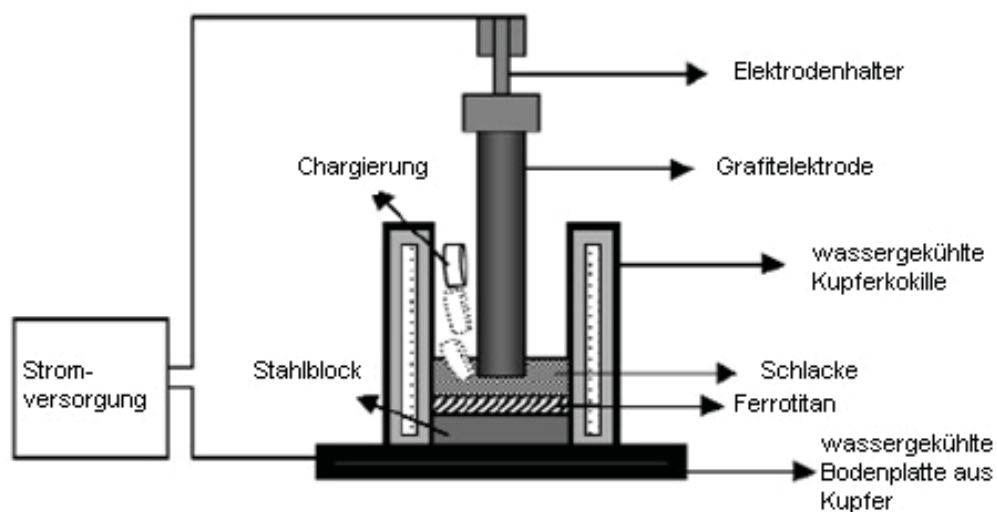


Abbildung 4-7: Schematischer Aufbau des ESCM-Ofens [5]

Die Legierung und die Schlacke werden nach dem Erstarren aus dem Ofen entnommen. Der gesamte Prozessablauf ist in Abbildung 4-8 dargestellt [5].

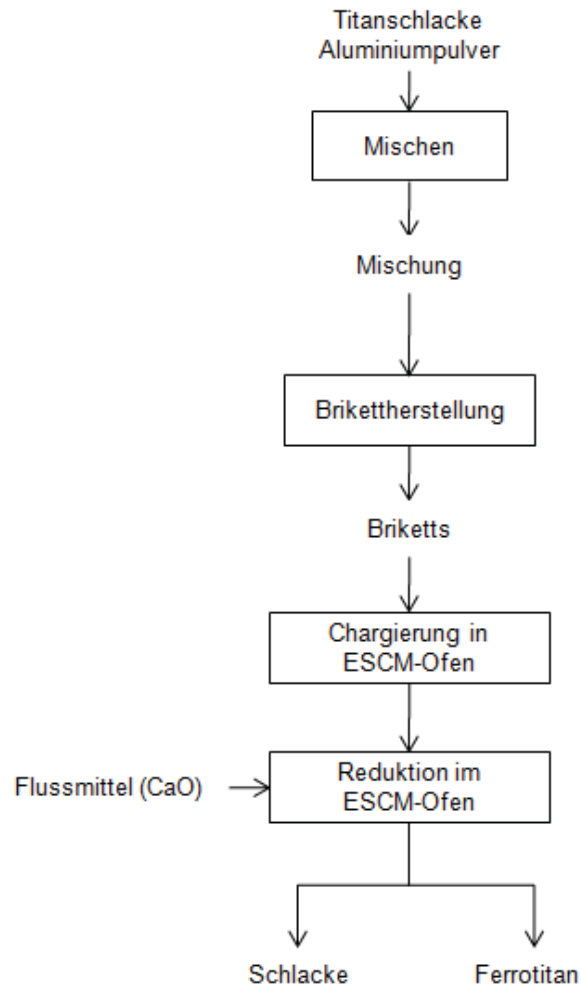


Abbildung 4-8: Flussschema bei der Ferrotitanproduktion [5]

Die Zugabemenge an Aluminium ist für das Ferrotitanausbringen von wesentlicher Bedeutung. Aus Abbildung 4-9 ist ersichtlich, dass das Ausbringen von FeTi von 60 auf 66 % steigt, wenn die Aluminiummenge von 80 auf 110 %, bezogen auf die stöchiometrischen Verhältnisse, erhöht wird [5].

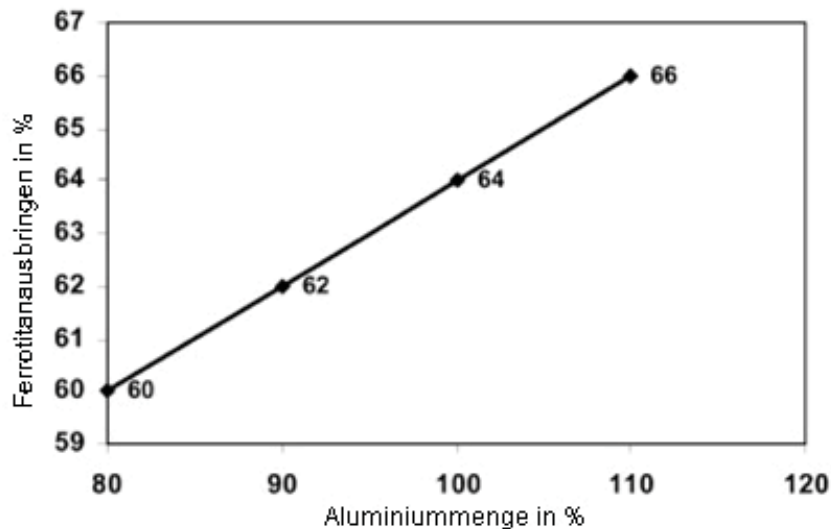


Abbildung 4-9: Einfluss der Reduktionsmittelmenge auf das Ferrotitanausbringen [5]

Das maximale Titanausbringen liegt allerdings bei einer Reduktionsmittelmenge von 80 % (siehe Abbildung 4-10). Ein Teil des TiO_2 wird zu den stabilen Oxiden TiO und Ti_2O_3 umgewandelt. Die Reduktion dieser ist sehr schwierig. TiO reagiert mit dem Al_2O_3 in der Schlacke und ist nicht am Reduktionsprozess beteiligt. Die Zunahme der Reduktionsmittelmenge bewirkt somit eine höhere Menge an Al_2O_3 in der Schlacke, was zu einer Abnahme des Titanausbringens führt. [5]

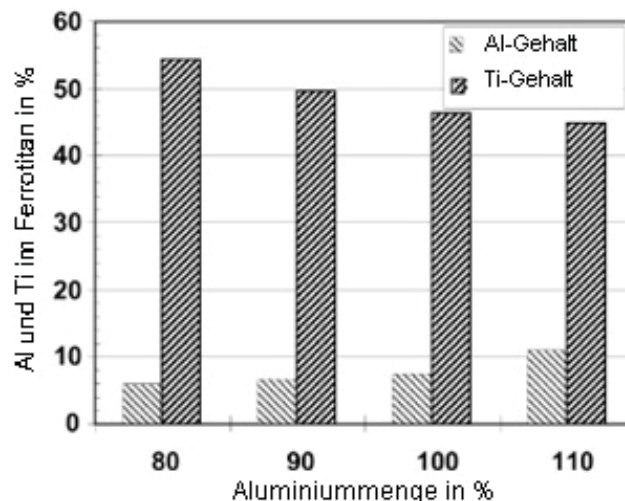


Abbildung 4-10: Einfluss der Aluminiummenge auf den Al- und Ti-Gehalt im FeTi [5]

Einen wesentlichen Einfluss besitzt auch die Zugabe von Flussmitteln, wie z. B. CaO . Abbildung 4-11 zeigt die Abhängigkeit des $\text{CaO}/\text{Al}_2\text{O}_3$ -Verhältnisses auf das Ferrotitanausbringen [5].

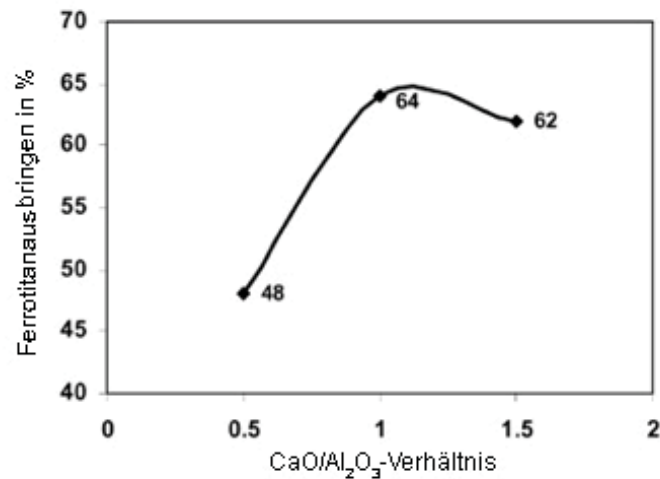


Abbildung 4-11: Einfluss des CaO/Al₂O₃-Verhältnisses auf das FeTi-Ausbringen [5]

Die Reaktion des CaO mit dem Al₂O₃ der Schlacke senkt die Aktivität des Aluminiumoxides. Eine Erhöhung des Kalziumoxidgehaltes auf bis zu 50 % bewirkt eine Verringerung des Schmelzpunktes und der Viskosität der Schlacke. Durch die CaO-Zugabe sinkt der Aluminiumgehalt in der Ferrolegierung und die Reduktionsbedingungen werden verbessert. Aus Abbildung 4-12 ist ersichtlich, dass sich der CaO-Gehalt wesentlich auf den Titangehalt der Ferrolegierung auswirkt [5], [13]. Die Nachteile der CaO-Zugabe liegen darin, dass sich die Charge leicht abkühlt und die Prozessdauer erhöht. Dies führt zu einer Stagnation der Durchsatzleistung [13].

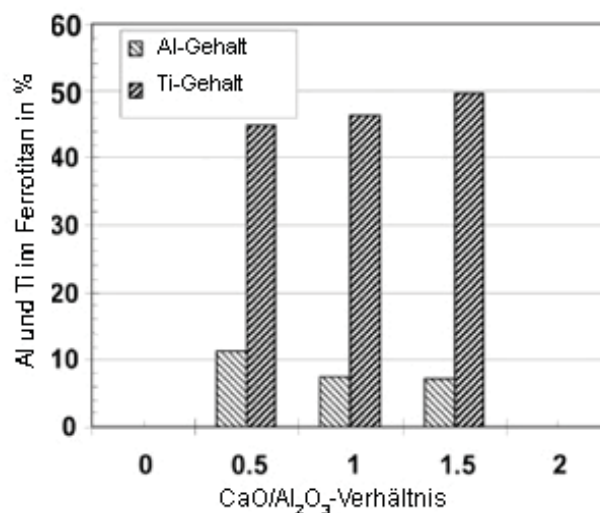


Abbildung 4-12: Einfluss des CaO/Al₂O₃-Verhältnisses auf den Ti- und Al-Gehalt der Ferrolegierung [5]

4.3 Alternativer zweistufiger Prozess

Bei dieser Herstellungsvariante erfolgt im ersten Schritt das Einschmelzen von Ilmenit, Kalk und Anthrazit mittels „electro slag crucible remelting“ (ESCR) Verfahren. Die Reduktion des Eisenoxides führt zu einem Gusseisenbad, auf welchem die Schlacke schwimmt. Die Oxidphase beinhaltet bis zu 90 % TiO_2 . Der Tundish dient zum Trennen der Schlacke vom Gusseisen (siehe Abbildung 4-13). [7]

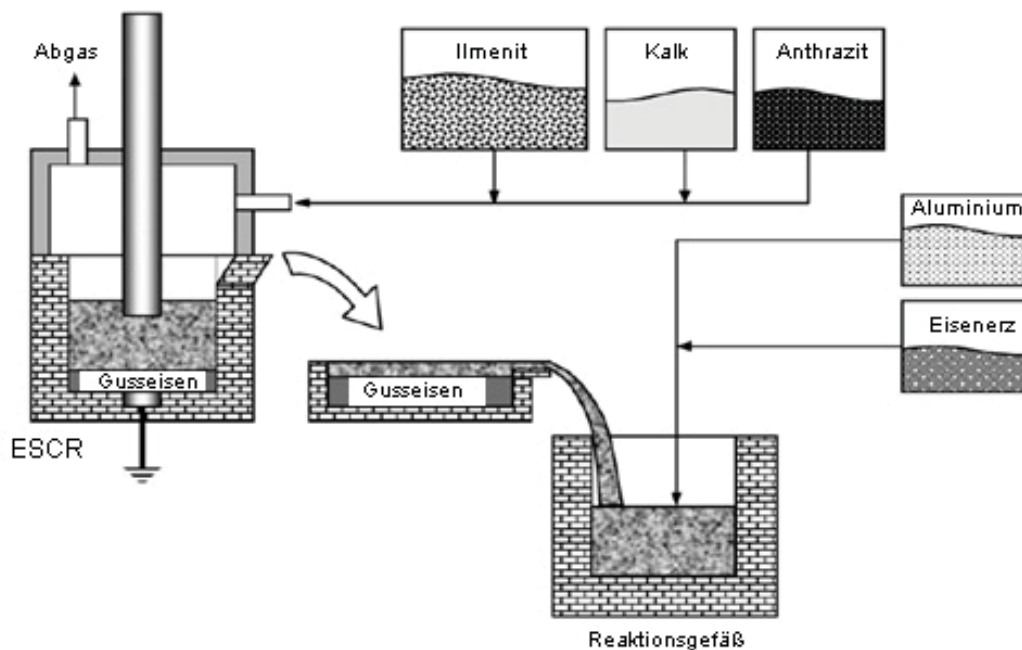


Abbildung 4-13: Ferrotitanproduktion mit flüssiger Schlacke [7]

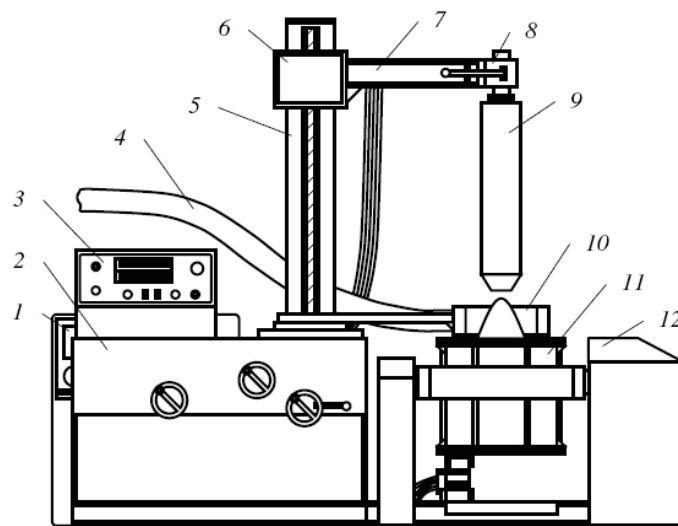
Die flüssige Schlacke fließt in ein Reaktionsgefäß, in welchem Aluminium und Eisenerz zugegeben werden. Die ablaufenden Reaktionen sind zu Beginn von Kapitel 4.2 dargestellt. Durch den Einsatz der flüssigen Schlacke in das Reaktorgefäß und den Start der aluminothermischen Reaktion (ATR) ergeben sich folgende Vorteile [7], [12]:

- Es ist keine Zündermischung notwendig, wodurch der Prozess sicherer wird
- Die erzeugte Legierung besitzt keine Zündermittelreste in der Analyse
- Verbesserung der Reaktionskinetik
- Die metallische Phase ist vor der Umgebung geschützt, da die Schlacke darauf schwimmt, was zu niedrigeren Stickstoff- und Sauerstoffgehalten führt
- Höheres Ti/Al-Verhältnis
- Kein teures Al-Pulver notwendig
- Senkung der Produktionskosten um 10 % gegenüber der herkömmlichen ATR
- Erzeugung der selben Reinheiten wie beim Schmelzen unter Vakuum

Die Gehalte an Stickstoff und Sauerstoff, welche in der Ferrolegierung gelöst sind, betragen 0,001 % und 0,8 %. Im Vergleich dazu werden bei der konventionellen aluminothermischen Reduktion Stickstoffgehalte von 0,12 % und Sauerstoffgehalte von 2,0 % erzielt. [12]

Durch das ESCR-Verfahren ergibt sich ein geringerer Energieverbrauch im Vergleich zur konventionellen ESR-Technologie. Der Schmelzprozess erfolgt in einem mit Feuerfestmaterial ausgekleideten Tiegel. Die Beheizung wird mit nichtabschmelzenden Grafitelektroden durchgeführt. [7]

Durch die Heftigkeit der aluminothermischen Reaktion ist es notwendig, die Schmelzzone abzuschirmen und Sicherheitseinrichtungen zu konstruieren. Diese erfolgt durch die Luftabsaugung oberhalb des Tiegels und durch eine Abdeckung unterhalb von diesem (siehe Abbildung 4-14). [7]



1. Energieversorgung, 2. mechanische und elektrische Regeleinheit, 3. Bedienfeld, 4. Belüftungsrohr, 5. Maschinenständer, 6. Schlitten für den Elektrodenhalter, 7. Stromkabeln, 8. Elektrodenhalter, 9. Elektrode, 10. Lufftrichter, 11. Tiegel, 12. Steuereinheit für das Kippen vom Tiegel.

Abbildung 4-14: Schematische Darstellung des ESCR-Ofen [7]

Nach Sokolov u. a. [7] ergibt sich durch zahlreiche Versuchsreihen eine Vollständigkeit der aluminothermischen Reaktion und ein höherer Titangehalt der Ferrolegierung bei höheren Chargengewichten.

Das Materialflussschema ist in Abbildung 4-15 dargestellt. Der verwendete Ilmenit enthält zirka 63 % Ti und 26 % Fe [7].

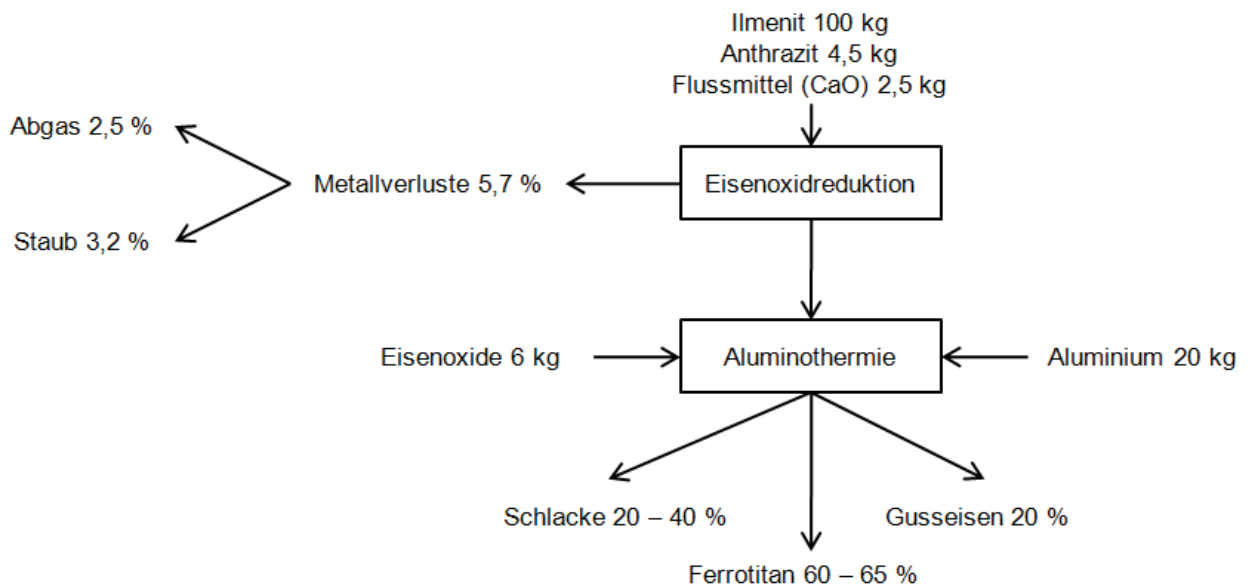


Abbildung 4-15: Materialflussschema und Massenbilanz [7]

Die durch dieses Verfahren erzeugten Legierungen entsprechen in etwa der Standardlegierung FTi35S8 (Zusammensetzungen siehe Tabelle 4-3). [7]

Tabelle 4-3: Chemische Zusammensetzung der erzeugten FeTi-Proben und der Standardlegierung FTi35S8 [7]

Proben- und Chargennummern	Chemische Zusammensetzung in %								
	Ti	Si	V	Mn	Cu	Fe	Al	Cr	C
Schmelze 1									
Probe 1	30,8	3,43	-	1,3	2,0	45,76	15	1,0	1,35
Probe 2	28,10	4,2	-	-	-	46,35	14	-	0,5
Schmelze 2									
Bodenpr. 1	31,14	4,55	0,21	0,53	2,0	53,2	7,5	-	-
Bodenpr. 2	30,0	4,76	0,14	0,2	1,47	56,3	4,5	-	-
Mitte	31,0	4,88	0,13	0,24	1,58	57,2	4,6	-	-
Oben 1	49,9	5,3	0,25	0,52	1,85	31,0	11,7	-	-
Oben 2	42,61	5,86	0,13	0,44	1,63	47,1	1,69	-	-
Schmelze 3									
	25,4	4,3	-	-	-	49,7	14,0	-	-
FTi35S8	> 28	8	1,0	-	3,0	-	14,0	-	0,2

4.4 Herstellung von Ferrotitan durch Umschmelzen

Das System Fe-Ti weist bei 1.085 °C für eine Legierung mit 70 % Titan ein Eutektikum auf. Ausgehend von der aluminothermisch erzeugten Legierung werden unlegierte Titanabfälle

zugegeben. FeTi70 mit 0,1 – 0,6 % Al kann nur aus den beiden reinen Metallen Eisen und Titan hergestellt werden. [1]

Das Umschmelzen erfolgt dabei im Induktionsofen (IFR), Elektroschlackeumschmelzofen (EFR), Vakuumlichtbogenofen (VAR) oder im Vakuuminduktionsofen (VIF). Der Vorteil des IFR-Verfahrens sind die niedrigen Produktionskosten, der niedrige Energieverbrauch, die hohe Durchsatzleistung und die billige Ausrüstung. Dem gegenüber stehen die geringe Titanausbeute und das Schmelzen an Atmosphäre, wodurch der Stickstoff- und Sauerstoffgehalt bei hohen Werten liegen. Die beste Produktqualität wird beim Vakuuminduktionsofen erzielt. [10]

4.5 Verhalten der wichtigsten Elemente

Das Abbrennverhalten von Titan und somit das Ausbringen ist bei jedem Aggregat unterschiedlich und abhängig vom Einsatzmaterial. Das Einbringen von Zinn soll möglichst vollständig vermieden werden, da es sich für die mechanischen Eigenschaften von Stahl sehr negativ auswirkt. Der Gehalt sollte in der Ferrolegierung unter 0,5 % liegen. Der Kohlenstoffgehalt muss ebenfalls sehr niedrig gehalten werden und beeinflusst die nachfolgende Stahlqualität. Bei niedrig gekohlten Ferrolegierungen ist ein Grafitiegel beim Schmelzen zu vermeiden. Aluminium stammt entweder aus dem Einsatzmaterial oder der Feuerfestauskleidung und das Oxid wird bei hohen Temperaturen durch Titan reduziert. Das Al löst sich somit in der Ferrolegierung. Ferrotitan dient beim Stahlherstellungsprozess auch zum Entfernen des Stickstoffes, weshalb der N-Gehalt der Ferrolegierung möglichst gering gehalten werden soll (< 0,2 – 0,5 %). Ab zirka 600 °C beginnt der Stickstoff ins Titan zu diffundieren und bildet höher schmelzende Titanitride. Beim Schmelzprozess dient ein Spülen mit Argon oder das Bilden einer Abdeckschlacke als Abhilfe gegen die Stickstoffaufnahme. [10]

5. Vorbereitungen zu den Versuchsdurchführungen

Vor den eigentlichen Schmelzversuchen waren einige Berechnungen und Vorversuche erforderlich. Für einige der in den nachfolgenden Kapiteln angeführten Versuchsreihen mussten die Eisenerzproben sehr feinkörnig sein. Um dies gewährleisten zu können, war eine Mahlung mit anschließender Siebung auf $< 250 \mu\text{m}$ notwendig. Zu Beginn wurde die Zusammensetzung des Materials durch eine XRF-Analyse und eine XRD-Untersuchung ermittelt. Im Anschluss daran erfolgten Berechnungen mittels HSC 6.1 und FactSage™. Diese betrachten ausschließlich den Gleichgewichtszustand, weshalb die Ergebnisse der Versuche von den theoretisch bestimmten Werten abweichen können. Die ermittelten Daten aus HSC und Factsage waren die Grundlage für die nachfolgenden Schmelzmikroskopversuche. Die Berechnungen bildeten die Basis zur Herstellung der Mischungen der Erzstaubproben mit dem Reduktionsmittel. Das Schmelzmikroskop diente zur Ermittlung des Erweichungsverhaltens bzw. Schmelzpunktes und Sinterpunktes der jeweiligen Mischungen. Die aus dem Schmelzmikroskop behandelten Proben wurden mittels REM analysiert. Durch eine DSC-Untersuchung erfolgte die Bestimmung des Verhaltens der Erzprobe bei bestimmten Aufheizraten.

5.1 XRF-Analyse/EDX-Analyse

Bei der XRF-Analyse (X-ray fluorescence spectroscopy) wird das zu analysierende Material mittels polychromatischer Röntgenstrahlung angeregt und kernnahe Elektronen auf weiter außen liegende Schalen gehoben. Dadurch besteht die Möglichkeit, dass Elektronen aus höheren Energieniveaus zurückfallen. Dabei entsteht Energie in Form von Röntgenfluoreszenzstrahlung, welche gemessen wird. Das Ergebnis einer solchen Untersuchung ist die Identifikation und Konzentration aller in der Probe enthaltenen Elemente ab einer Ordnungszahl von 9 (Fluor). Ein sehr guter Nachweis liegt bei Elementen mit sehr hohen Ordnungszahlen vor. Grundsätzlich existieren verschiedene Bauartvarianten bezüglich der Anregung und Auswertung, welche auf spezielle Anwendungszwecke abgestimmt sind. [17]

Beim EDX-Verfahren (Energy Dispersive X-ray Analysis) trifft der Elektronenstrahl mit einer Energie von 120 keV auf die Probe. Durch Wechselwirkungen zwischen Elektronen und der Probe werden Röntgenstrahlen freigesetzt. Die Röntgenstrahlung ist elementspezifisch, da unterschiedliche Elemente eine unterschiedliche Energie erzeugen. Dies ist der Grund, weshalb die Möglichkeit besteht, Spektren aufzunehmen, in denen die einzelnen Elemente in Form von Peaks erscheinen, deren Fläche mit dem Elementanteil korreliert ist. Zur Aufnahme bzw. zur Messung der Röntgenstrahlung dient ein Si-Detektor. [17], [18]

In einem EDXRF (energy dispersive X-Ray fluorescence spectrometer) und WDXRF (wave dispersive X-Ray fluorescence spectrometer) wird die Anregung der Probe durch Röntgenstrahlen erreicht. Der Unterschied dieser beiden Verfahren liegt in der Messung der emittierten Strahlung. Bei der ersten Methode erfolgt die Detektion wie beim EDX. Beim WDXRF-Verfahren beugt sich die emittierte Strahlung in einem Analysatorkristall. Durch die elementspezifische Beugung ist es möglich, das Element qualitativ und quantitativ zu bestimmen. [17], [19], [20]

Als Strahlungsquelle dient eine Röntgenröhre, wobei eine Anode mit einem Elektronenstrahl beschossen wird. Dadurch entsteht Röntgenstrahlung, welche die Röhre über ein Berylliumfenster verlässt. [17]

Durch die Röntgenfluoreszenzanalyse ist keine Aussage über die tatsächlich vorliegenden Phasen möglich. Es wird die Zusammensetzung nach dem Anteil der Elemente im Erzstaub ermittelt.

5.2 XRD-Analyse

Die Röntgendiffraktometrie liefert Informationen über die Kristallstruktur, kristalline Defekte oder mechanische Spannungen im mikroskopischen Bereich. Die Phasenanalyse zur Bestimmung der Bestandteile in Kristallgemengen ist eines der wichtigsten Einsatzgebiete.

Die Primärstrahlung trifft auf die Probenoberfläche und regt die Elektronen der beteiligten Atome zu harmonischer Schwingung an. Dabei wird eine Sekundärstrahlung mit der Frequenz der anregenden Strahlung emittiert. Die Röntgenstrahlung besitzt eine Wellenlänge von 1 pm bis 10 nm, welches dem Abstand der Atome in Kristallen entspricht, wodurch diese Kristalle wie ein dreidimensionales Beugungsgitter wirken. In Kristallen liegen die Atome in regelmäßigen Abständen vor. Es kommt daher zu Interferenzerscheinungen, welche je nach Richtung entweder konstruktiv oder destruktiv sind. Dadurch ist aus dem gemessenen Bild die Kristallstruktur bestimmt. [21]

Durch die XRD-Analyse können alle möglichen Phasen in Betracht gezogen werden. Über ein Programm, welches Zugriff auf spezielle Datenbanken besitzt, erfolgt die Auswertung. Diese resultiert aus dem Vergleich der Peaks der einzelnen Phasen in den in Abbildung 14-1 und Abbildung 14-2 in Anhang I und II dargestellten Diagrammen. Das Programm schlägt für jede einzelne Phase ein Linienspektrum vor und muss mit dem ermittelten Spektrum verglichen werden. Stimmen diese beiden überein, dann liegt die Substanz in der Erzprobe vor. Dieses Auswerteverfahren ist nicht unproblematisch, da die Linien in den Abbildungen sehr nieder sind und knapp beieinander liegen. Dadurch besteht eine leichte Verwechslungsgefahr.

5.3 Berechnungen mit HSC 6.1 und Factsage™ 6.0

FactSage™ 6.0 ist eines der größten Berechnungssysteme für die chemische Thermodynamik mit vollintegrierten Datenbanken. Dieses Programm hat ein vielseitiges Anwendungsgebiet im Bereich der Forschung, Pyrometallurgie, Hydrometallurgie, Elektrometallurgie, Korrosion, Verbrennung und Geologie. Die Datenbanken enthalten eine Vielzahl an Komponenten, wie Metalle, flüssige und feste Lösungen, Salzlösungen und wässrige Lösungen. FactSage greift automatisch auf diese Datenbanken zu, um die Bedingungen für Mehrphasen- und Multikomponentensysteme unter Gleichgewichtsbedingungen mit Berücksichtigung bestimmter Gesetzmäßigkeiten zu berechnen. Der Output liegt in tabellarischer oder grafischer Form vor. [22]

HSC 6.1 ist ein Berechnungs- und Analyseprogramm für thermodynamische Parameter von chemischen Reaktionen und Prozessen. Ermittelt werden Enthalpie, Entropie, Wärmekapazität, elektrochemische Zellgleichgewichte, Wärmeverluste, Wärme- und Stoffbilanzen und Gleichgewichtszusammensetzungen. Zusätzlich besteht die Möglichkeit einer einfachen Darstellung von Gibbs-Energie-, Eh-pH- und Phasenstabilitätsdiagrammen. [23]

Die folgenden Berechnungen wären ausschließlich mit HSC 6.1 auch durchführbar, jedoch berücksichtigt dieses nur ideales Verhalten von Lösungen. Dies führt bei Kalkulationen von komplexen Systemen, insbesondere Schlackensystemen, zu erheblichen Abweichungen bei den Ergebnissen. FactSage™ 6.0 bietet die Möglichkeit nicht-ideale Systeme zu berechnen. Um über das Reaktionsverhalten der Erzproben bei höheren Temperaturen mit einem Reduktionsmittel Aussagen treffen zu können, erfolgten Berechnungen mit beiden Softwarepaketen.

In FactSage wurden nach der Bestimmung der möglicherweise auftretenden Phasen in einem Temperaturbereich von 1.500 – 1.800 °C die optimalen Mengen an Reduktionsmittel ermittelt. Anschließend erfolgte eine grafische Darstellung bei einer für die nachfolgenden Prozesse optimalen Temperatur über die Reduktionsmittelmenge. Aus FactSage stammen weiters die Daten zur Bestimmung der Verhältnisse FeO/FeO_x und $\text{Ti}_2\text{O}_3/\text{TiO}_x$, sowie die Aufkohlung des Metalls und der Anteil an CO im Abgas. Mit den Verteilungszahlen (Schlacke/Metall/Gas) und den zuvor genannten Werten erfolgte die Berechnung einer Massen- und einer Energiebilanz in HSC. Durch das Vergleichen mit der Literatur wurde der Temperaturbereich von 1.000 – 1.500 °C festgelegt. Die optimale Wasserstoffmenge liegt bei zirka 285 l H_2 /1.000 g Eisenstaub.

Die Massenbilanz gibt Auskunft über Einsatzmengen, Bedarf an Reduktionsmittel und erhaltenen Mengen an Metall, Schlacke und Abgas. In der Energiebilanz wurden der theoretische Energiebedarf, sowie jegliche Reaktionswärmen und Wärmeinhalte von

Schlacke, Abgas und Metall ermittelt. Zusätzlich erfolgte die Berücksichtigung von Wärmeverlusten.

5.4 Schmelzmikroskopversuche

Das zur Beurteilung des zeit- und temperaturabhängigen Formänderungsverhaltens von Mehrphasensystemen verwendete Erhitzungsmikroskop unterliegt der Norm DIN 51730. Solche Systeme sind z. B. Schlacken, mineralische Roh- und Werkstoffe. Durch die Abhängigkeit des Formänderungsverhaltens von der Zeit und der Temperatur können Aussagen über den Sinterverlauf, Dehnungs- und Schwindungsverhalten, Sinterbeginn, Erweichen, Schmelzverhalten und das Benetzungsverhalten getroffen werden. Das Schmelzverhalten ist durch folgende Temperaturangaben bestimmt [24], [25]:

- Erweichungstemperatur: durch leichtes Abrunden der Kanten gekennzeichnet
- Sphärischtemperatur: die Probe besitzt eine kugelähnliche Form
- Halbkugeltemperatur: der Versuchskörper hat eine halbkugelähnliche Form
- Fließtemperatur: hier ist der Probekörper auf ein Drittel der Höhe, die er bei der Halbkugeltemperatur hatte, auseinandergeflossen
- Erweichungsbereich: liegt zwischen Halbkugeltemperatur und Erweichungstemperatur
- Schmelzbereich: liegt zwischen Fließtemperatur und Halbkugeltemperatur

Die genauen Definitionen sind der Norm DIN 51730 zu entnehmen. Es existieren drei unterschiedliche Verfahren zur Erfassung und Auswertung des zeit- und temperaturabhängigen Formänderungsverhaltens [24], [25]:

- Visuelle Verfolgung
- Halbautomatische zeit- und temperaturabhängige Dokumentation des Formänderungsverhaltens durch fotografische Bildserien
- Durch den Einsatz von Videosystemen aufgezeichnete temperatur- und zeitabhängiges Formänderungsverhalten

Das Schmelzmikroskop setzt sich aus einem elektrisch beheizten Rohrofen mit Probenhalter, der Vorrichtung zum Beobachten und der Registrierung mittels fotografischer Aufnahmen bzw. Videoaufnahmen und einer Lichtquelle zusammen. Diese Teile sind auf einer optischen Bank angeordnet. Der Ofen selbst hat einen Innendurchmesser von zirka 19 mm und ist mit einer Edelmetallwicklung ausgestattet. Dieser Draht ist für über 1.500 °C ausgelegt. Das Aufheizen erfolgt selbständig über ein Steuergerät. Die Beobachtungs- und

Aufnahmeeinrichtung besteht aus einem Mikroskop mit einem feststehenden Okular. Zur Temperaturmessung sind Pt-Rh-Thermoelementpaare vorhanden. [24], [25]

Da die Proben für diese Versuche sehr klein sind (zirka 2 g), erfolgte das Mahlen des Erzstaubes in einer Mühle mit anschließender Siebung bei einer Maschenweite von 250 µm. Durch das Anfeuchten des Feingutes ist eine Formstabilität des anschließend gefertigten Probekörper gewährleistet. Die für die Herstellung des Formkörpers notwendige Apparatur besteht aus drei sich gegenseitig verschiebbaren Metallplättchen, wobei die obere und mittlere Platte eine Bohrung besitzen. Der Erzstaub wird mittels Federdruck-Handpresse in die zylindrische Form gebracht und anschließend dem Heizraum des Ofens zugeführt.

Im Rohofen kann mit Argon, Wasserstoff, Kohlendioxid, Luft oder Stickstoff gespült werden. Der Ofen riegelt bei 1.750 °C ab bzw. dann, wenn die Fließtemperatur erreicht ist. Die Aufheizraten variierten bei den einzelnen Versuchen.

Zu Beginn der Versuche unter Stickstoffatmosphäre ohne Reduktionsmittel betragen diese bis 1.200 °C 60 K/min und von hier bis zum Erweichen 5 K/min. Bei der Reduktion mit Wasserstoff erfolgte beim ersten Experiment das Aufheizen ebenfalls mit 60 K/min bis 1.200 °C, im zweiten Versuch bis 500 °C, da der Sinterbeginn wesentlich niedriger liegt, als bei den unter Stickstoffatmosphäre behandelten Proben. Das Aufheizen bis zum Ende des Versuches erfolgte mit einer Heizrate von 5 K/min. Bei den Kohlenstoffversuchen lagen die Heizraten bis 700 °C bei 60 K/min und anschließend bis 1.750 °C bei 5 K/min.

Ebenfalls sollten die Schmelzmikroskopversuche bei einer Beimengung von Kohlenstoff als Reduktionsmittel zur Untersuchung dienen. Zwei verschiedene Reduktionsarten kamen zur Anwendung:

1. Reduktion der gesamten Oxide im Erzstaub
2. Ausschließlich Eisenreduktion

Die mittels HSC berechneten stöchiometrischen Werte sind auf 10 g Erzstaub bezogen und der Tabelle 5-1 zu entnehmen.

Tabelle 5-1: Reduktionsmittelmengen Probe 1

Nr.	Kohlenstoffmenge [g]	Faktor	Zugabemenge Kohlestaub [g]
1	2,20	1,22	2,68
2	1,53	1,22	1,87

Diese Tabelle enthält die Nummerierung der zuvor aufgelisteten Anwendungen der Mischungsverhältnisse. Der Faktor ergibt sich aus dem C-Gehalt (82 %) des Reduktionsmittels. Die Mengen an Kohlenstoff wurden mit jeweils 10 g Erzstaub gut

vermischt. Ebenso erfolgte die Ermittlung der Reduktionsmittelmengen für das Erz Nummer 2 (siehe Tabelle 5-2).

Tabelle 5-2: Reduktionsmittelmengen Probe 2

Nr.	Kohlenstoffmenge [g]	Faktor	Zugabemenge Kohlestaub [g]
1	2,09	1,22	2,55
2	1,57	1,22	1,92

Die Zusammensetzung des Reduktionsmittels ist aus Tabelle 5-3 ersichtlich. Die Nummern von 1 – 6 sind unterschiedlichen Analysen desselben Materials. Der Mittelwert wurde ermittelt und für die Berechnungen herangezogen.

Tabelle 5-3: Zusammensetzung des Kohlestaubes

Nr.	Wasser [%]	Asche(SiO ₂) [%]	C [%]	H [%]	N [%]	S [%]	Na ₂ O [%]	K ₂ O [%]
1	0,26	7,04	81,41	4,84	1,26	0,51	0,06	0,06
2	0,17	6,70	81,93	4,86	1,27	0,55	0,06	0,06
3	0,57	6,86	82,12	4,90	1,26	0,65	0,06	0,06
4	0,40	7,43	81,80	5,13	1,21	0,56	0,07	0,07
5	0,26	6,34	82,35	4,78	1,28	0,63	0,06	0,06
6	0,15	6,31	82,21	4,85	1,29	0,69	0,07	0,07
Summe	1,81	40,68	491,82	29,36	7,57	3,59	0,38	0,38
Mittelwert	0,30	6,78	81,97	4,89	1,26	0,60	0,06	0,06

5.5 DSC-Analyse

Das DSC-Verfahren dient zur Messung von abgegebener bzw. aufgenommener Wärmemenge einer Probe bei isothermer Arbeitsweise, Aufheizung oder Abkühlung und liefert Informationen über Ausscheidungen und Ausscheidungskinetik. Dieses Verfahren gibt eine qualitative und quantitative Auskunft über die einzelnen ausgeschiedenen Phasen. Das Volumen der Ausscheidungen und die Reaktionen im festen Zustand können aus den DSC-Kurven ermittelt werden. [26]

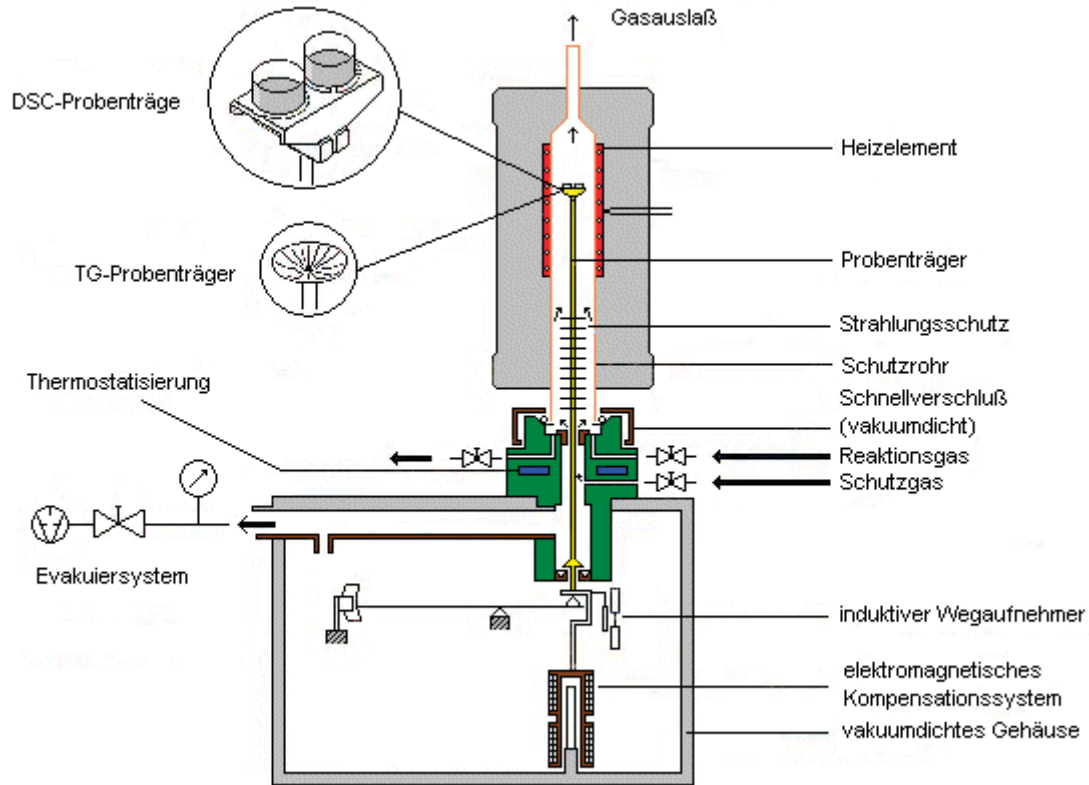


Abbildung 5-1: Aufbau und Funktionsweise einer DSC-Anlage

Eine eingewogene Menge (142,9 mg) an Erzstaub der Probe 1 wurde in einen der beiden DSC-Tiegel (siehe Abbildung 5-1) gegeben, der andere blieb leer. Beide waren derselben Temperatur ausgesetzt. Anschließend erfolgte der Start des Aufheizprogramms. Durch den Temperaturanstieg laufen exotherme bzw. endotherme Prozesse ab, welche im Vergleich zum leeren Tiegel Temperaturänderungen verursachen. Es wurde sowohl der Gewichtsverlust in Prozent, als auch die abgegebenen bzw. aufgenommenen Wärmemengen in mW/mg ermittelt. Die Heizrate betrug 10 K/min, die Durchflussrate 40 ml N₂/min und die Temperatur 1.450 °C.

5.6 REM-Analyse

Mit einem Rasterelektronenmikroskop ist es möglich, eine Probenoberfläche sehr fein abzurastern. Die Vergrößerung kann bis zum 100.000-fachen betragen und eine Auflösung ist im Nanometerbereich (jener großer Moleküle) möglich. Bei nicht leitenden Materialien muss die Oberfläche durch Aufdampfen eines Metallfilmes (z. B. Gold) leitend gemacht werden. [28]

Durch eine Glühkathode, welche aus Wolfram besteht, werden Elektronen emittiert und diese durch ein elektromagnetisches Feld beschleunigt. Elektromagnetische Spulen verkleinern diesen Strahl. Dieser tastet über Ablenkspulen zeilenförmig die Oberfläche der Probe ab. Der gesamte Prozess des Mikroskopierens findet im Hochvakuum statt [28]. Die Größe des abgerasterten Probenbereichs bestimmt die Vergrößerung. Das zu untersuchende Material ist auf einem beweglichen Tisch angeordnet. Das Auftreffen des Elektronenstrahls bewirkt einen Sekundärelektronenstrahl. Dieser wird durch ein Szintillator-Photomultipliersystem zuerst zu einem optischen und dann zu einem elektrischen Signal verarbeitet. Dieses steuert Helligkeit und Kontrast einer Bildröhre. Durch Ablenkung des Schreibstrahls der Röhre entsteht ein Bild. [27]

Die mit dem REM analysierten Proben wurden zuvor im Schmelzmikroskop mit Wasserstoff hergestellt. Nach dem Einbetten und Schleifen erfolgte das Sputtern mit Gold, um eine leitfähige Oberfläche zu gewährleisten. Die dabei verwendete Schleifscheibe besaß eine Körnung von 1.200 und die Polierscheibe eine Rauigkeit von 3 µm. Nach dem Aufdampfen erfolgte die REM-Analyse.

6. Ergebnisse aus den Vorversuchen

Um den Charakter der Erzstaubproben so gut als möglich zu bestimmen, wurden zahlreiche Vorversuche durchgeführt. Die Ergebnisse aus diesen sind im Rahmen dieses Abschnittes dargestellt.

6.1 XRF- und XRD-Analyse

Aus den exakten Ergebnissen der Röntgenfluoreszenzanalysen (siehe Tabelle 14-19 und Tabelle 14-20 im Anhang) ist ersichtlich, dass die Zusammensetzung nur geringfügig voneinander abweicht. Vor allem die für die Hauptversuchsreihen wichtigen Fe- bzw. Ti-Gehalte liegen bei den beiden Erzstaubproben sehr nahe beieinander (47,60 % und 48,97 % Eisen bzw. 6,81 % und 7,45 % Titan). Die wichtigsten Komponenten und deren Elementgehalte sind in Tabelle 6-1 dargestellt.

Tabelle 6-1: Zusammensetzung von Erzstaub 1 und 2

Oxid	Gehalt im Erzstaub 1 [%]	Gehalt im Erzstaub 2 [%]	Element	Gehalt im Erzstaub 1 [%]	Gehalt im Erzstaub 2 [%]
Fe ₂ O ₃	68,05	70,01	Fe	47,60	48,97
TiO ₂	11,35	12,42	Ti	6,81	7,45
SiO ₂	6,95	5,42	Si	3,25	2,53
Na ₂ O	5,21	4,39	Na	3,86	2,85
Al ₂ O ₃	4,72	5,38	Al	2,50	3,26

Diese Analysen bildeten die Grundlagen für die nachfolgenden Berechnungen mittels HSC 6.1 und FactSage™.

6.2 HSC- und FactSage-Berechnungen

Jene Daten, welche aus FactSage™ stammen, sind in den HSC-Bilanzen rot dargestellt, die selbst eingegebenen Werte blau, jene, welche aus dem HSC-Programm erhalten wurden, grün und die berechneten schwarz (siehe Tabelle 14-1 bis Tabelle 14-18 in Anhang III – XVIII). In der Massenbilanz ist die Analyse bezogen auf 1.000 kg Einsatzmaterial abgebildet. Ebenso erfolgte die Berechnung der Reduktionsmittelmenge und einer Metall-, Schlacken- und Abgasbilanz. In den Energiebilanzen sind sowohl der Energieinput (bei 25 °C), als auch der -output (bei 1.600 °C) dargestellt. Dies ist für Staub 1 aus Tabelle 14-4 bis Tabelle 14-9 in Anhang VI – X bzw. für Staub 2 aus Tabelle 14-13 bis Tabelle 14-18 in Anhang XIV – XVIII zu entnehmen.

6.2.1 Reduktion mit Wasserstoff

Zu Beginn der Berechnungen erfolgte die Ermittlung des Verhaltens von Erzstaub 1 bei unterschiedlichen Temperaturen bei der Reduktion mit einer stöchiometrischen Menge an Wasserstoff (siehe Abbildung 14-3 im Anhang XIX und Abbildung 6-1). Die betrachtete Temperaturspanne lag zwischen 1.000 und 1.500 °C. Nach diesen Gleichgewichtsberechnungen zufolge nimmt die Menge an Titandioxid in der Schlacke bei 1.075 °C stark zu, während die FeO-TiO₂-Phase stark abnimmt. Von hier an bleibt der Titandioxidgehalt annähernd konstant. Ab zirka 1.235 °C beginnt sich die Schlacke weiter mit Titanoxid anzureichern. Flüssiges Eisen tritt ab 1.410 °C auf. Weiters formen Elemente wie Silizium, Aluminium und Natrium Oxide, welche die Schlackenphase bilden.

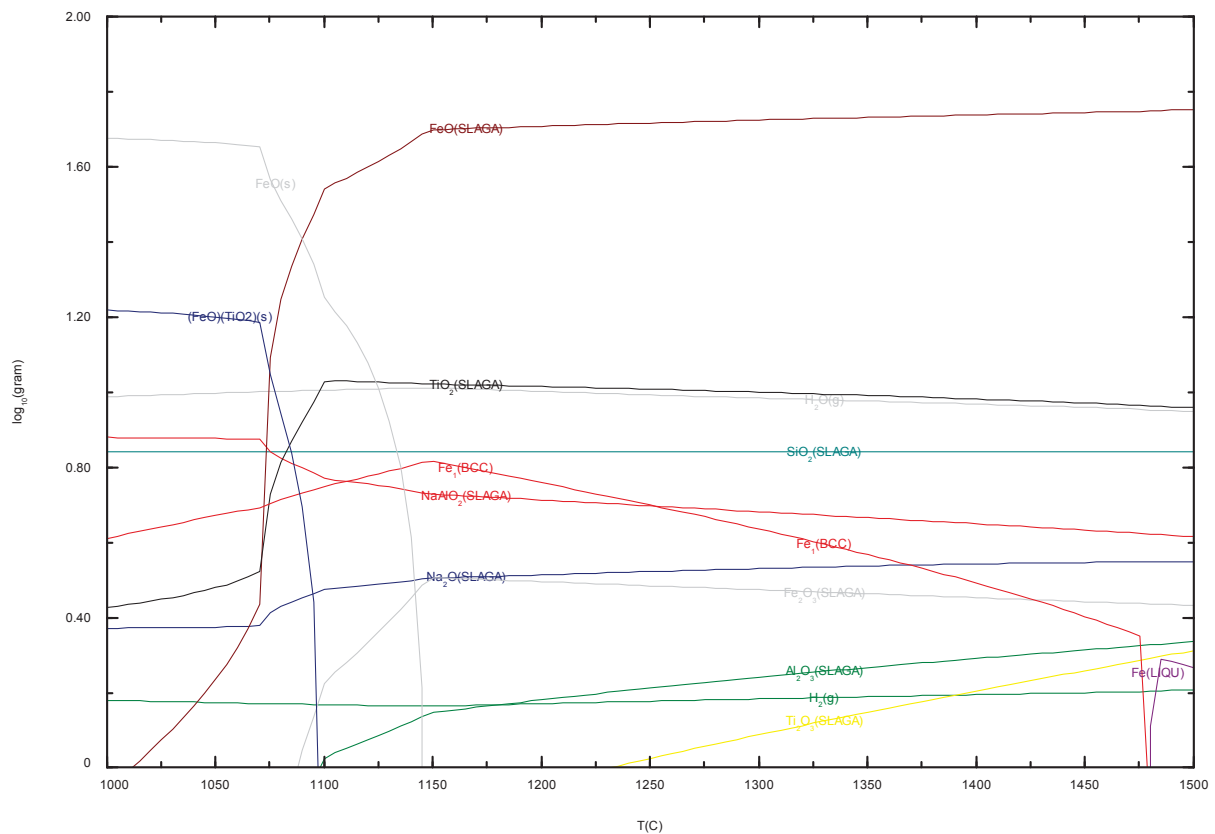


Abbildung 6-1: Mit Facsage ermitteltes Diagramm der stöchiometrisch mit Wasserstoff behandelten Probe 1

In Abbildung 14-4 (Anhang XX) ist die Reduktion von Erzstaub 1 mit einer überstöchiometrischen Menge an Wasserstoff von 1.000 bis 1.500 °C dargestellt. Es herrscht eine gewisse Ähnlichkeit zu der vorigen Darstellung, allerdings sind einige Phasenbildungen bzw. die Abnahme bestimmter Phasen zu anderen Temperaturen verschoben. Eine eklatante Abnahme der Eisentitanoxide erfolgt erst bei 1.200 °C. Am meisten TiO₂ in der Schlacke wird bei 1.250 °C erhalten, wobei sich Ti₂O₃ erst ab 1.300 °C anreichert.

Zusätzlich erfolgte die Ermittlung des Verhaltens der Erzstaubprobe 1 bei unterschiedlichen Wasserstoffgehalten und Temperaturen. In Abbildung 14-5 (Anhang XXI) ist das Verhalten unterschiedlicher Elemente vom Erzstaub 1 bei 1.000 °C dargestellt. Der Wasserstoffgehalt reicht hier von unter- bis überstöchiometrisch. Es ist ersichtlich, dass sich die Eisenoxide Hämatit und Magnetit auch schon bei geringeren Mengen an Wasserstoff bei der betrachteten Temperatur reduzieren lassen. Nachdem bei 1.000 °C kein flüssiges Eisen vorhanden ist, eine Reduktion von dessen Oxiden allerdings stattfindet, liegt das Fe seiner kubisch flächenzentrierten Form (γ -Eisen) vor. Der Titanoxidgehalt in der Schlacke fällt zu Beginn ab, bleibt allerdings anschließend konstant.

Wird die Temperatur erhöht, dann verändert sich der Zeitpunkt der Ausbildung verschiedenster Phasen (siehe Abbildung 14-6, Anhang XXII). Bei 1.200 °C erfolgt, ebenso wie bei 1.000 °C, die Reduktion von Hämatit sowie Magnetit bei geringen Wasserstoffgehalten. Im unterstöchiometrischen Bereich steigt der Anteil an Titandioxid in der Schlacke an und bleibt bis in den stark überstöchiometrischen konstant. Bei einer Menge an Wasserstoff, welche in etwa der vierfachen stöchiometrischen Menge für eine vollständige Reduktion entspricht, fällt der TiO_2 -Gehalt der Schlacke wieder ab. In diesem Bereich tritt ein Eisen-Titanspinell auf.

In Abbildung 14-7 (Anhang XXIII) sind die Phasenausbildungen bei der Reduktion vom Erzstaub 1 bei 1.400 °C dargestellt. Hier ist ersichtlich, dass sich ab dieser Temperatur die erste flüssige Eisenphase ausbildet. Der TiO_2 -Gehalt bleibt annähernd über den gesamten variierten Wasserstoffbereich konstant. Im unterstöchiometrischen Bereich bildet sich langsam Ti_2O_3 aus, welches ab einem stöchiometrischen Wasserstoffgehalt konstant bleibt. Mit zunehmender Menge an H_2 steigt auch der Anteil an metallischem Eisen.

Aus Abbildung 14-8 (Anhang XXIV) ist ersichtlich, dass bei der Wasserstoffreduktion bei 1.600 °C flüssiges Eisen entsteht. Je größer die Menge an H_2 ist, desto höher ist auch der Anteil an flüssigem Eisen. Der Verlauf der TiO_2 -Linie ist jener bei 1.400 °C sehr ähnlich. Die Ausbildung von Ti_2O_3 in der Schlacke erfolgt ebenso schon im unterstöchiometrischen Bereich. Der Anteil ist jedoch wesentlich höher, als bei niedrigeren Temperaturen.

Dieselbe Berechnungsreihe erfolgte für den Erzstaub 2. In Abbildung 14-9 (XXV) ist die Reduktion mit einer stöchiometrischen Menge an Wasserstoff bei Temperaturen von 1.000 – 1.500 °C dargestellt. Durch den Vergleich mit den Darstellungen des Erzstaubes 1 ist ersichtlich, dass der Verlauf der meisten Kurven sehr ähnlich ist. Dies war aufgrund der annähernd identischen Zusammensetzung der Erzstäube auch zu erwarten.

Abbildung 14-10 (Anhang XXVI) zeigt in Form von Kurvenverläufen die Ausbildung verschiedenster Phasen bei überstöchiometrischen Bedingungen. Wieder ist eine Ähnlichkeit mit jenen von Erzstaub 1 gegeben. Die Ausbildung von Ti_2O_3 erfolgt schon ab 1.240 °C. Das Maximum an TiO_2 in der Schlacke befindet sich bei 1.225 °C. In Abbildung 14-11

(Anhang XXVI) liegt das Maximum des Titandioxidgehaltes in der Schlacke im unterstöchiometrischen Bereich. Bei Erhöhung der Wasserstoffmenge sinkt dieser leicht ab. Bei höheren H_2 -Anteilen liegt ein starker Abfall an TiO_2 in der Schlacke vor. In diesem Bereich erniedrigt sich auch der FeO-Anteil der Schlacke. Die Reduktion von Hämatit und Magnetit findet auch schon bei 1.000 °C bei niedrigen Wasserstoffgehalten statt.

Wie zu erwarten war ist auch der Kurvenverlauf von Erzstaub 2 bei der Reduktion bei 1.200 °C ähnlich jenem vom Staub 1 (siehe Abbildung 14-12, Anhang XXVIII). Mit zunehmender Wasserstoffmenge sinkt der Anteil der Eisenoxide, während jener von metallischem Eisen ansteigt. Der Titandioxidgehalt in der Schlacke steigt bei niedrigen Wasserstoffgehalten stark an und bleibt anschließend über die gesamte Wasserstoffbandbreite annähernd konstant. Ist die Wasserstoffmenge sehr groß, dann bildet sich der Eisentitanspinell. Interessant ist bei der Reduktion von Erzstaub 2, dass bei 1.200 °C kein Al_2O_3 entsteht.

Bei Temperaturerhöhung auf 1.400 °C bildet sich wieder eine Ti_2O_3 -Phase (siehe Abbildung 14-13, Anhang XXIX). Im Gegensatz zu Erzstaub 1 kann festgestellt werden, dass dort flüssiges metallisches Eisen auftritt, und beim Staub 2 nicht. Der Titandioxidgehalt der Schlacke ist über die gesamte Wasserstoffbandbreite annähernd konstant. Die Oxidphase setzt sich aus Verbindungen vom Natrium, Aluminium, Eisen, Silizium und verschiedenen Titanoxiden zusammen. Liegt eine weitere Temperaturerhöhung auf 1.600 °C vor, dann steigt ab der stöchiometrischen Menge an Wasserstoff der Anteil an flüssigem Eisen an (siehe Abbildung 14-14, Anhang XXX). Der Ti_2O_3 -Anteil der Schlacke ist höher als bei niedrigeren Temperaturen. Im Vergleich zu 1.400 °C variiert die Zusammensetzung der Schlacke nur geringfügig.

6.2.2 Reduktion mit Kohlenstoff

Ebenso wie bei der im Kapitel 6.2.1 beschriebenen Reduktionen mit H_2 erfolgten auch hier Berechnungen mit FactSage™. Als Reduktionsmittel diente Kohlenstoff. Aufgrund von Literaturdaten lag der Berechnungsrahmen im Temperaturbereich von 1.500 bis 1.800 °C. Titanoxide sind sehr hochschmelzend und lassen sich erst bei sehr hohen Temperaturen durch Kohlenstoff reduzieren (siehe Kapitel 4.1). Um eine gute Separierung zwischen dem Roheisen und der titanreichen Schlacke zu erreichen, muss die Viskosität der Schlacke und somit die Schmelztemperatur richtig eingestellt werden.

Abbildung 14-15 (Anhang XXXI) und Abbildung 6-2 zeigen die Berechnung der Reduktion mit einer stöchiometrischen Menge an Kohlenstoff von Erzstaub 1 bei verschiedenen Temperaturen. Bei 1.500 °C liegt das Eisen im flüssigen Zustand vor. Das in der Schlacke vorhandene Titanoxid setzt sich aus Ti_2O_3 und TiO_2 zusammen, der Mengenanteil dieser Phasen ist aber nur wenig von der Temperatur abhängig. Die Menge an Titantrioxid bleibt

konstant. Der Gehalt vom Dioxid nimmt bei einer Temperaturerhöhung von 1.500 °C auf 1.600 °C leicht zu und bei einer weiteren Steigerung wieder ab. Die Schlacke setzt sich anders zusammen als bei den Wasserstoffreduktionsversuchen. Wiederum sind Aluminium-, Titan- und Natriumoxide enthalten. Siliziumoxid wird reduziert und das metallische Silizium löst sich im Eisenbad. Bis zirka 1.525 °C sind Natriumoxide existent.

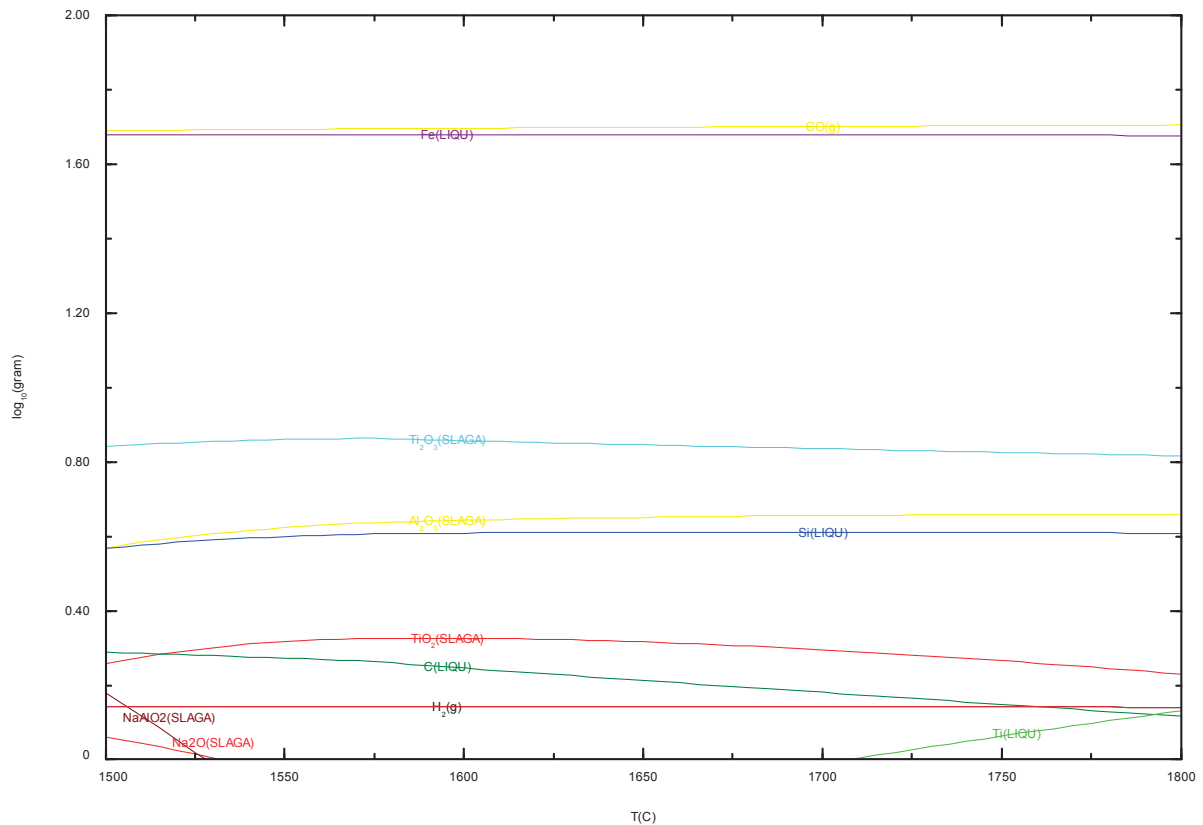


Abbildung 6-2: Mit Factsage ermitteltes Diagramm der mit stöchiometrischem Kohlenstoffgehalt behandelten Probe 1

Ebenso ist aus der Abbildung 14-15 ersichtlich, dass „flüssiger Kohlenstoff“ vorhanden ist. Hierbei ist die Aufkohlung des flüssigen Eisens gemeint, was für diesen Prozess eine wesentliche Rolle spielt. Der Wasserstoff entsteht aus dem Kohlenstaub, welcher mit der in Tabelle 5-3 dargestellten Zusammensetzung zugegeben wurde. Ab 1.710 °C entsteht flüssiges Titan, welches sich im Roheisen sammelt. Abbildung 14-16 (Anhang XXXII) zeigt eine Berechnung unter Variation des Kohlenstoffgehaltes. Die Zugabemenge lag im unterstöchiometrischen Bereich und wurde so kalkuliert, dass diese ausschließlich für die Eisenreduktion ausreicht. Das Eisen liegt aufgrund der Aufkohlung über den gesamten Temperaturbereich flüssig vor. Die Zusammensetzung der Schlacke veränderte sich folgendermaßen: Die Menge an TiO₂ in der Oxidphase steigt mit zunehmender Temperatur leicht an, während der Gehalt an Ti₂O₃ relativ autark von dieser ist. Hier liegt auch Siliziumdioxid in der Schlacke vor. Weiters sind Natrium-, Natriumaluminium- und

Aluminiumoxid vorhanden. Abbildung 14-17 (Anhang XXXIII) zeigt die Reduktion von Erzstaub 1 bei 1.500 °C und unterschiedlichen Kohlenstoffgehalten. Es ist ersichtlich, dass die Reduktion von Fe_2O_3 bei Anwesenheit von geringen Mengen an Kohlenstoff sofort einsetzt. Die Ausbildung von flüssigem Eisen ist interessant, da es bereits im stark unterstöchiometrischen Bereich auftritt. Diese Kurve fällt allerdings sehr steil wieder ab, sinkt auf null und steigt bei höheren Kohlenstoffgehalten wieder stark an. Dieser Anstieg findet dort statt, wo die Menge an Kohlenstoff exakt ausreicht, um das gesamte Eisen zu reduzieren. Eine Reduktion zu metallischem Eisen findet schon im unterstöchiometrischen Bereich statt, allerdings handelt es sich hierbei um eine Festkörperreduktion. Ebenso sinkt der Gehalt an FeO in der Schlacke mit zunehmendem Kohlenstoffgehalt. Die Schlacke setzt sich wiederum aus einer Reihe von Oxiden zusammen, wobei sich die Gesamtmenge mit der Variation des Kohlenstoffes verändert. Der Titandioxidgehalt der Schlacke sinkt bei niedrigen C-Gehalten zunächst leicht und fällt im Bereich der Bildung von flüssigem Eisen stark ab. Konträr zum TiO_2 verhält sich das Ti_2O_3 . Mit zunehmender Kohlenstoffmenge steigt der Anteil an Titantrioxid in der Schlacke. Ab einer stöchiometrischen Zugabemenge an Kohlenstoff bildet sich auch TiC aus, welches allerdings zu vermeiden ist. Bei Temperaturerhöhung auf 1.600 °C (siehe Abbildung 14-18, Anhang XXXIV) bildet sich flüssiges Eisen bereits bei geringen Mengen an Kohlenstoff. Die Reduktion von Hämatit findet wiederum bereits bei sehr niedrigen Gehalten an Kohlenstoff statt. Das Verhalten der Titanoxide entspricht jenem bei 1.500 °C. Nahe dem stöchiometrischen Gehalt an Kohlenstoff löst sich dieser im flüssigen Eisen. Es bildet sich Titankarbid aus, welches in fester Form vorliegt. Auch bei 1.700 °C ist das Verhalten der Titanoxide ähnlich (siehe Abbildung 14-19, Anhang XXXV). Lediglich die Aufkohlung des flüssigen Eisens findet bereits bei geringeren C-Mengen statt. Zusätzlich bildet sich bei 1.700 °C metallisches Titan aus. Dies findet allerdings erst ab der stöchiometrischen Menge an Kohlenstoff statt. Bei 1.800 °C entsteht ebenfalls Titankarbid und flüssiges Titan (siehe Abbildung 14-20, Anhang XXXVI). Der Verlauf der Titanoxide entspricht jenen bei niedrigeren Temperaturen.

Die gleichen Berechnungen wurden auch mit dem Erzstaub 2 durchgeführt. Aufgrund der Ähnlichkeit der Zusammensetzung ist auch das Verhalten bei Variation der Temperatur und Kohlenstoffmenge ähnlich. Aus Abbildung 14-21 (Anhang XXXVII) ist ersichtlich, dass sich oberhalb von 1.750 °C flüssiges Titan ausbildet. Der Titandioxidgehalt der Schlacke sinkt leicht mit steigender Temperatur, während der Titantrioxidanteil konstant bleibt. Diese Berechnung erfolgte bei stöchiometrischen Reduktionsbedingungen. Abbildung 14-22 (Anhang XXXVIII) zeigt dieselbe Rechnung mit verändertem Kohlenstoffanteil. Hierbei handelt es sich um eine unterstöchiometrische Reduktion. Interessant ist der Verlauf der Eisenlinien. Festes, reduziertes Eisen verschwindet bei 1.505 °C und es bildet sich eine Flüssigphase. Im Gegensatz zu Erzstaub 1 sinkt der TiO_2 -Gehalt der Schlacke mit

steigender Temperatur leicht auf niedrigere Werte. Der Anteil an Titantrioxid ist hingegen konstant. Die Schlacke setzt sich aus Eisen-, Aluminium-, Natrium-, Silizium- und Titanoxiden zusammen. Auch bei 1.500 °C verhalten sich der Erzstaub 1 und 2 ähnlich. Aus Abbildung 14-23 (Anhang XXXIX) ist ersichtlich, dass der Anteil an flüssigem Eisen im unterstöchiometrischen Bereich wesentlich geringer ist. Die Verläufe der Titan- und Eisenoxide sind exakt gleich. Ein signifikanter Unterschied liegt in der Aufkohlung des flüssigen Eisens. Dies erfolgt schon im leicht unterstöchiometrischen Bereich und nimmt mit zunehmendem Kohlenstoffgehalt zu. Ebenso bildet sich im Bereich der stöchiometrischen Menge an Kohlenstoff festes Titankarbid aus. Bei Temperaturerhöhung auf 1.600 °C nimmt die Aufkohlung höhere Werte an (siehe Abbildung 14-24, Anhang XL). Die Reduktion von Hämatit erfolgt wie auch bei Erzstaub 1 bei geringen Zugabemengen an Kohlenstoff. Im flüssigen Eisen sammeln sich ausschließlich Si und C. Die Kurvenverläufe entsprechen wiederum jenen von Staub 1. Bei 1.700 °C und 1.800 °C sind die Kurven ebenso wie bei Erz 1 ausgebildet (siehe Abbildung 14-25 und Abbildung 14-26, Anhang XLI und XLII).

Die zusammengefassten Ergebnisse, welche aus den HSC 6.1 Berechnungen stammen, sind in Tabelle 6-2 und Tabelle 6-3 in Form einer Massenbilanz bzw. einer Energiebilanz dargestellt. Alle berechneten Zahlenwerte sind auf einen Einsatz von 1.000 kg Erzstaub bezogen.

Tabelle 6-2: Mit HSC 6.1 ermittelte Massenbilanz von Erzstaub 1 und 2

Massenbilanz			
	Komponenten	Erzstaub 1 [kg]	Erzstaub 2 [kg]
INPUT	Erzstaub	1.000,00	1.000,00
	Kohlenstoff	218,44	208,80
	Summe	1.218,44	1.208,80
OUTPUT	Metall	537,61	536,76
	Schlacke	175,36	194,89
	Gas	505,47	477,15
	Summe	1.218,44	1.208,80
BILANZ	OUTPUT - INPUT	0,00	0,00

Tabelle 6-3: Mit HSC 6.1 ermittelte Energiebilanz von Erzstaub 1 und 2

Energiebilanz			
	Komponenten	Erzstaub 1 [kJ]	Erzstaub 2 [kJ]
INPUT	Erzstaub	-7.344.175,82	-7.315.172,93
	Kohlenstoff	0,00	0,00
	Summe	-7.344.175,82	-7.315.172,93
OUTPUT	Metall	976.597,91	927.434,53
	Schlacke	-1.685.841,64	-1.899.349,56
	Abgas	-781.469,99	-807.084,35
	Summe	-1.490.713,73	-1.778.999,38
VERLUSTE		292.673	276.809
BILANZ	OUTPUT - INPUT + VERLUSTE	6.146.135	5.812.982
theoretischer Energiebedarf	auf Input bezogen/t Erzstaub	8.780.193	8.304.260

6.2.3 Vergleich der Wasserstoff- und Kohlenstoffreduktion

Ziel ist es, eine Separierung von Eisen und Titan zu erreichen, wobei das Titanausbringen in der Schlacke möglichst hoch sein soll. Durch das Heranziehen der in Kapitel 6.2 durchgeführten Berechnungen soll eine Abschätzung der zu wählenden Prozessparameter erfolgen und das Optimum für ein möglichst hohes Ausbringen gefunden werden. Wie aus Abbildung 14-15 ersichtlich, liegt bei der Reduktion mit der stöchiometrischen Menge an Kohlenstoff metallisches Titan ab einer Temperatur von 1.710 °C vor. Dies sollte weitgehend vermieden werden, da dadurch der Titanoxidgehalt der Schlacke sinkt. Bei unterstöchiometrischer Reduktion bildet sich weniger bzw. kein metallisches Titan (siehe Abbildung 14-16). Der Titanoxidgehalt der Schlacke nimmt mit steigender Temperatur höhere Werte an. Erfolgt der Vergleich der Berechnungen über die gesamte Temperaturbandbreite, kann festgestellt werden, dass sich die Titanoxide annähernd gleich verhalten und somit praktisch unabhängig von der Temperatur sind. Somit ist das Einstellen hoher Titangehalte in der Schlacke ausschließlich von dem Reduktionsmittelgehalt abhängig. Das Optimum liegt vor, wenn möglichst wenig Eisen und möglichst viel Titan in der Schlacke vorhanden sind. Dies ist der Fall bei einer Zugabemenge an Kohlenstoff, welche exakt dafür ausreicht, um ausschließlich die Eisenoxide zu reduzieren.

Ebenso verhält sich Erzstaub 2. Bei der Zugabe der zur stöchiometrischen Reduktion notwendigen Menge bildet sich ab zirka 1.760 °C metallisches Titan (siehe Abbildung 14-21). Bleibt die Reduktion im unterstöchiometrischen Bereich, dann bildet sich dieses nicht (siehe Abbildung 14-22). Das größte Ausbringen an Titanoxiden in der Schlacke liegt wiederum unabhängig von der Temperatur im selben Bereich wie bei Erzstaub 1. Die Zugabemenge an Kohlenstoff dient wieder ausschließlich zur Reduktion der Eisenoxide.

Bei den Berechnungen mit Wasserstoff als Reduktionsmittel liegen signifikante Unterschiede bei verschiedenen Wasserstoffmengen vor. Ist diese stöchiometrisch (siehe Abbildung 14-3), dann bildet sich ab 1.410 °C flüssiges Eisen. Soll ausschließlich Titandioxid in der Schlacke vorhanden sein, dann muss die Reduktion zwischen 1.100 °C und 1.225 °C erfolgen. Die höchsten Titanoxidgehalte in der Schlacke liegen bei 1.500 °C vor, da der Anteil an Titantrioxid ab 1.225 °C mit zunehmender Temperatur ansteigt. Interessant ist, dass der FeO-Gehalt der Schlacke schon ab 1.010 °C stark zunimmt und ab zirka 1.150 °C konstant bleibt. Durch überstöchiometrische Mengen an Wasserstoff als Reduktionsmittel kann eine titanreiche Schlacke hergestellt werden. Befindet sich die Temperatur zwischen 1.225 °C und 1.300 °C ist nur TiO_2 stabil. Ab 1.300 °C bildet sich Ti_2O_3 , welches mit ansteigender Temperatur begünstigt wird. Bei der Reduktion von Erztaub 1 bei 1.000 °C liegt der höchste Gehalt an Titandioxid in der Schlacke bei unterstöchiometrischen Mengen an Wasserstoff vor. Der Eisentitanspinell lässt sich mit Wasserstoff bei 1.000 °C nicht reduzieren. Bei 1.200 °C ist der Titandioxidgehalt der Schlacke über weite Bereiche konstant. Ab der dreifachen stöchiometrischen Menge an Wasserstoff bildet sich der Eisentitanspinell und der Titangehalt der Schlacke sinkt. Knapp vor diesem Bereich sollte die Reduktion stattfinden, da auch der FeO-Anteil abnimmt. Ab 1.400 °C tritt die erste flüssige Eisenphase auf. Bei diesen Berechnungen ist zu berücksichtigen, dass nur eine ideale thermodynamische Betrachtung stattfindet und die Kinetik außer acht gelassen wird. Das größte Verhältnis an TiO_2/FeO in der Schlacke liegt bei sehr hohen Mengen an Wasserstoff als Reduktionsmittel vor. Auch Titantrioxid entsteht ab 1.400 °C. Bei 1.600 °C ist ebenfalls die größte Menge an Titanoxiden bei hohen Wasserstoffgehalten zu erkennen. Das Eisen liegt in flüssiger Form vor, wodurch auch eine Separation der Schlacken und Metallphase kein Problem darstellen sollte. Wie schon bei den Kohlenstoffversuchen zeigen sich zwischen dem Erztaub 1 und 2 gewisse Ähnlichkeiten in den Kurvenverläufen. Unterschiedlich ist bei 1.000 °C die Ausbildung der FeO-Phase in der Schlacke bei Erztaub 2 (siehe Abbildung 14-11). Die Wüstit- und Titandioxidlinie korrelieren miteinander. Steigt die FeO-Kurve, dann nimmt auch jene von TiO_2 zu. Das Optimum der Reduktion von Erztaub 2 bei 1.200 °C liegt im Bereich der dreifachen stöchiometrischen Menge an Wasserstoff. Bei 1.400 °C und 1.600 °C ist wie bei Erztaub 1 viel H_2 erforderlich, um ein hohes Verhältnis an TiO_2/FeO in der Schlacke zu erzielen.

Der Gehalt an Titandioxid ist bei der Wasserstoffreduktion nahezu unabhängig von der H_2 -Menge. Er steigt lediglich mit der Temperatur an, wodurch diese für ein gutes Ausbringen möglichst hoch sein soll. Bei der Reduktion mit Kohlenstoff ist die Titandioxid- und die Titantrioxidlinie in jedem Diagramm (siehe Abbildung 14-17 bis Abbildung 14-20 und Abbildung 14-23 bis Abbildung 14-26) bei unterschiedlichen Temperaturen gleich und somit

ausschließlich vom C-Gehalt abhängig. Das Optimum liegt in jenem Bereich, in welchem die Zugabemenge an Kohlenstoff ausschließlich für die Eisenreduktion vorhanden ist.

6.3 Schmelzmikroskop

Die Verwendung des Schmelzmikroskops erfolgt normalerweise für die Ermittlung des Verhaltens von Asche beim Erhitzen. Dafür ist die Norm DIN51730 aus dem Jahr 2007 definiert. Die Erzproben sind allerdings komplexer zusammengesetzte Stoffe, für welche dieses Regelwerk nicht bestimmt ist. Mit Hilfe der erhaltenen Ergebnisse können trotzdem wertvolle Rückschlüsse auf das Verhalten der Proben bei Temperaturerhöhung ermittelt werden. Die mit dem Auswerteprogramm ermittelten Ergebnisse sind mit Vorsicht zu betrachten, da diese Software die Abmessungen der hergestellten Proben misst und aus diesen das Schmelzverhalten bestimmt.

Zu Beginn erfolgte die Herstellung der Mischungen für das Schmelzmikroskop. Die aus diesen Analysen erhaltenen Daten und Bilder sind nachfolgend dargestellt, wobei alle Versuche für Probe 1 und 2 durchgeführt wurden.

6.3.1 Schmelzmikroskopversuche unter Stickstoffatmosphäre

In Abbildung 6-3 befindet sich links die Darstellung der Probe im Ausgangszustand. An der Temperatur von -9 °C ist zu erkennen, dass bereits eine Spülung mit Stickstoff stattfand. Der Erweichungspunkt der Probe 1 liegt bei 1.396 °C und der Halbkugelpunkt bei 1.531 °C . Der Fließpunkt wurde nicht erreicht und liegt somit über 1.650 °C .

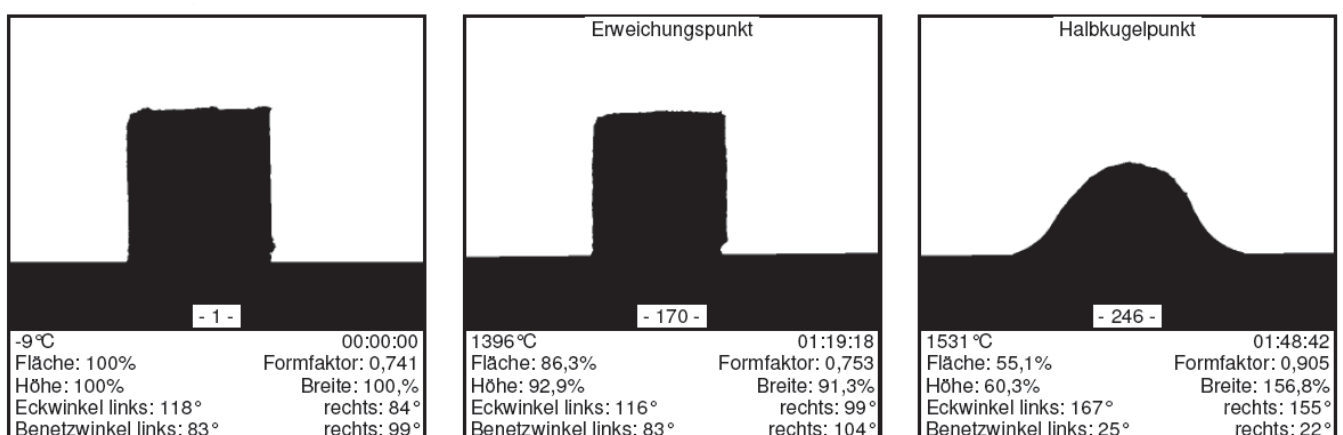


Abbildung 6-3: Verhalten der Probe 1 im Schmelzmikroskop beim Aufheizen unter N_2 -Atmosphäre

Die Flächenabnahme-Temperatur-Kurven für die unter Stickstoffatmosphäre behandelten Proben sind in Abbildung 6-4 dargestellt. Auf der Ordinate ist die Fläche in % aufgetragen. Der Startpunkt geht von 100 % Fläche aus. Auf der Abszisse ist die Temperatur in $^\circ\text{C}$

abgebildet. Der Verlauf der beiden Kurven ist sehr ähnlich. Das Ansteigen der Flächen auf zirka 102 % ist auf die thermische Dehnung rückführbar. Bei 1.062 °C liegt der Sinterbeginn, da das Probenvolumen abnimmt. Der starke Abfall der Kurven und die deutliche Verminderung des Volumens deuten auf den Schmelzbereich hin, welcher bei zirka 1.450 °C beginnt.

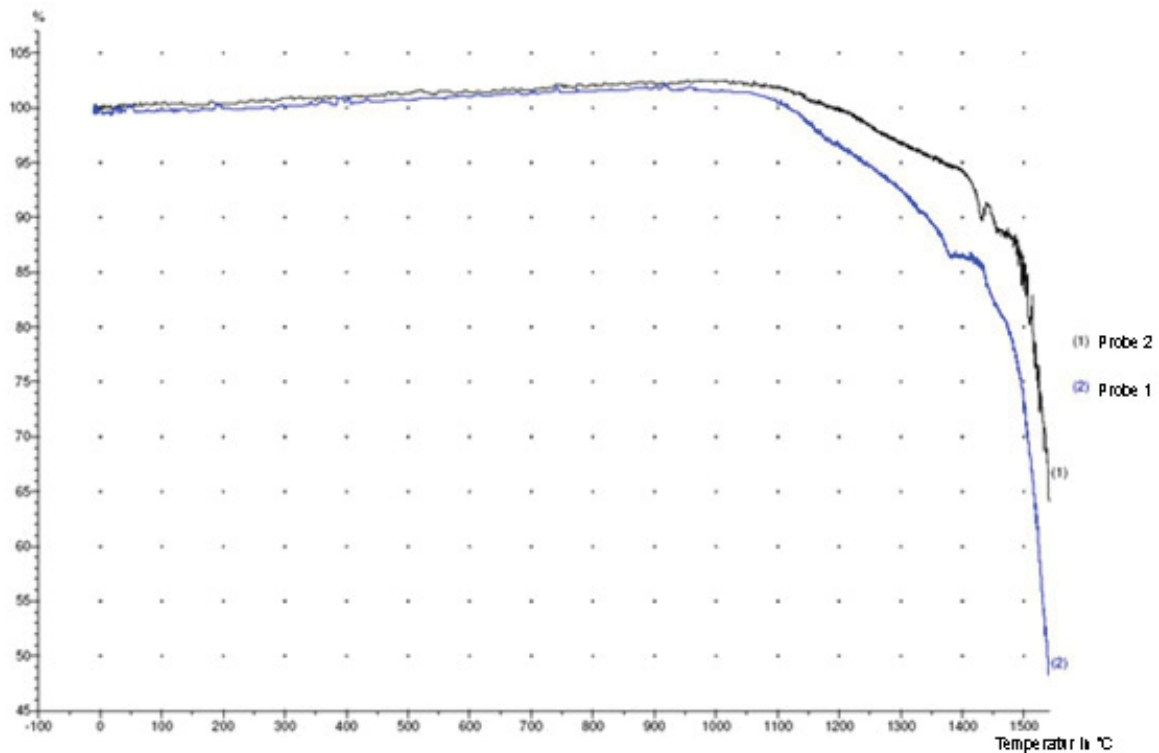


Abbildung 6-4: Vergleich der beiden Erzstaubproben unter N₂-Atmosphäre

6.3.2 Schmelzmikroskopversuche unter Wasserstoffatmosphäre

In Abbildung 6-6 ist das Verhalten von Probe 2 unter H₂-Atmosphäre abgeleitet. Hier ist das Erweichungsverhalten, das heißt, jene Temperaturen, welche das Auswertprogramm anzeigt, kritisch zu betrachten. Rein durch das optische Aussehen der Probe kann festgestellt werden, dass eine niedrig- und eine hochschmelzende Phase existieren (siehe Abbildung 6-5).

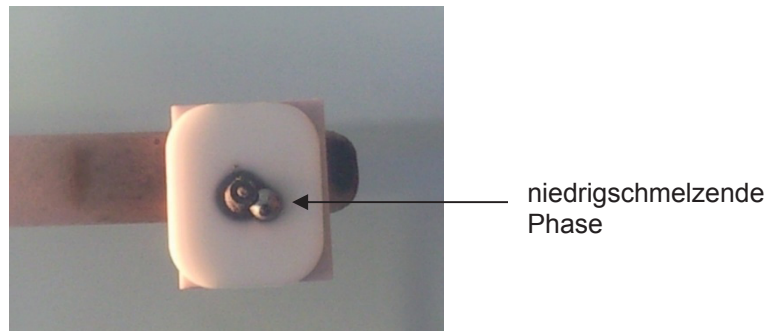
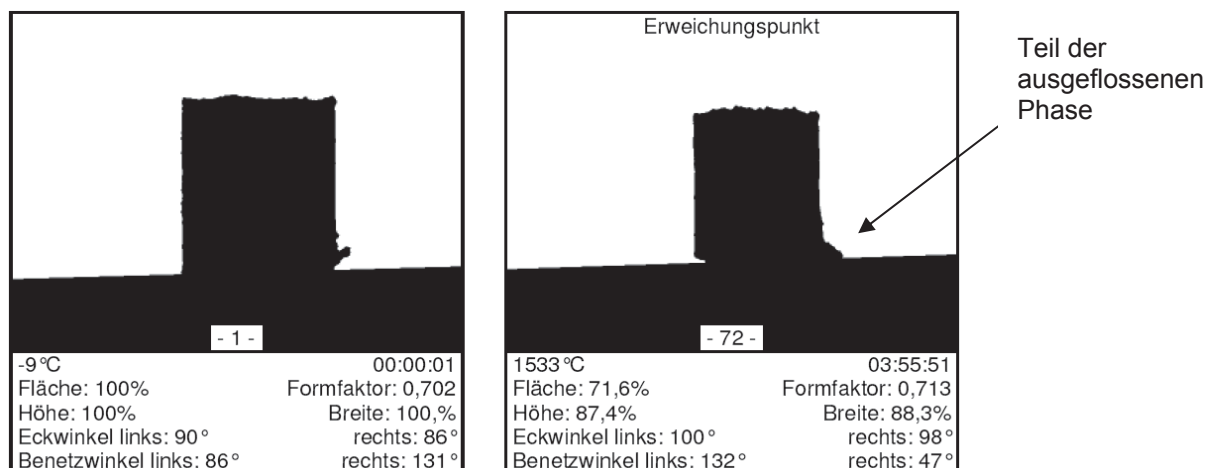


Abbildung 6-5: Erzstaubproben mit Wasserstoff reduziert

Das Programm misst das Erweichungsverhalten an den Konturen der Probe, welche in diesem Fall aber nahezu erhalten geblieben ist. Die niedrigschmelzende Phase ist ausgeronnen und wird vom Messgerät nicht erfasst, da der ausgeschmolzene Teil genau hinter oder vor der Probe lag. Dadurch blieben die Konturen nahezu unverändert. Ein geringer Bereich der Schmelzphase ist aus dem rechten Teil der Abbildung 6-6 zu erkennen.

Abbildung 6-6: Verhalten der Probe 2 im Schmelzmikroskop beim Aufheizen unter H₂-Atmosphäre

Das Auswerteprogramm bestimmt den Erweichungspunkt bei 1.533 °C. Bei dieser Temperatur ist allerdings eine Flüssigphase schon entwichen, welche die in Tabelle 6-6 angeführte Zusammensetzung besitzt. Aus Abbildung 6-7 ist ersichtlich, dass das Volumen der Probe bei zirka 500 °C stark zu expandieren beginnt. Dies kann folgende Ursachen haben:

- Thermische Dehnung des Erzstaubes
- Austreiben flüchtiger Komponenten

Flüchtige Komponenten dehnen sich beim Übergang in den gasförmigen Aggregatzustand aus. Die thermische Dehnung ist als Grund für den Anstieg um 30 % unwesentlich, da dies sonst auch bei den mit Stickstoff durchgeführten Versuchen der Fall sein müsste.

Im Bereich von 700 – 750 °C liegt der Sinterpunkt. Ab 1.150 °C tritt ein steilerer Abfall der Kurven auf, was darauf hin deutet, dass eine Flüssigphase entweicht.

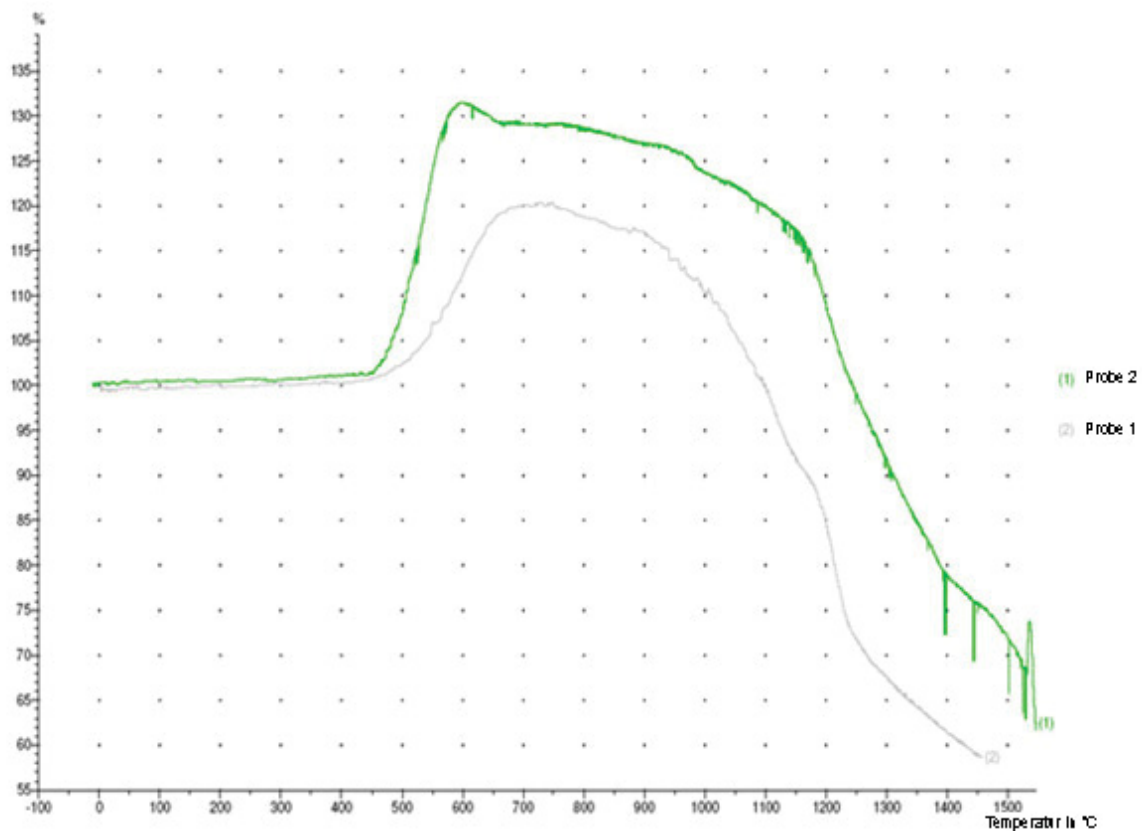


Abbildung 6-7: Vergleich der beiden Erzstaubproben unter H_2 -Atmosphäre

6.3.3 Schmelzmikroskopversuche mit Kohlenstoff als Reduktionsmittel

Weiters erfolgte die Durchführung von Versuchen mit Kohlenstoff als Reduktionsmittel. Der Kohlenstoffgehalt variierte dabei in den Proben. Die Zugabemengen sind in Tabelle 5-1 dargestellt, wobei diese zu je 10 g Erzstaub zugegeben, gut vermischt und anschließend in das Schmelzmikroskop geführt wurden. Aus Abbildung 6-8 ist die Erzstaubprobe 1 ersichtlich, welche mit einer Kohlenstoffmenge zur stöchiometrischen Reduktion der gesamten Oxide vermischt wurde. Das Analyseprogramm ermittelte nur den Erweichungspunkt, welcher bei 1.279 °C liegt.

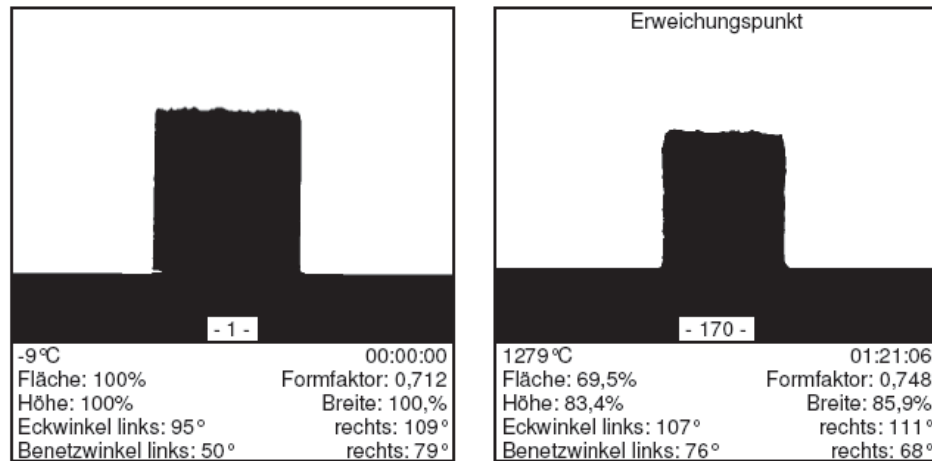


Abbildung 6-8: Stöchiometrische Reduktion der Probe 1 mit Kohlenstoff

Bei der in Abbildung 6-9 ersichtlichen Probe 1 wurde eine Kohlenstoffmenge verwendet, welche ausschließlich zur Reduktion der Eisenoxide dienen sollte. Es ist der Erweichungspunkt (1.150 °C) und der Halbkugelpunkt (1.534 °C) zu erkennen.

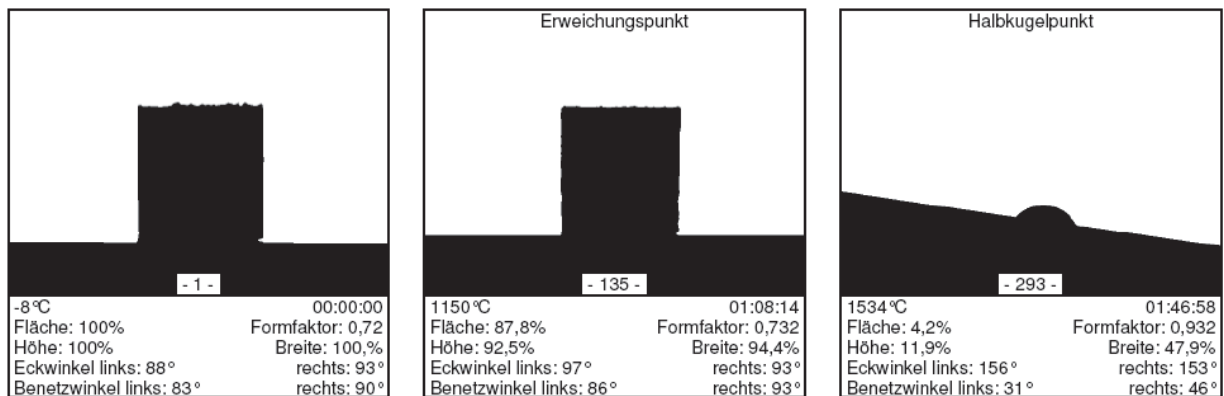


Abbildung 6-9: Reduzierte Probe 1 mit einer Kohlenstoffmenge ausschließlich zur Reduktion der Eisenoxide

Die Abbildung 6-10 zeigt die reduzierte Probe 1 mit einem Erweichungspunkt von 1.286 °C und einem Sphärischpunkt von 1.307 °C. Die Zugabemenge an Kohlenstoff lag dabei weit im unterstöchiometrischen Bereich.

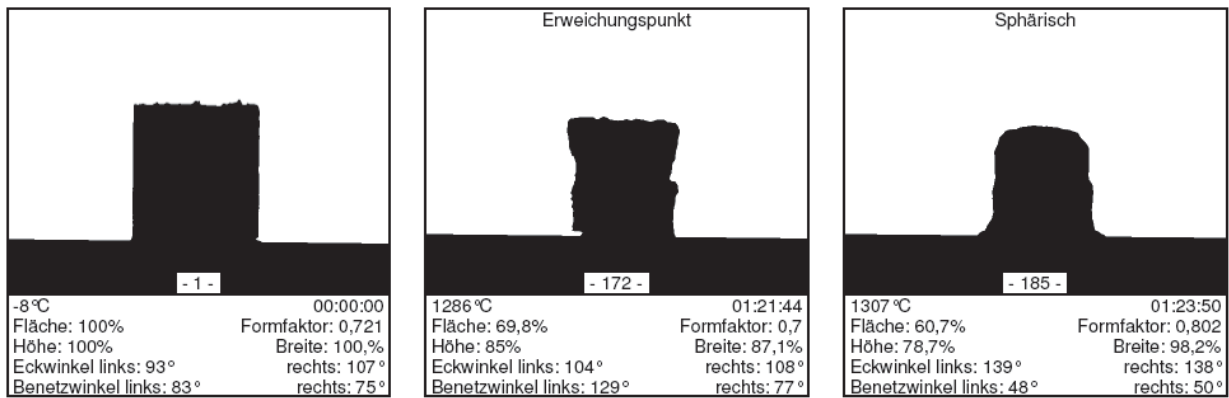


Abbildung 6-10: Mit einer stark unterstöchiometrischen Reduktionsmittelmenge reduzierte Probe 1

Wie schon in den vorigen Kapiteln erwähnt, sind Resultate aus diesen Abbildungen kritisch zu betrachten. Besser ist wiederum die manuelle Auswertung über die Flächen-Temperaturkurven. Dies ist in Abbildung 6-11 zu erkennen. Der Verlauf der Kurven ist sehr ähnlich. Wie bei den Versuchen mit Stickstoff beginnt der Kurvenverlauf mit einem leichten Anstieg, was auf die thermische Dehnung rückzuführen ist. Bei zirka 950 °C beginnt das Sintern des Erzstaubes. Bei 1.250 – 1.300 °C bilden sich möglicherweise die flüssigen Phasen, wodurch die Flächenabnahme zu erklären ist. Zwischen 1.480 – 1.530 °C fallen die Kurven steil nach unten. Dies ist auf das Aufschmelzen der Probe zurückzuführen.

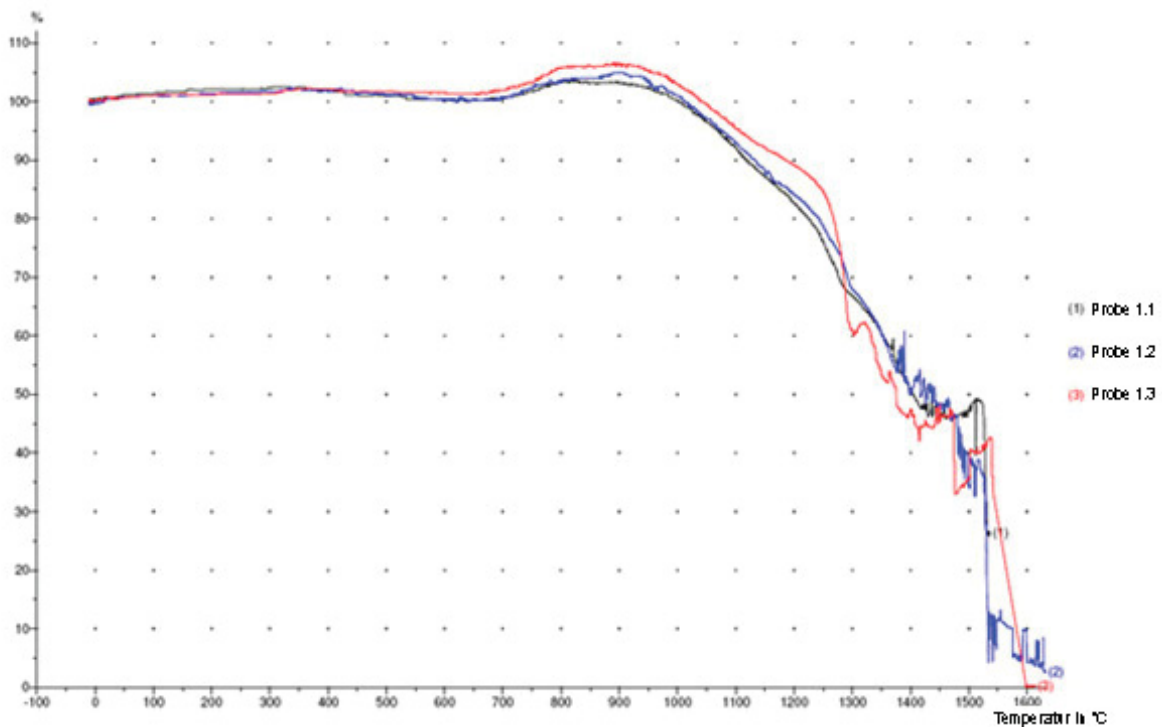


Abbildung 6-11: Darstellung der Flächenabnahme über die Temperatur der mit Kohlstoff reduzierten Erzstaubproben 1

6.3.4 Vergleich der einzelnen Schmelzmikroskopversuche

Werden die Kurven für die einzelnen Versuche übereinandergelegt, lässt sich ein guter Vergleich durchführen (siehe Abbildung 6-12), bei welchem Reduktionsmittel das Erweichungsverhalten günstiger ist. Rein unter Stickstoffatmosphäre ist die benötigte Temperatur zum Aufschmelzen am höchsten. Beim Vergleich der beiden Reduktionsmittel kann festgestellt werden, dass der Sinterbeginn bei der Wasserstoffreduktion bei niedrigeren Temperaturen stattfindet. Die Kurve fällt dann rasch ab, was auf das Ausfließen der Eisenoxidphase zurückzuführen ist. Die blaue Linie flacht bei zirka 1.200 °C wieder ab. Hier dürfte die FeO-Phase nahezu vollständig ausgeflossen sein. Das Titanoxid lässt sich auch bei hohen Temperaturen nach dem Ellingham-Richardson nicht mit Wasserstoff reduzieren, da die Wasserstofflinie stets über jener des TiO_2 liegt. Dadurch ist es nur möglich, andere Oxide, wie z. B. das Eisenoxid, im Erzstaub zu reduzieren. Somit kann ein titanreicher Rückstand erzeugt werden (siehe Kapitel 6.4). Bei der Kohlenstoffreduktion liegt der Sinterbeginn bei 950 °C und die Kurve verläuft flacher bis 1.250 °C. In diesem Bereich könnten sich, wie bereits erwähnt, die ersten Flüssigphasen bilden. Der Schmelzpunkt liegt bei zirka 1.500 °C. Grundsätzlich ist die Reduktion mit Kohlenstoff möglich. Durch Variation von diesem können die Gehalte an Titan in der Schlacke bzw. im Ferrotitan gesteuert werden. Es ist allerdings damit zu rechnen, dass sich das FeTi mit Kohlenstoff anreichert.

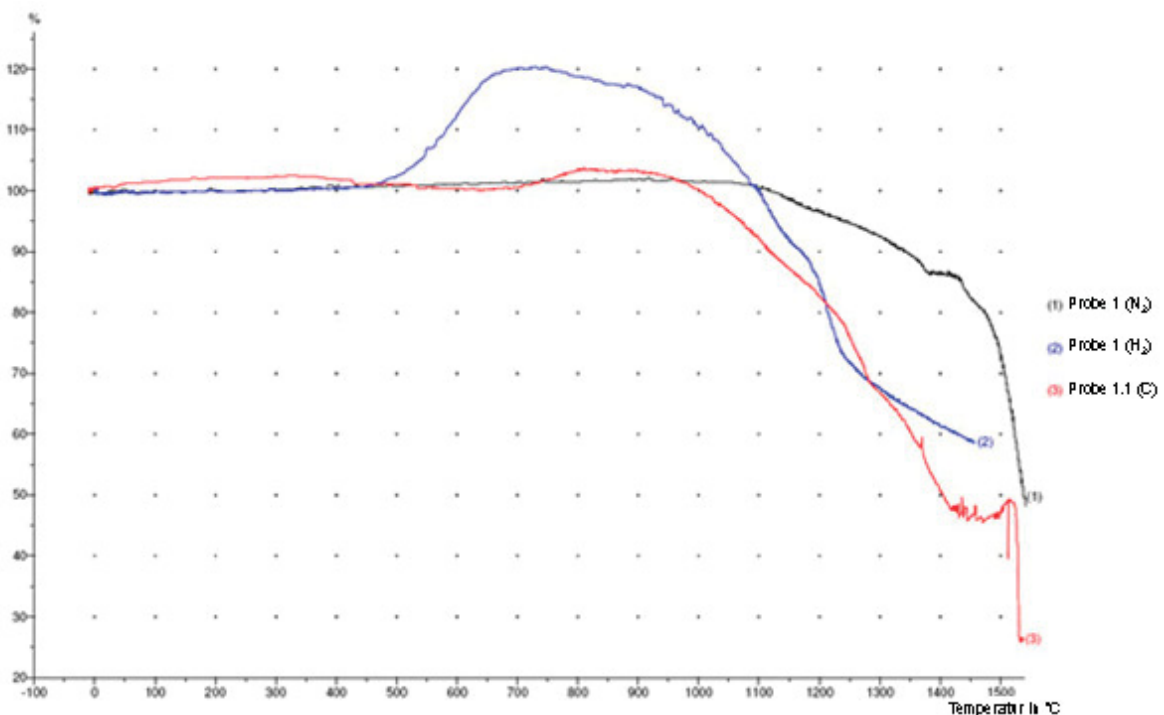


Abbildung 6-12: Überlagerung der Fläche-Temperaturkurven von der Erzstaubprobe 1

6.4 Rasterelektronenmikroskop

Die durch Wasserstoff reduzierten Proben wurden anschließend mittels EDX analysiert. Der Rückstand, welcher nicht geschmolzen ist, weist die in Tabelle 6-4 angeführte Zusammensetzung auf. Daraus ist ersichtlich, dass der Titangehalt den höchsten Anteil der Metalle einnimmt. Der Sauerstoffwert zeigt die oxidische Form der Phase.

Tabelle 6-4: Zusammensetzung des Rückstandes (Probe 1) mit REM analysiert (Spektrum 1)

Element	Massen%	Atom%
O K	43,00	65,77
Mg K	2,37	2,38
Al K	7,90	7,17
Si K	3,24	2,82
Ca K	1,59	0,97
Ti K	34,74	17,75
Fe K	7,17	3,14
Insgesamt	100,00	

In Abbildung 6-13 ist der untersuchte Rückstand ersichtlich. Die Ermittlung der Zusammensetzung erfolgte im grauen Bereich und ist durch die rosaroten Striche gekennzeichnet. Aus dieser Darstellung kann ebenfalls erkannt werden, dass sich eingeschlossene Phasen (hellgrauer Bereich) über die Probe verteilt befinden.

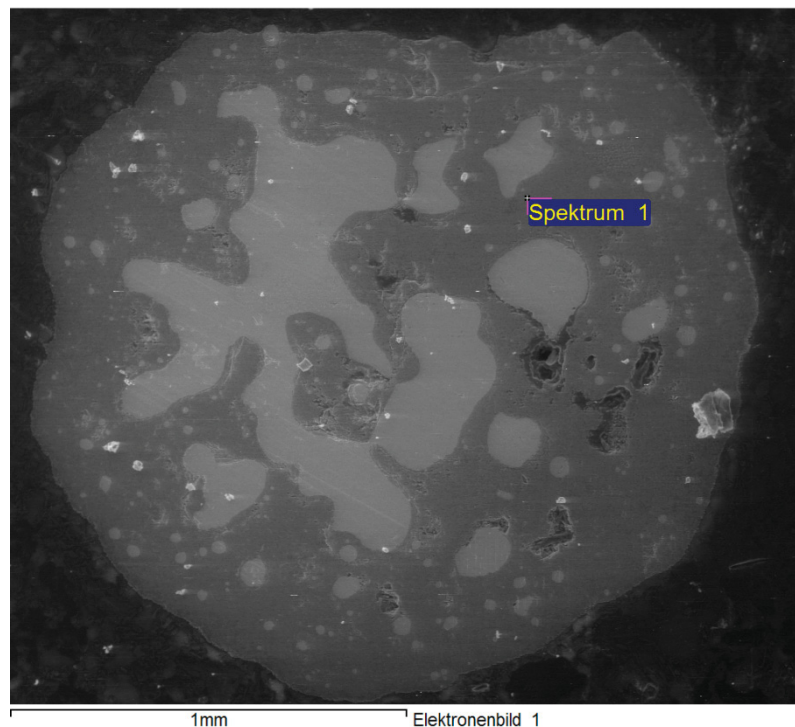


Abbildung 6-13: Untersuchtes Spektrum 1 des Rückstandes

Die Zusammensetzung der eingeschlossenen Phasen ist in Tabelle 6-5 dargestellt. Der Eisenanteil ist am höchsten und es wurde kein Sauerstoff detektiert. Es ist ersichtlich, dass diese Phasen metallisch vorliegen. Die REM-Messungen fanden nicht punktförmig statt, daher sind mögliche Streuungen zu berücksichtigen. Dadurch kann auch der hohe Titangehalt der Eisenphase erklärt werden.

Tabelle 6-5: Zusammensetzung der eingeschlossenen Phasen (Spektrum 2)

Element	Massen%	Atom%
Al K	1,55	3,06
Si K	2,36	4,48
Ti K	4,82	5,36
V K	0,65	0,68
Fe K	89,87	85,74
Co K	0,75	0,68
Insgesamt	100,00	

In Abbildung 6-14 ist der untersuchte Bereich durch die rosaroten Linien gekennzeichnet (Spektrum 2).

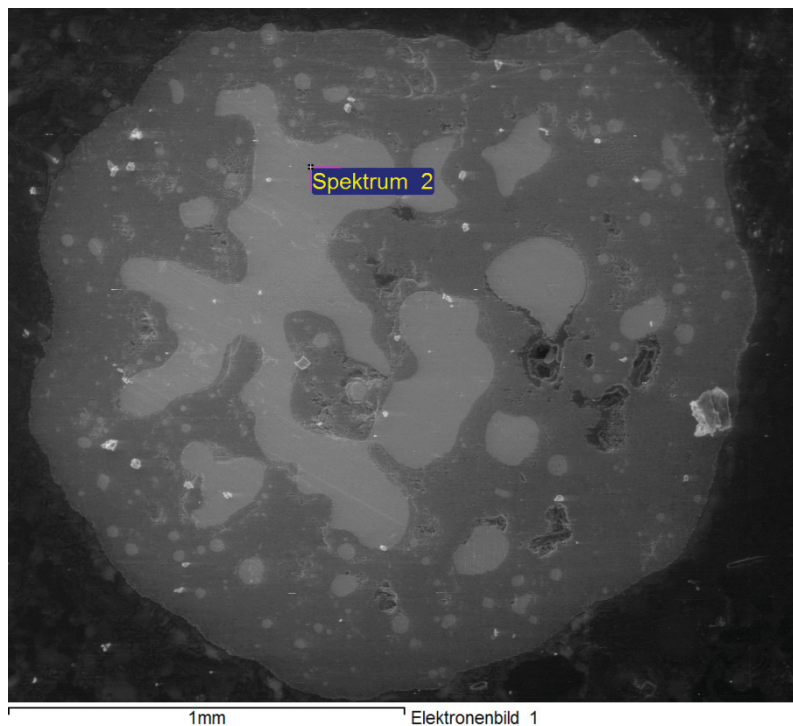


Abbildung 6-14: Spektrum 2 des Rückstandes

Zusätzlich zur Analyse des Rückstandes erfolgte die Untersuchung des ausgeronnenen Anteils der Schmelzmikroskopprobe. Die Zusammensetzung dieser Phase ist in Tabelle 6-6 und in Anhang LXXVII dargestellt. Diese besteht aus 97 % Eisen mit Silizium, Vanadium und Kobalt verunreinigt.

Tabelle 6-6: Zusammensetzung der ausgeronnenen Phase

Element	Massen%	Atom%
Si K	1,74	3,41
V K	0,70	0,76
Fe K	97,06	95,38
Co K	0,49	0,46
Insgesamt	100,00	

Aus den oben genannten Ergebnissen und Abbildungen kann geschlossen werden, dass sich das Eisen und andere oxidische Komponenten aus dem Erzstaub durch Wasserstoff reduzieren lassen und ein titanoxidreicher Rückstand verbleibt. Aus diesem Grund wird in einem Teilgebiet der nachfolgenden Hauptversuchsreihen versucht, mit Hilfe der Wasserstoffreduktion eine titanoxidreiche Schlacke sowie Roheisen als separate Phasen zu erzeugen.

6.5 DSC-Analysen

Durch DSC-Versuche erfolgte die Bestimmung des Verhaltens der Erzstaubproben bei Temperaturerhöhung (siehe Abbildung 6-15) unter Stickstoffatmosphäre. Auf den Ordinaten ist der Gewichtsverlust in Prozent sowie die Änderung der spezifischen Wärmemengen in mW/mg und auf der Abszisse die Temperatur in °C aufgetragen. Durch Temperaturerhöhung sinkt der Feuchtigkeitsgehalt und die Probe wird leichter. Dies ist anhand des starken Abfalls der entsprechenden Linie und dem endothermen Peak der blauen Kurve ersichtlich.

Bei 690 °C schmilzt Vanadiumpentoxid [29]. Da dieses im Erzstaub vorhanden ist, kann der Ausschlag bei zirka 700 °C dadurch erklärt werden. Bei zirka 1.200 °C findet ein endothermer Peak statt, welcher auf eine Zerfallsreaktion rückführbar sein könnte. Der starke Abfall der Kurven bei zirka 1.400 °C deutet auf das Aufschmelzen der Probe hin.

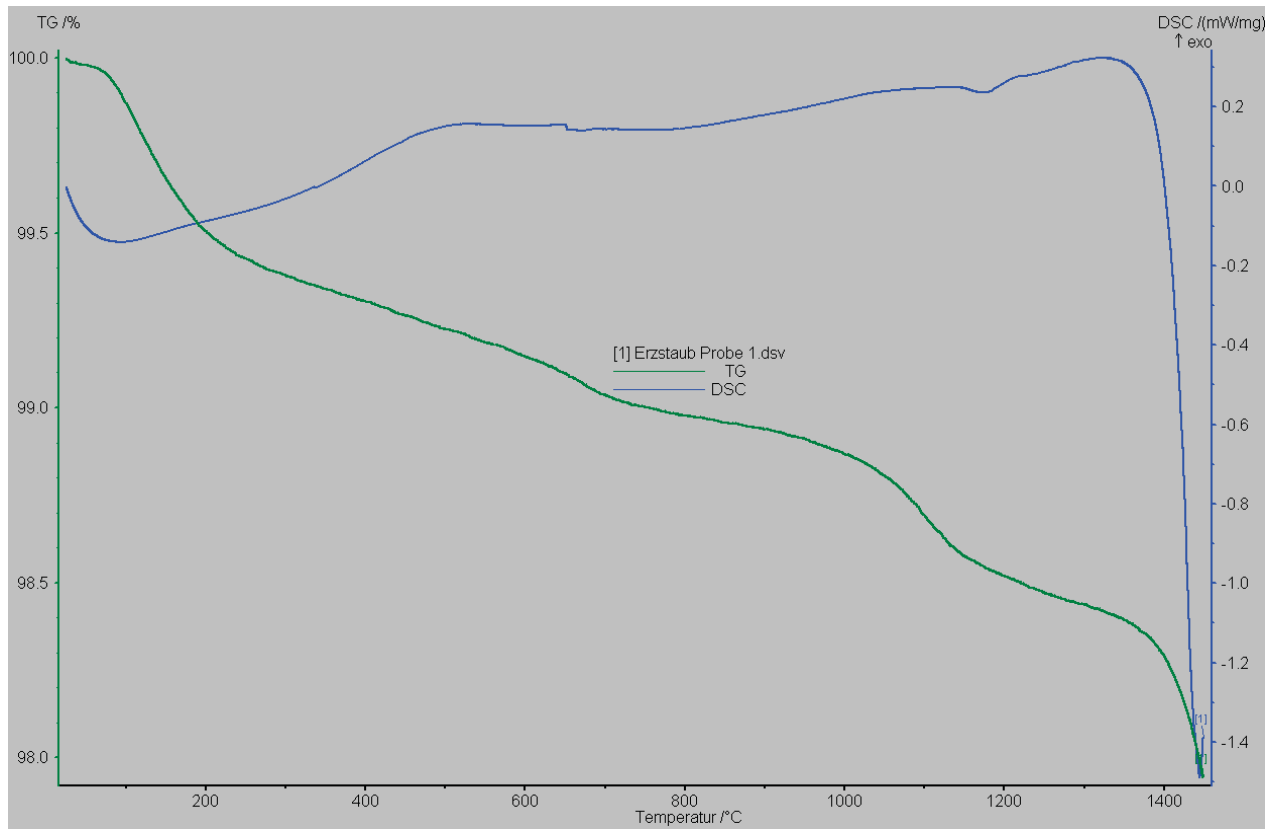


Abbildung 6-15: Verhalten der Erzstaubprobe 1 im DSC-Versuch

7. Reduktionsversuche mit Wasserstoff

Auf Basis der Literaturrecherche und den Vorversuchen konnten die Wasserstoffreduktionsversuche geplant und durchgeführt werden.

7.1 Versuchsaufbau

Die Experimente erfolgten in einem Carbolite Rohrofen des Typs STF 15 450 (siehe Abbildung 7-1). Beheizt wird das feuerfeste Rohr über parallel angeordnete Siliziumkarbidelemente, welche die Wärme auf das Feuerfestrohr übertragen. Die Wärmeübertragung soll möglichst gleichmäßig über die gesamte Oberfläche stattfinden [30].

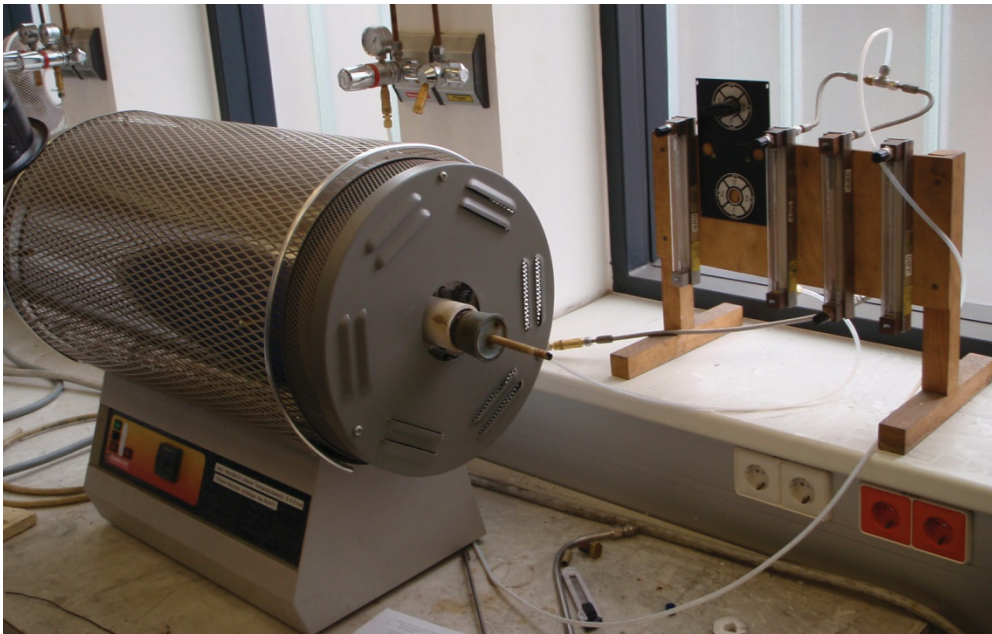


Abbildung 7-1: Rohrofen für die Wasserstoffreduktionsversuche

Als Reduktionsgas fand ein Gemisch aus H_2 (25 Vol.%) und Argon Einsatz. Nach den Durchflussreglern (Rotameter) wurden diese beiden Gase zusammengeführt und an einer Seite des Rohres in den Ofenraum gebracht. Der Wasserstoff diente zum Reduzieren der in dem Erzstaub vorhandenen Oxide. Am anderen Ende des Feuerfestrohres war der nicht reagierte Wasserstoff zu verbrennen. Bei diesen Versuchsserien ist das Fernhalten von Sauerstoff aus der Heizzone wichtig, um die Knallgasreaktion zu vermeiden. Bei den Schalen handelte es sich um Alsint 99,7 Schiffchen (99,7 % Al_2O_3).

7.2 Versuchsdurchführung

Das Zuführen der Proben in den kalten Ofenraum erfolgte über Glühschalen (siehe Abbildung 7-2). Beim Aufheizen kam Ar als Schutzgas zum Einsatz.



Abbildung 7-2: Alsint-Glühschale mit Erzstaubprobe 1

Bei Erreichen der Behandlungstemperatur wurde Wasserstoff zugeschaltet und die Temperatur für 60 Minuten gehalten. Anschließend erfolgte ein langsames Abkühlen der Proben unter Argonatmosphäre. Im ersten Versuch war die Durchflussrate bei 4 l/min definiert (3 l/min Argon und 1 l/min Wasserstoff). Die Behandlungstemperatur lag bei 900 °C und die Aufheizrate bei 8 °C/min. Die Einwaage betrug exakt 30,00 g. Nach dem Versuch wies die Probe ein Gewicht von 22,84 g auf.

Bei der zweiten Behandlung änderte sich sowohl die Temperatur (1.500 °C), als auch die Durchflussmenge des Reduktionsgases auf 8 l/min (6 l/min Argon, 2 l/min Wasserstoff). Hierbei war das Gewicht der Glühschale nach dem Versuch 25,87 g (Einwaage 29,99 g). Beim zweiten Versuch wurde die gesamte Glühschale gemahlen und der Metallanteil vom Rest abgetrennt.

Bei der dritten Versuchsreihe (Schiffchennummer 3, 4, 5, 6) lag das Probengewicht je Schiffchen bei zirka einem Gramm (siehe Tabelle 7-1). Aus der Tabelle 7-1 sind ebenfalls die einzelnen Gewichtsverluste beim Aufheizen ersichtlich. Bei den Proben mit der Schiffchennummer 5 und 6 handelt es sich um die Erzstaubprobe 2, bei den anderen um die erste. In der dritten Versuchsserie war die Behandlungstemperatur 1.300 °C, bei einer Dauer von 60 min und einer Durchflussrate der Reduktionsgasmischung (25 Vol.% Wasserstoff) von 8 l/min. Es wurden jeweils zwei Glühschalen mit Erzstaub 1 und 2 befüllt. In den Schalen 4 und 6 erfolgte die Aufgabe des oxidischen Materials in zwei Häufchen. Bei den Schiffchen 3 und 5 war lediglich der Boden mit dem Staub bedeckt. Die Proben 7 (Erzstaub 1) und 8 (Erzstaub 2) wurden bei 1.200 °C mit den gleichen Durchflussraten und derselben Haltedauer behandelt. Weitere Behandlungstemperaturen lagen bei 1.100 °C (Schiffchen 9 und 10) und 1.000 °C (Glühschalen 11 und 12).

Nach dem Einbetten der Proben erfolgte das Schleifen und Polieren. Die anschließende REM-Untersuchung sollte Aufschluss über den Grad der Reduktion bzw. über die gebildeten Phasen geben.

Tabelle 7-1: Einwaage, Gewichtsverluste und Prozessparameter der einzelnen Proben

Schiffchen- nummer	Erzstaub- nummer	Behandlungs- Temperatur [°C]	Durchflussraten Reduktionsgas [l/min]	Einwaage [g]	Gesamtgewicht vor dem Versuch [g]	Gesamtgewicht nach dem Versuch [g]	Gewichts- differenz [g]	Gewichts- differenz [%]
1	1	900	4	30,00	89,00	81,84	7,16	8,04
2	1	1.500	8	29,99	89,00	84,87	4,13	4,64
3	1	1.300	8	0,99	9,99	9,72	0,27	2,70
4	1	1.300	8	1,05	10,05	9,84	0,21	2,09
5	2	1.300	8	1,02	9,90	9,72	0,18	1,82
6	2	1.300	8	1,04	10,24	10,06	0,18	1,76
7	1	1.200	8	1,00	9,32	9,10	0,22	2,36
8	2	1.200	8	1,00	9,90	9,61	0,29	2,93
9	1	1.100	8	0,97	9,62	9,35	0,27	2,81
10	2	1.100	8	1,00	9,86	9,58	0,28	2,84
11	1	1.000	8	1,08	9,85	9,56	0,29	2,94
12	2	1.000	8	0,95	9,90	9,65	0,25	2,52

7.3 Ergebnisse und Diskussion

Aufgrund dessen, dass beim ersten Versuch keine optischen Veränderungen im Erzstaub zu erkennen waren, erfolgte der zweite bei höheren Temperaturen. Hier war ein Teil der Probe aufgeschmolzen. Der Metallfilm schwamm auf dem restlichen Material. Es ist anzunehmen, dass der Wasserstoff nur die oberste Schicht reduziert hat und nicht durch das flüssige Material zu dem unreduzierten Anteil im Schiffchen durchgedrungen ist. Aus diesem Grund wurden die weiteren Versuche in kleineren Glühschalen und mit wesentlich geringerem Probengewicht (siehe Tabelle 7-1) durchgeführt. Bei diesen Versuchen war interessant, dass sich die zwei verschiedenen Erzstaubproben 1 und 2 trotz fast identer Zusammensetzung unterschiedlich verhielten. Dies ist aus den einzelnen Schiffchen aus Abbildung 7-3 ersichtlich.



Abbildung 7-3: Schiffchen 3, 4, 5 und 6 (von oben nach unten)

Es ist deutlich zu erkennen, dass bei Erzstaub 1 (die oberen beiden Schiffchen) lediglich ein oberflächliches Sintern bzw. leichtes Anschmelzen stattfand. Die Probe in Schiffchen 5 ist vollständig aufgeschmolzen. In der untersten Schale ist zu erkennen, dass die Probe nicht vollständig geschmolzen wurde. Im Schiffchen 7 erfolgte wie bei den Proben 3 und 4 (siehe Abbildung 7-3) nur ein Sintern des Staubes. In der Glühschale Nummer 8 ist ein Teil aufgeschmolzen, welcher sich am Boden sammelte. Der Rest des feinen Einsatzgutes lag lose auf dem dünnen Metallfilm. In Schiffchen Nummer 9 und 10 lediglich ein feiner Film an Eisen unter dem Erzstaub vorhanden. Die Proben 11 und 12 lagen ausschließlich in pulverförmiger Form vor.

7.3.1 REM-Ergebnisse des wasserstoffreduzierten Einsatzmaterials

Mittels Rasterelektronenmikroskopie erfolgte die Untersuchung der unter Wasserstoff-Argonatmosphäre behandelten Proben.

Vorweg ist zu den im Anhang dargestellten REM-Protokollen zu erwähnen, dass teilweise Peaks entfernt wurden. Um eine gute Leitfähigkeit der Proben zu gewährleisten erfolgte das Beschichten (Sputtern) mit Gold. Dies erklärt auch die in der REM-Untersuchung auftretenden Goldpeaks. Durch das Schleifen des eingebetteten Staubes kann es ebenso sein, dass Kohlenstoffpartikel durch die Einbettmasse oder das Schleifscheibenmaterial detektiert wird. Weder Gold noch Kohlenstoff sind in der Ausgangsanalyse der Erzstaubproben (siehe Tabelle 14-19 und Tabelle 14-20) ersichtlich. Die entsprechenden Peaks sind nicht berücksichtigt.

Die Rasterelektronenmikroskopuntersuchung der Probe 1, welche bei 1.500 °C reduziert wurde, ergab, dass eine vollständige Reduktion der Eisenoxide stattgefunden hat (siehe Anhang XLIII und Tabelle 7-2).

Tabelle 7-2: Zusammensetzung der Metallphase der bei 1.500 °C reduzierten Erzstaubprobe 1

Element	Masse%	Atom%
Fe K	100,00	100,00
Insgesamt	100,00	

Die dargestellte Zusammensetzung und Abbildung des Anhanges XLIV bzw. Tabelle 7-3 und Abbildung 7-4 zeigen einen Einschluss aus Silizium- bzw. Eisenoxid. Aufgrund der Streuung bei der Messung ist anzunehmen, dass der hohe Anteil des Eisens in der Analyse aus den Bereichen um diesen Siliziumoxideinschluss kommt.

Tabelle 7-3: Zusammensetzung des Einschlusses der bei 1.500 °C reduzierten Erzstaubprobe 1 (Spektrum 2)

Element	Masse%	Atom%
O K	26,09	52,39
Si K	8,96	10,25
Fe K	64,95	37,36
Insgesamt	100,00	

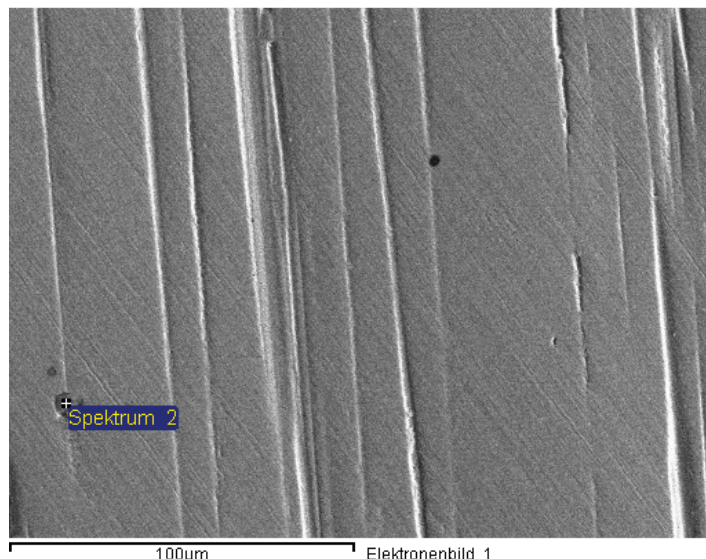


Abbildung 7-4: Darstellung eines Siliziumeinschlusses der bei 1.500 °C reduzierten Probe 1 (Spektrum 2)

Bei der bei 1.300 °C reduzierten Probe 1 erfolgte zusätzlich ein Mapping (siehe Anhang XLV), welches die Verteilung sämtlicher in Probe 1 enthaltenen Elemente darstellt. Es ist sehr gut ersichtlich, dass die oxidische Phase (dunkelgrau) hauptsächlich Na, Al, Si, Ca, K und kleine Mengen an Mn enthält. Die mittelgrauen Bereiche setzen sich aus Mn, Mg, V und Titan zusammen. Sehr hell ist die Eisenphase mit kleinen Verunreinigungen an Mangan bzw. Titan dargestellt. Spektrum 1 und die dazugehörige Analyse zeigen, dass der hellgraue Teil der Abbildung des Anhanges XLVI fast aus reinem Eisen besteht. Aus Anhang XLVII ist zu erkennen, dass der dunkelgraue Anteil fast 50 % Sauerstoff aufweist. Diese enthält überwiegend Aluminium und Silizium. Die mittelgraue Phase (Spektrum 3, Anhang XLVIII) setzt sich aus 46,98 % Sauerstoff zusammen, welcher in diesem Bereich größtenteils an das Titan gebunden ist. Der Titangehalt beträgt hier 31,45 %. Aus den Ergebnissen dieser Analysen kann festgestellt werden, dass bei 1.300 °C eine fast vollständige Trennung des Eisens vom Titan erfolgte. Die Probe besteht nach der Reduktion aus drei Bereichen. Dazu zählen eine roheisen-, aluminium-, silizium- sowie titanreiche Phase.

Die bei 1.300 °C reduzierte Probe 2 weist ebenfalls drei Phasen auf. Die in Anhang XLIX und L dargestellten großen hellgrauen Bereiche bestehen fast ausschließlich aus Eisen, was in der dazugehörigen Analyse ersichtlich ist. Die in der Abbildung des Anhanges LI dargestellten Dendriten bestehen überwiegend aus Sauerstoff, Eisen und Titan (Spektrum 1). Der Aluminiumgehalt ist mit 7,5 % ebenfalls zu berücksichtigen. Der hohe Sauerstoffanteil weist wiederum auf einen großen Anteil an oxidischen Phasen hin. Aus Anhang LII sind die Analyse und das Spektrum des dunkelgrauen Bereiches ersichtlich. Dieser setzt sich hauptsächlich aus Sauerstoff, Silizium, Aluminium und Eisen zusammen. Der Eisenanteil dieser Phasen ist wesentlich höher als bei Erzstaub 1. Aufgrund der fein

verteilten Dendriten besteht die Möglichkeit, dass bei der Analyse dieses Bereiches tiefer liegende Verbindungen mitanalysiert wurden.

Der bei 1.200 °C reduzierte Erzstaub 1 besteht aus zwei verschiedenen Phasen. Die in Anhang LIII dargestellte Analyse zeigt, dass eine mit etwas Titan angereicherte Eisenverbindung vorliegt. In Anhang LIV ist eine eisen- und titanreiche Phase abgebildet. Aus der Analyse ist ersichtlich, dass der Eisengehalt im titanreichen Anteil bei sehr hohen Werten liegt (25,54 %). Der Titangehalt der titanreichen Verbindung liegt bei 36,96 %. Beim Vergleich mit der bei 1.300 °C reduzierten Erzstaubprobe 1 ist ein Unterschied von 23,13 % Eisen im titanreichen Anteil festzustellen.

Die Erzstaubprobe 2 verhält sich bei 1.200 °C ähnlich wie Probe 1. Es existiert wiederum eine Eisenphase, allerdings leicht mit Chrom, Titan und Aluminium verunreinigt (siehe Anhang LV). Die in Anhang LVI dargestellte Analyse zeigt, dass der im Spektrum 2 analysierte dunkle Bereich sehr hohe Titan-, Silizium- und Sauerstoffgehalte aufweist. Hier befindet sich die unreduzierte oxidische Phase. Der niedrige Eisengehalt weicht von den Analyseergebnissen der bei 1.200 °C reduzierten Erzstaubprobe 1 ab. Das in Anhang LVII dargestellte Spektrum 2 ist in einem anderen Teilbereich der eingebetteten Probe aufgenommen worden. Hier liegt der Eisengehalt mit 15,17 % wesentlich höher.

Der hellgraue Bereich, welcher im Elektronenbild des Anhangs LVIII abgebildet ist, stellt die Eisenphase (etwa 1 % Titan) der bei 1.100 °C reduzierten Erzstaubprobe 1 dar. Die in Anhang LIX aufgelistete Analyse zeigt eine Verbindung mit einem Eisengehalt von 48,39 % und einem Titangehalt von 27,32 %. Eine sehr an Al, Si, Fe, Na und O reiche dritte Phase ist in Anhang LX dargestellt. Auch kleinere Anteile an Titan, Magnesium und Kalzium sind in dieser Oxidphase enthalten.

Das Elektronenbild der bei 1.100 °C reduzierten Erzstaubprobe 2 ist in Anhang LXI abgebildet. Die eisenreiche Phase ist mit 5,95 % Titan und 0,74 % Chrom angereichert. Die unterschiedlichen Verbindungen sind bei sinkender Temperatur immer schwieriger zu erkennen bzw. zu analysieren. Die Streuung (und somit der Analysefehler) ist wesentlich größer. Das in Anhang LXII dargestellte Spektrum 2 zeigt eine eisen- und titanreiche Oxidphase. Ebenfalls sind darin Al, Na, Mg, Si, Cr, Mn und Kupfer enthalten. In Anhang LXIII ist die Analyse der dunklen Bereiche dargestellt. Der Eisengehalt liegt bei 59,85 % und ist wesentlich höher als der Titangehalt (18,22 %). Durch den geringen Anteil an Sauerstoff ist anzunehmen, dass das Eisen metallisch vorliegt und parallel dazu stabilere Oxide, wie Titanoxid, existieren.

Die Analyse der bei 1.000 °C reduzierten Erzstaubprobe 1 (Anhang LXIV) weist sehr hohe Eisengehalte (87,30 %) auf. In diesem Bereich liegt der Titananteil bei 5,72 %. Der Sauerstoffwert ist mit 4,08 % niedrig, was auf eine Reduktion des Eisens hindeutet. Anhang LXV zeigt die Analyse und das Spektrum über einen etwas größeren Teilbereich der Probe.

Die bei 1.000 °C reduzierte Erzstaubprobe 2 besitzt annähernd dieselbe Zusammensetzung wie die Staubprobe 1 bei dieser Temperatur. Dies lässt sich durch den Vergleich der Elementanalysen der Spektren 1 und 2 aus Anhang LXV bzw. LXVI ermitteln. Das Spektrum 1 in Anhang LXVII weist mit 84,40 % hohe Eisengehalte auf. Der Sauerstoffanteil lässt unreduzierte Oxide vermuten. Die Analyse von Spektrum 3 in Anhang LXVIII zeigt hohe Eisen- und mittlere Titangehalte. Durch den Unterschied in den Helligkeiten ist anzunehmen, dass auch verschiedene Phasen vorliegen. Wie die Analysen aus Anhang LXIX und LXX zeigen, ist die Zusammensetzung der hellen und dunkleren Bereiche allerdings annähernd gleich.

Zusammengefasst sind in Tabelle 7-4 die Eisen- und Titangehalte der titanreichen Phase bei verschiedenen Reduktionstemperaturen dargestellt. Daraus ist ersichtlich, dass das beste Ti/Fe-Verhältnis des Erzstaubes 1 bei 1.300 °C liegt und jenes von Staub 2 bei 1.200 °C.

Tabelle 7-4: Eisen- und Titangehalte der titanreichen Phase von Erzstaub 1 und 2 bei unterschiedlichen Temperaturen

Temperatur in °C	Erzstaub 1			Erzstaub 2		
	Eisengehalt in %	Titangehalt in %	Ti/Fe- Verhältnis	Eisengehalt in %	Titangehalt in %	Ti/Fe- Verhältnis
1.000	56,84	8,69	0,15	75,85	8,4	0,11
1.100	48,39	27,32	0,56	31,86	25,42	0,80
1.200	25,54	36,96	1,45	15,17	37,98	2,50
1.300	2,41	31,45	13,05	28,76	26,34	0,92

7.3.2 Diskussion der Ergebnisse

Grundsätzlich kann festgestellt werden, dass sich in allen Proben zwei bis drei verschiedene Phasen ausbilden. In Abhängigkeit von der Temperatur variieren diese in deren Zusammensetzungen. Ist diese hoch, dann liegen eine eisen-, sowie titanreiche und eine Schlackenphase vor. Die erste ist fast frei von Begleitelementen. Der titanhaltige Anteil ist etwas verunreinigt. Die Schlacke enthält den Rest der Oxide, wobei allerdings Aluminium- und Siliziumoxide den größten Anteil ausmachen. Sinkt die Temperatur, so steigt der Begleitelementanteil in der metallischen Eisenphase und jener der titanreichen Phase. Es

werden nur mehr zwei verschiedene Phasen ausgebildet. Ebenso nimmt der Eisenanteil in der Schlackenphase zu.

In der Abbildung 7-5 ist die Abhängigkeit des Fe- und Ti-Gehaltes (Erzstaub 1) der eisenreichen Phase von der Temperatur dargestellt. Im Falle der Reduktion bei 1.000 °C liegt der Titangehalt im metallischen Eisen bei 5,72 %. Mit zunehmender Temperatur sinkt dieser jedoch ab und es ist bei 1.500 °C praktisch kein Titan mehr im metallischen Eisen enthalten. Zwischen 1.100 und 1.150 °C liegt ein Knickpunkt in den Gehaltskurven vor. Bis zu diesem Punkt sinkt der Titangehalt stark, während der Eisenanteil zunimmt. Danach flachen beide Kurven ab. Dies bedeutet, dass der Einfluss der Temperatur oberhalb des Knickpunktes nur unwesentlich ist. Um so geringer der Titangehalt in der Eisenphase ist, desto kleiner werden auch die Verluste an Titanoxid bei der Aufarbeitung dieses Erzstaubes sein.

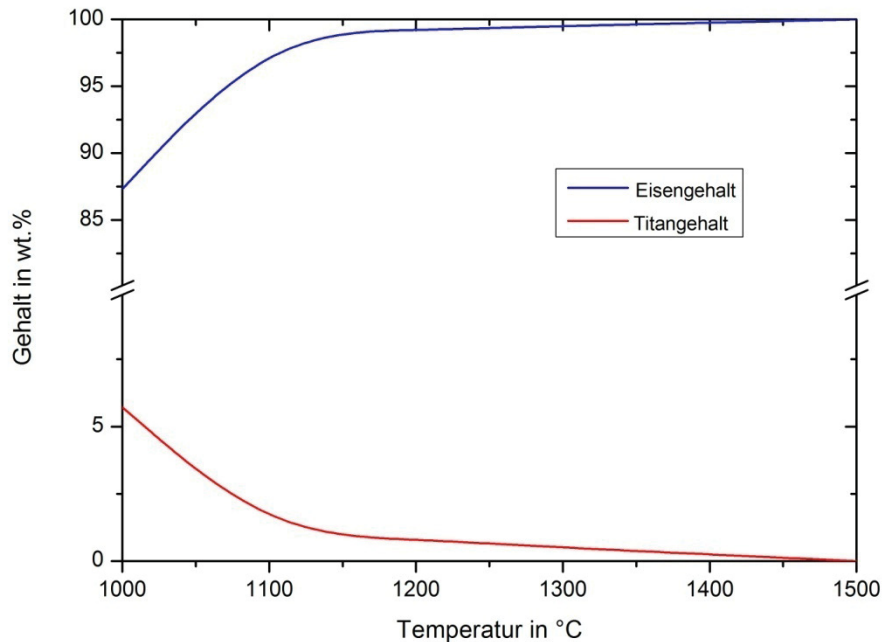


Abbildung 7-5: Fe- und Ti-Gehalt der eisenreichen Phase in Abhängigkeit von der Temperatur (Erzstaub 1)

Der Verlauf der Kurven von Erzstaub 2 unterscheidet sich von jenen des ersten Einsatzmaterials (siehe Abbildung 7-6). Der Fe-Gehalt der eisenreichen Phase steigt bis 1.300 °C nahezu linear an und erreicht dort 100 %. Der Titananteil steigt zu Beginn, erreicht bei zirka 1.100 °C sein Maximum und fällt schließlich bei 1.300 °C auf 0 % ab. Durch die Anreicherung der Eisenphase mit Begleitelementen sinkt der Fe-Gehalt.

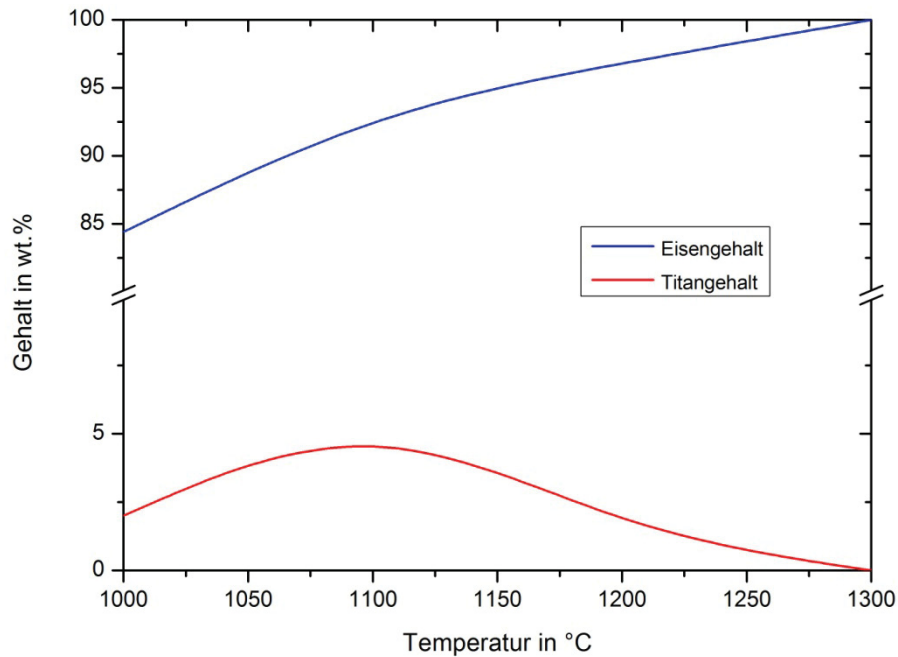


Abbildung 7-6: Fe- und Ti-Gehalt der eisenreichen Phase in Abhängigkeit von der Temperatur (Erzstaub 2)

Abbildung 7-7 zeigt die Verläufe des Fe- und Ti-Gehaltes in der titanreichen Phase in Abhängigkeit der Temperatur. Bei den verwendeten Proben handelt es sich um den Erzstaub 1. Der Eisengehalt sinkt bis 1.300 °C stark ab. Die Titananteil steigt bis zirka 1.200 °C an, erreicht dort sein Maximum und fällt anschließend wieder leicht. Bei 1.300 °C ist der Gehalt der Begleitelemente im reduzierten Material höher, als bei der bei 1.200 °C behandelten Probe.

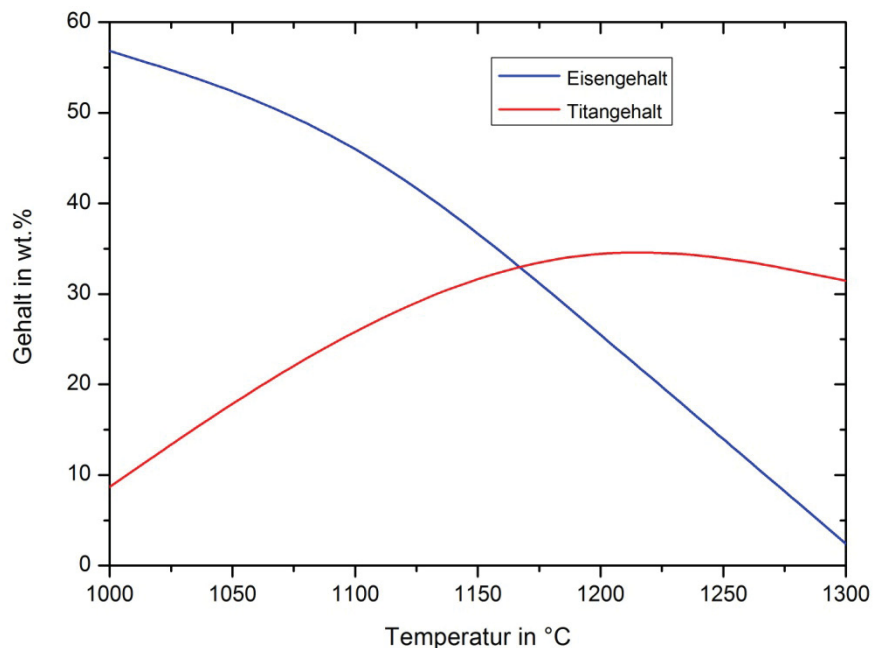


Abbildung 7-7: Fe- und Ti-Gehalt der titanreichen Phase in Abhängigkeit von der Temperatur (Erzstaub 1)

Der Verlauf der Eisenkurven der titanreichen Phasen von Erzstaub 1 und 2 ist deutlich unterschiedlich. In Abbildung 7-8 fällt die Eisenlinie bis 1.200 °C stark ab und steigt anschließend wieder an. Der Verlauf des Titangehaltes ist annähernd gleich wie bei Erzstaub 1. Bis 1.200 °C steigt dieser, erreicht das Maximum und fällt anschließend wieder ab.

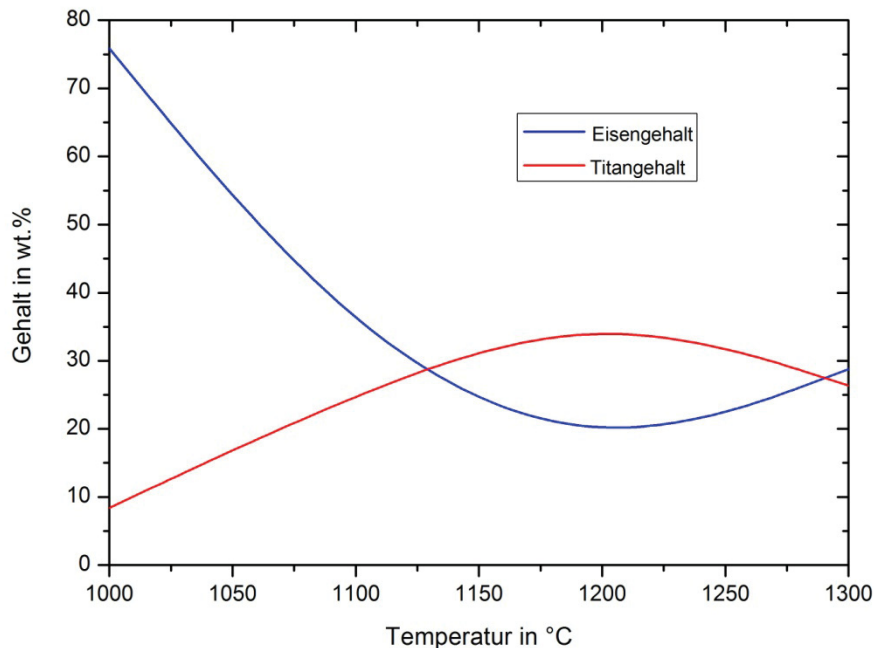


Abbildung 7-8: Fe- und Ti-Gehalt der titanreichen Phase in Abhängigkeit von der Temperatur (Erzstaub 2)

Aus den Wasserstoffversuchen kann festgestellt werden, dass zur Erzeugung einer reinen Eisenphase hohe Temperaturen von Vorteil sind. Der Anteil der Begleitelemente ist dabei ebenfalls niedriger. Ein möglichst hoher Ti-Gehalt der titanreichen Phase wird bei 1.200 °C erzielt. Soll der Eisengehalt in diesem Bereich gering sein, so ist es besser, die Temperatur im oberen Bereich einzustellen. Beim Erzstaub 2 nimmt der Fe-Anteil ab 1.200 °C wieder zu, wodurch sich das Optimum bei dieser Temperatur ergibt.

Das erzielte Produkt kann fein gemahlen werden. Durch Magnetscheidung ist die Trennung der metallischen Eisenphase von den Oxiden möglich. Wie bereits in Kapitel 2 erwähnt, sind diese Oxidphasen sowohl für den Sulfatprozess bei der Titanoxid-Pigmentherstellung, als auch als Rohstoff für die Ferrotitanerzeugung und Titanherstellung über die Chlorierung einsetzbar.

Durch die hohe Stabilität des Titandioxids kann es durch Wasserstoff nicht reduziert werden. Dies belegen auch die im Anhang dargestellten Analysen. In den metallischen Eisenphasen ist nahezu kein Titan vorhanden. In den titanreichen Anteilen ist der Sauerstoffgehalt sehr hoch, wodurch festgestellt werden kann, dass das Titan in oxidischer Form enthalten ist.

8. Reduktionsversuche mit Kohlenstoff

Basierend auf der Literaturrecherche, den thermodynamischen Berechnungen und den Vorversuchen konnten die Parameter zur Versuchsdurchführung festgelegt werden.

8.1 Versuchsaufbau

Als Schmelzaggregat diente ein mit einem Reingrafitiegel betriebener Induktionstiegelofen. Das Abdecken der Schmelze mit einem Grafitdeckel und das Spülen mit Argon erfolgten zur Vermeidung von Reaktionen mit der Umgebungsluft. Zur Begrenzung der Abbrandverluste des Tiegels wurde der Außenraum zwischen den Induktionsspulen und dem Grafitiegel mit Stickstoff gespült.



1. Ofenraum, 2. Deckel, 3. Stickstoffversorgung, 4. Kühlwasserzufuhr, 5. Kippvorrichtung, 6. Argonzufuhr, 7. Thermolement, 8. Steuereinheit

Abbildung 8-1: Aufbau des Versuchstandes mit Kohlenstoff als Reduktionsmittel

8.2 Versuchsdurchführung

Die in Kapitel 5 (Tabelle 5-1 und Tabelle 5-2) angeführten Reduktionsmittelmengen wurden auf 3.000 g Eisenerz (sowohl für Probe 1 als auch für Probe 2) aufgerechnet und die entsprechenden Mischungen hergestellt. In Tabelle 8-1 sind die Reduktionsmittelmengen und -temperaturen den einzelnen Probennummern zugeordnet.

Tabelle 8-1: Reduktionsmittelmengen und –temperaturen

Probennummer	Erzstaubnummer	Temperatur [°C]	Reduktionsmittelmenge [g]
1	1	1.500	810
2	1	1.500	561
3	1	1.600	810
4	1	1.600	561
5	1	1.700	810
6	1	1.700	561
7	2	1.500	780
8	2	1.500	576
9	2	1.600	780
10	2	1.600	576
11	2	1.700	780
12	2	1.700	576

Das Material wurde auf die jeweilige Behandlungstemperatur aufgeheizt und für 30 Minuten gehalten. Die dabei anfallende Schlacke schwamm auf dem stark aufgeköhlten Roheisen in fester Form. Bei 1.500 °C gestaltete sich die Entnahme der Proben schwierig. Mit zunehmender Temperatur wurde die Oxidphase immer teigiger. Die Probenahme erfolgte alle 10 Minuten. Als Analyseaggregat für die Metallphase diente ein Rasterelektronenmikroskop. Der Kohlenstoffgehalt hat dabei keine Signifikanz, da jeglicher Kontakt mit der Probe und Zutritt von Falschluff den Anteil an Kohlenstoff auf der Probenoberfläche verfälscht. Die Schlackenanalyse erfolgte nach dem Mahlen der Proben durch XRF-Untersuchungen.

8.3 Ergebnisse und Diskussion

Durch optische Begutachtung der Schlackenproben war ersichtlich, dass sich bei 1.700 °C aufgrund der intensiven Badbewegung ein großer Anteil an fein verteilter Eisentropfen in der festen Schlackenphase sammelte. Dies ist aus Abbildung 8-2 ersichtlich. Diese Eisenkügelchen lassen sich durch Aufmahlen mit anschließendem Absieben sehr einfach abtrennen.

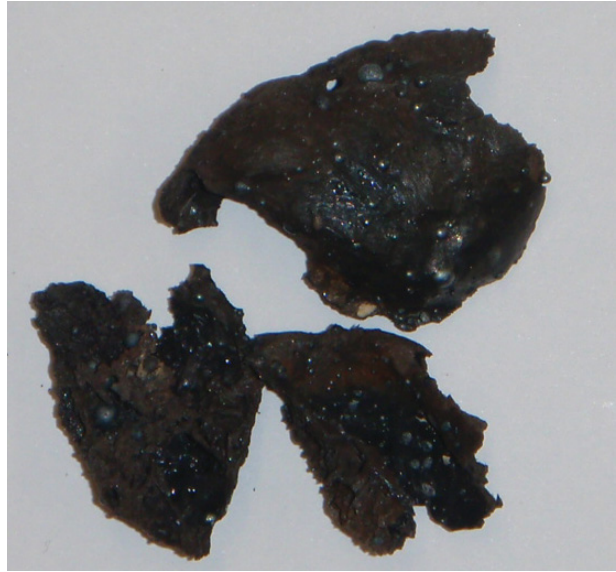


Abbildung 8-2: Schlackenprobe der Probe 1 bei 1.700 °C reduziert

Im unteren Bereich des Grafittiegels war aufgrund der Verschleißerscheinungen ersichtlich, dass Reaktionen zwischen dem Kohlenstoff und dem Eisen stattfanden. Daher ist auch eine Aufkohlung des Eisens durch den Tiegel zu berücksichtigen. Der Angriff des Grafittiegels durch die Schlacke war eher gering.

8.3.1 Ergebnisse der XRF-Analyse

Die aus den Versuchserien mit Kohlenstoff hergestellten Schlacken wurden mittels XRF analysiert. Die Eisen- und Titangehalte aller Proben bei unterschiedlichen Prozessparametern sind in Tabelle 8-2 dargestellt. Die exakten Zusammensetzungen der Oxidphasen ist Tabelle 14-21 bis Tabelle 14-56 (Anhang LXXIX bis XCVI) zu entnehmen.

Tabelle 8-2: Eisen- und Titangehalt der beiden Erzstaubproben bei unterschiedlichen Reduktionsbedingungen und Temperaturen

Erzstaub 1 (stöchiometrische Menge an Kohlenstoff)						
Reduktionsdauer	10 min		20 min		30 min	
Temperatur in °C	Eisengehalt in %	Titangehalt in %	Eisengehalt in %	Titangehalt in %	Eisengehalt in %	Titangehalt in %
1.500	37,41	13,25	16,37	23,54	3,25	28,14
1.600	31,12	13,81	2,49	28,28	2,38	25,59
1.700	3,91	28,68	7,98	26,97	5,59	30,13
Erzstaub 1 (unterstöchiometrische Menge an Kohlenstoff)						
Reduktionsdauer	10 min		20 min		30 min	
Temperatur in °C	Eisengehalt in %	Titangehalt in %	Eisengehalt in %	Titangehalt in %	Eisengehalt in %	Titangehalt in %
1.500	27,63	19,48	17,31	23,88	1,68	29,37
1.600	6,87	26,53	13,63	23,60	6,70	26,45
1.700	1,86	27,91	10,27	24,12	13,51	26,08
Erzstaub 2 (stöchiometrische Menge an Kohlenstoff)						
Reduktionsdauer	10 min		20 min		30 min	
Temperatur in °C	Eisengehalt in %	Titangehalt in %	Eisengehalt in %	Titangehalt in %	Eisengehalt in %	Titangehalt in %
1.500	48,84	8,35	28,13	20,68	9,14	33,42
1.600	2,24	36,54	3,28	34,89	4,56	33,38
1.700	25,36	8,74	45,11	11,64	42,28	11,18
Erzstaub 2 (unterstöchiometrische Menge an Kohlenstoff)						
Reduktionsdauer	10 min		20 min		30 min	
Temperatur in °C	Eisengehalt in %	Titangehalt in %	Eisengehalt in %	Titangehalt in %	Eisengehalt in %	Titangehalt in %
1.500	38,29	14,36	11,17	30,56	2,40	30,55
1.600	13,40	27,88	4,80	32,99	4,22	32,20
1.700	19,43	25,31	12,15	30,78	21,13	25,71

8.3.2 Ergebnisse der REM-Untersuchungen

Wie aus den Abbildungen und Tabellen (Anhang LXXI bis LXXVI) ersichtlich, enthält die Metallprobe hauptsächlich Eisen und Kohlenstoff. Geringe Mengen an Titan und Silizium können ebenfalls vorhanden sein. Dies ist auf die Verbindungsbildung dieser Elemente rückzuführen (z. B. TiC-Bildung). Der Hauptanteil dieser Elemente verbleibt in der Schlacke. Mit steigender Temperatur nimmt auch der Titangehalt der Proben zu. Wie bereits in Kapitel 4.1 erwähnt, lässt sich das Titandioxid ab 1.700 °C (zu einem kleinen Teil) zu metallischem Titan reduzieren. Dies erklärt den erhöhten Titangehalt in der Metallphase bzw. den niedrigeren in der Schlacke.

8.3.3 Diskussion der Ergebnisse

Aus Abbildung 8-3 ist ersichtlich, dass die Schlacke der Erzstaubprobe 1 bei 1.500 °C nach 10 min Haltedauer am meisten Eisen enthält. Bei 1.600 °C enthält die Schlacke sowohl nach 20, als auch 30 Minuten Reduktionsdauer sehr wenig Fe (2,49 % bzw. 2,38 %). In diesem Zeitfenster besitzt die Schlacke auch ein sehr hohes Ti/Fe-Verhältnis. Dies widerspricht den in Kapitel 2.1 angeführten Aussagen, dass sich der Eisenanteil mit zunehmender Zeit durch Eiseneinschlüsse erhöht. Während der Versuchsserie wurde festgestellt, dass das Eisen bei 1.700 °C sehr stark zu „kochen“ beginnt, wodurch Eisentropfen in und auf der festen bzw. teigigen Schlacke verbleiben können. Die starke Badbewegung lässt sich durch das Entweichen von gasförmigen Komponenten erklären. Der Titangehalt variiert nach 10 min bei den unterschiedlichen Temperaturen sehr stark. Ab 1.600 °C ist ein starker Anstieg zu verzeichnen. Der höchste Titangehalt (30,13 %) liegt bei 1.700 °C und einer Reduktionsdauer von 30 min vor.

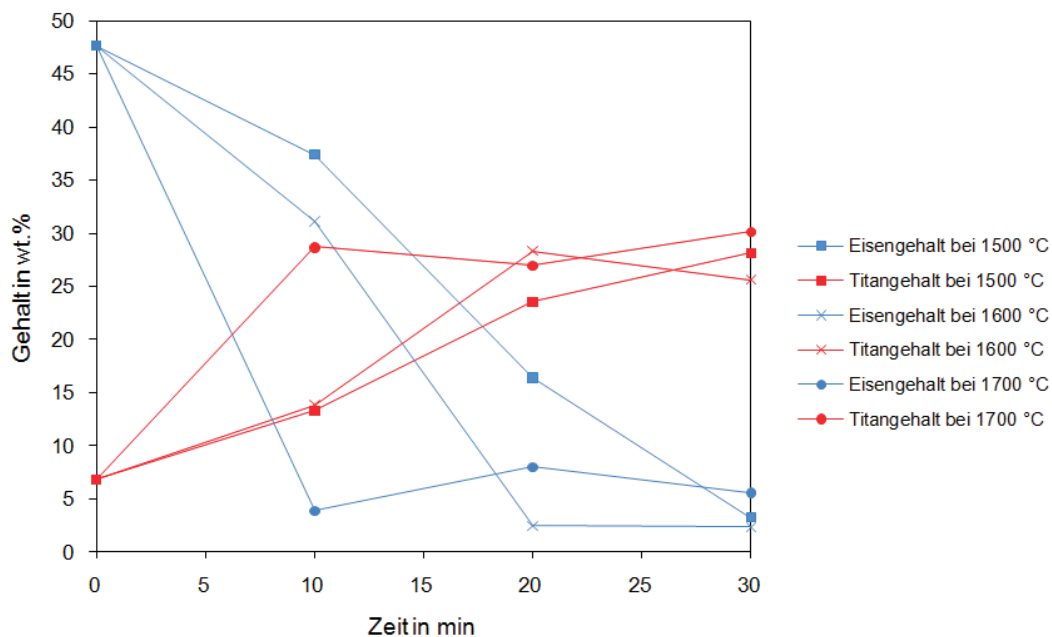


Abbildung 8-3: Eisen- und Titangehalt der Schlacke in Abhängigkeit der Temperatur bei stöchiometrischem Kohlenstoffgehalt (Erzstaub 1)

In Abbildung 8-4 sind der Verlauf der Eisen- und Titangehalte der Schlacke in Abhängigkeit der Temperatur bei einem unterstöchiometrischem Anteil an Kohlenstoff als Reduktionsmittel bei variabler Zeit dargestellt. Der Eisengehalt nach 30 min steigt konstant bis 1.700 °C an, während dieser nach 20 min kontinuierlich abfällt. Das beste Verhältnis von Ti/Fe in der Schlacke liegt bei 1.500 °C nach 30 min vor. Ebenfalls sind die Differenzen bei 1.600 °C nach 10 und 30 min Reduktionszeit groß. Die Ti-Kurven bleiben von 1.600 – 1.700 °C bei

allen drei Zeiten konstant. Der höchste Titangehalt (29,37 %) wird nach 30 min bei 1.500 °C erzielt. In diesem Bereich ist auch der Eisenanteil (1,68 %) am niedrigsten.

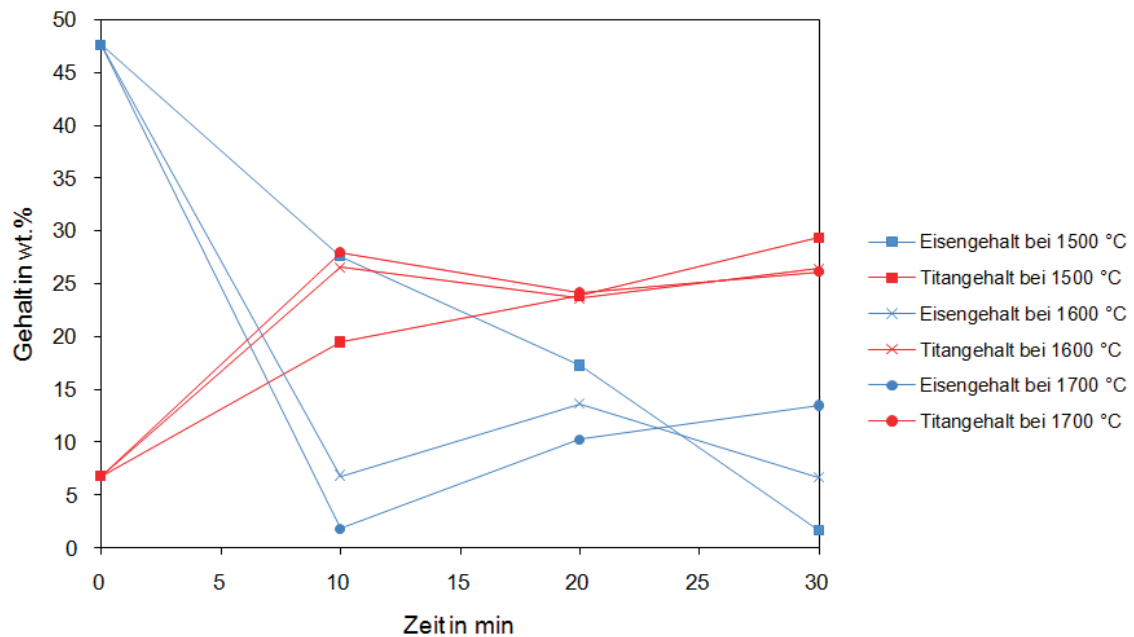


Abbildung 8-4: Eisen- und Titangehalt der Schlacke in Abhängigkeit der Temperatur bei unterstöchiometrischem Kohlenstoffgehalt (Erzstaub 1)

Das Optimum der Temperatur des bei stöchiometrischem Reduktionsmittelgehalt reduzierten Erzstaubes 2 liegt bei 1.600 °C. Das beste Ergebnis wird dabei nach einer Reduktionsdauer von 10 min erzielt, weil danach wiederum, aufgrund des mangelnden C-Anteiles eine Oxidation der Metalle erfolgt. Der Ti-Gehalt der Schlacke liegt bei 36,54 % und der Eisengehalt bei 2,24 %. Hier ist das größte Ti/Fe-Verhältnis in der Oxidphase bei allen drei Reduktionszeiten von 10, 20 und 30 min (siehe Abbildung 8-5). Die Eisengehalte der Schlackenproben steigen von 1.600 °C auf 1.700 °C stark an.

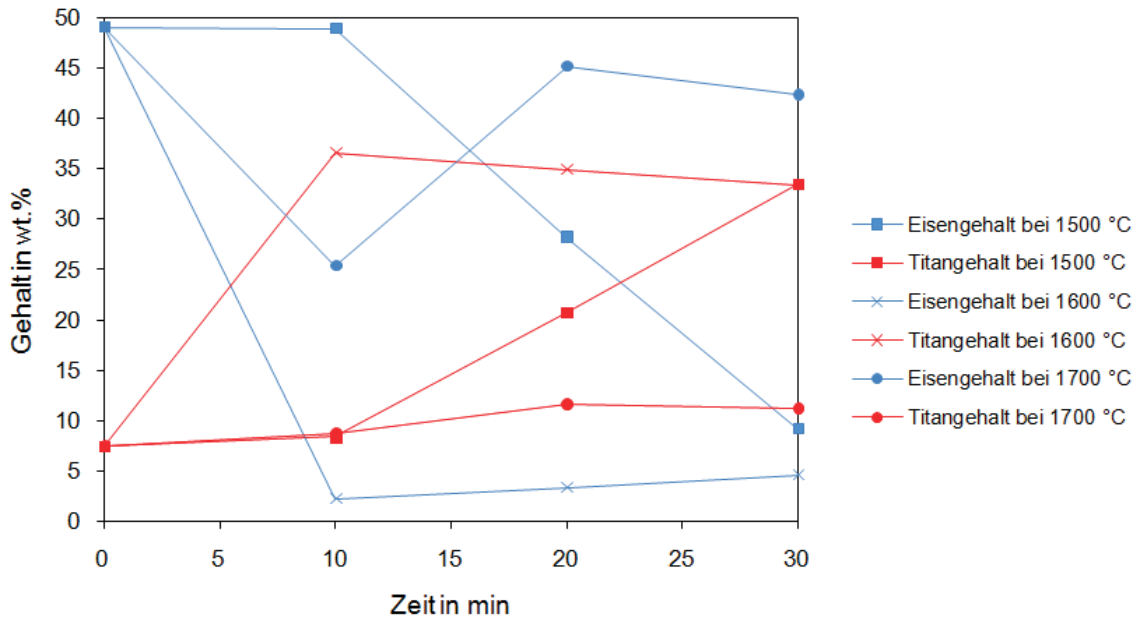


Abbildung 8-5: Eisen- und Titangehalt der Schlacke in Abhängigkeit der Temperatur bei stöchiometrischem Kohlenstoffgehalt (Erzstaub 2)

Einen ähnlichen Kurvenverlauf zeigen die bei unterstöchiometrischem Kohlenstoffgehalt reduzierten Proben des Erzstaubes 2. Das beste Verhältnis von Titan zu Eisen liegt wieder bei 1.600 °C. Der höchste Titangehalt (32,99 %) wird bei 1.600 °C nach 20 minütiger Reduktion erzielt. Der niedrigste Eisenanteil (2,4 %) liegt bei 1.500 °C und einer Reduktionsdauer von 30 min vor. Der Eisengehalt steigt ab 1.600 °C bei allen Proben, unabhängig von der Reduktionszeit, an.

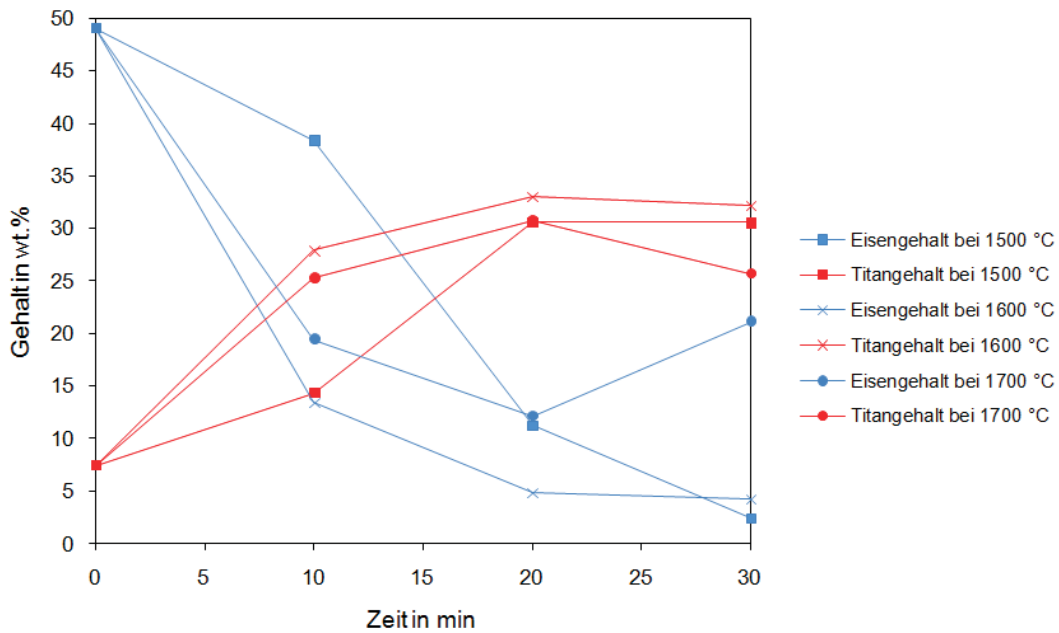


Abbildung 8-6: Eisen- und Titangehalt der Schlacke in Abhängigkeit der Temperatur bei unterstöchiometrischem Kohlenstoffgehalt (Erzstaub 2)

9. Vergleich der Versuchsergebnisse und Empfehlungen

In diesem Kapitel werden die Versuchsergebnisse der Wasserstoff- und Kohlenstoffreduktionsversuche miteinander verglichen sowie die besten Resultate explizit dargestellt.

9.1 Vergleich der Versuchsergebnisse

Die mit Wasserstoff behandelten Proben weisen Phasen höherer Titangehalte (bis 37,98 %) auf, welche allerdings sehr schwer abzutrennen sind. Die höchsten Titanwerte werden bei beiden Erzstäuben bei 1.200 °C erzielt (36,96 % bzw. 37,98 %). Allerdings ist auch die vom Rasterelektronenmikroskop detektierte Eisenmenge beträchtlich (25,54 % bzw. 15,17 %). Die Reduktion von Erzstaub 1 bei 1.300 °C weist das beste Ti/Fe-Verhältnis auf.

Die durch Reduktion von Erzstaub 1 bei unterstöchiometrischem Kohlenstoffgehalt hergestellte Schlacke besitzt nach einer Reduktionsdauer von 30 min bei 1.500 °C den höchsten Titangehalt (29,37 %) und den niedrigsten Eisenanteil (1,68 %).

Bei der Erzstaubprobe 2 werden die besten Versuchsergebnisse bei 1.600 °C und einem stöchiometrischen Kohlenstoffgehalt erzielt. Der höchste Titangehalt liegt bei 36,54 % nach einer Reduktionsdauer von 10 min. Ebenso ist der Eisengehalt mit 2,24 % sehr niedrig.

Bei den Kohlenstoffversuchen kann die Schlacke einfach durch Abstechen des flüssigen Eisens von der festen Schlacke getrennt werden. Somit liegen die titan- und die eisenreiche Phase getrennt vor. Weitere Vorteile der Reduktion mit Kohlenstoff sind dessen gutes Reduktionspotenzial bei hohen Temperaturen sowie der günstige Preis. Durch die Reduktion mit Kohlenstoff ist allerdings mit Titanverlusten, beispielsweise durch die TiC-Bildung, zu rechnen.

Für die Herstellung von titanreichen Vormaterialien ist der Siliziumgehalt wichtig. Dieses Element ist edler als Titan und liegt im Richardson-Ellingham-Diagramm knapp neben der Titanlinie. Aus diesem Grund ist das Silizium schwer abtrennbar. Es ergibt sich ein Verhältnis von Ti/Si, welches bei den wasserstoffreduzierten Materialien in der titanreichen Phase bei 1.300 °C 6,9 bzw. 26,9 (Erzstaub 1 bzw. 2) beträgt. Der größte Teil des Siliziums sammelt sich in der Schlackenphase. Die beiden Schlacken mit den höchsten Titangehalten weisen ein Ti/Si-Verhältnis von 4,1 (Erzstaub 1, 1.500 °C, 30 min Haltezeit und stöchiometrischem Kohlenstoffgehalt) bzw. 9,1 (Erzstaub 2, 1.600 °C, 10 min Haltedauer und überstöchiometrischem C-Gehalt) auf.

9.2 Empfehlungen

Anhand der Berechnungen mittels FactSage™ ist ersichtlich, dass sich theoretisch bei der Reduktion mit Wasserstoff der höchste Titangehalt (TiO_2 und Ti_2O_3) der Schlacke bei 1.500 °C sowohl bei stöchiometrischen, als auch überstöchiometrischen Wasserstoffmengen einstellt. Das bedeutet, dass die Reaktion des Titanoxides mit Wasserstoff unabhängig von der Wasserstoffmenge ist und der Titanoxidgehalt der Schlacke lediglich mit der Temperatur korreliert. Um eine titanoxidreiche Schlacke zu erhalten, darf die Temperatur bei den Kohlenstoffversuchen 1.710 °C nicht überschreiten. Ab diesem Wert tritt theoretisch bei stöchiometrischen Kohlenstoffverhältnissen ebenfalls ein Teil als metallisches Titan auf. Bei einem unterstöchiometrischen Kohlenstoffgehalt liegt laut FactSage™ auch bei 1.800 °C noch kein Ti vor. Es ist somit ersichtlich, dass der Titanoxidgehalt der Schlacke bei Kohlenstoff stark vom Reduktionsmittelgehalt und nicht von der Temperatur abhängt.

Im Rahmen der Versuchsreihen wurde festgestellt, dass sich ein Dreiphasensystem bei der Wasserstoffreduktion einstellt. Die Temperatur ist möglichst hoch einzustellen, da eine annähernd reine Eisenphase auszufließen beginnt und ein verunreinigter titanreicher Rückstand überbleibt.

Praktisch war bei den Wasserstoffreduktionsversuchen ein hoher Titangehalt (bei Erzstaub 2 bis $37,98\%$) in der Oxidphase zu erzielen, jedoch ist auch der Eisengehalt der Schlacke hoch ($15,17\%$). Durch bestimmtes Einstellen der Temperatur, der Reduktionszeit und der Reduktionsmittelmenge lassen sich bei den Kohlenstoffreduktionsversuchen ebenfalls hohe Titangehalte (Erzstaub 2 bis $36,54\%$) und geringe Eisenwerte ($2,24\%$) erzielen.

Aufgrund der zuvor erwähnten Vorteile, ist Kohlenstoff als Reduktionsmittel zu bevorzugen. Die sich möglicherweise bildenden Titankarbide lassen sich durch einen optimierten Prozess minimieren (siehe Kapitel 2.1).

Um eine praktische Anwendbarkeit dieses Verfahren gewährleisten zu können, sind allerdings verschiedenste Prozessoptimierungen notwendig. Dazu zählen:

- Kürzere Abstände bei der Probennahme
- Optimierung der Reduktionsmittelmenge unter Berücksichtigung der Aufkohlung durch den Grafitiegel
- Kleinere Temperaturintervalle wählen

10. Zusammenfassung und Ausblick

Bei der Eisenerzaufbereitung fallen erhebliche Mengen an Rückständen an, welche für den momentanen Stand der Technik zu geringe Gehalte an Wertmetallen besitzen. Aufgrund der ständig sinkenden Deponiekapazitäten und den steigenden Kosten für die Deponierung ist jedoch die Nachfrage nach einer Reststoffaufarbeitung sehr groß.

Durch den geringen Titangehalt dieses Aufbereitungsrückstandes ist es nicht zielführend, direkt über Reduktionsprozesse Ferrotitan herzustellen, da sich dieses erst ab einem Gehalt von zirka 50 % Titan vermarkten lässt. Am besten eignet sich FeTi70 aufgrund des hohen Ti-Gehaltes und den günstigen Schmelzeigenschaften für die Stahlindustrie.

Als ersten Teilschritt der gesamten Verfahrensrouten ist die Abtrennung des Eisens durch Zufuhr eines Reduktionsmittels bei hohen Temperaturen zu nennen. Für diesen Prozess kommen unter anderem Wasserstoff und Kohlenstoff in Frage. Eventuell besteht auch die Option, ein H₂-CO-Gemisch zu verwenden, wobei zu untersuchen ist, ob das Titandioxid vollständig reduziert wird, oder nur Magneli-Phasen entstehen. Die Reduktion von Eisenoxid ist mit diesem Gasgemisch auf jeden Fall möglich.

Angelehnt an die konventionellen Verfahrensrouten wurden unterschiedliche Experimente durchgeführt, um ein verkaufsfähiges Produkt zu gewinnen. Zu Beginn erfolgten zahlreiche Vorversuche, mit dem Ziel, das Material zu charakterisieren und die Schmelzeigenschaften festzustellen. Im Rahmen der Voruntersuchungen kamen Methoden wie XRF-, EDX-, XRD-, Hochtemperaturerhitzungs- und DSC-Analysen, sowie thermodynamische Berechnungen mit HSC 6.1 und FactSage™ 6.0, zum Einsatz. Anhand dieser Verfahren und Programme wurden für die nachfolgenden Hauptversuche die einzelnen Prozessparameter festgelegt.

Die Wasserstoffreduktionsversuche erfolgten in einem Röhrenofen. Die Durchflussrate des Argon-Wasserstoff-Gemisches (25 Vol.% H₂) war für alle Versuche gleich (8 l/min). Die Temperatur variierte zwischen 900 und 1.500 °C und die Haltedauer bei Behandlungstemperatur betrug 60 min.

Die Kohlenstoffreduktionsversuche erfolgten in einem Induktionstiegelofen. Bei diesen Experimenten variierten die Kohlenstoffmenge (stöchiometrisch bzw. unterstöchiometrisch) und die Behandlungstemperatur (1.500 – 1700 °C). Zwischen Tiegel und Ofenausmauerung erfolgte zur Verminderung des Tiegelabbrandes das Spülen mit Stickstoff. Die Oxidationsverluste und die Reaktion des Schmelzgefäßes mit der Umgebungsluft im Inneren des Tiegels wurden durch Spülen mit Argon eingedämmt. Die Probenahme vom Metall und der Schlacke erfolgte ab Erreichen der Behandlungstemperatur nach 10, 20 und 30 min.

Die Untersuchung des durch Wasserstoff- und Kohlenstoffreduktion erzeugten Materials war mit einer Rasterelektronenmikroskopie und die Bestimmung der Schlacken-zusammensetzung mittels einer XRF-Untersuchung gewährleistet.

Aufgrund des Vergleiches der Ergebnisse von beiden Versuchsreihen kann festgestellt werden, dass sich bei der Wasserstoffreduktion etwas mehr Titan in der titanreichen Phase anreichert, allerdings ist hier eine aufwändige Trennung der einzelnen Phasen erforderlich. Außerdem weisen diese titanreichen Phasen sehr hohe Eisengehalte auf. Die mit Kohlenstoff reduzierten Proben können bis zirka 37 % Titan enthalten, wobei jedoch auch der Eisengehalt in der Schlacke wesentlich niedriger ist. Hier besteht wiederum der Nachteil des hohen Siliziumgehaltes in der Schlacke, welcher sehr schwer zu erniedrigen ist. Mögliche Abtrennungsverfahren und -prozesse sind in Folge weiterer Versuche abzuklären. Die Separation von Eisen erweist sich als gut, allerdings ist der TiO_2 -Gehalt (bis 51 %) im Vergleich zu synthetischen Schlacken (zirka 70 – 80 %) sehr gering. Ein weiteres Anreichern wäre durch das Abtrennen des Siliziums oder anderer Verunreinigungen möglich. Dies ist allerdings mit einem zusätzlichen Prozessschritt und steigenden Kosten der Aufarbeitung dieses Erzstaubs verbunden.

11. Literaturverzeichnis

- [1] Volkert, G., K. D. Frank: Metallurgie der Ferrolegierungen. 2. neubearbeitete und erweiterte Auflage – Springer Verlag Berlin Heidelberg New York, 1972, 596 – 618.
- [2] Zwicker, U.: Titan und Titanlegierungen. Band 21 – Springer Verlag Berlin Heidelberg New York, 1974, 4 – 29.
- [3] Technische Universität Braunschweig: Titan und Titanlegierungen. Online im Internet: <<http://www.tu-braunschweig.de/Medien-DB/titanlabor.pdf>> (Abruf 12.03.2009)
- [4] Reiche, A.: Herstellung von Titan. Online im Internet: <<http://andy-reiche.de/Download/Herstellung%20von%20Titan.pdf>> (Abruf 12.03.2009)
- [5] Pourabdoli, M. und andere: A new process for the production of ferrotitanium from titania slag. Canadian Metallurgical Quarterly 46 Nr. 1 (2007), 17 – 23.
- [6] Council for Mineral Technology: The Production of Ferrotitanium in a d.c. transferred-arc plasma furnace. Online im Internet: <<http://www.pyrometallurgy.co.za/Mintek/Files/1986Brent.pdf/>> (Abruf 24.03.2009)
- [7] Sokolov, V. M. und andere: Aluminothermic studies of a liquid partial reduced ilmenit. Minerals Engineering 21 (2008), 143 – 149.
- [8] Pourabdoli, M. und andere: Production of high titania slag by Electro-Slag Crucible Melting (ESCM) Process. International Journal of Mineral Processing 78 (2006), 175 – 181.
- [9] El-Fawakhry, K. A. M. und andere: Investigation of a new technology for production of ferrotitanium. Scandinavian Journal of Metallurgy 19 (1990), 187 – 190.
- [10] Wang, N.: Methods of High-Ti Ferrotitanium production. Proceedings of Xi'an International Titanium Conference (1998), Xian, China, 1135 – 1140.
- [11] Reznichenko, V. A. und andere: Preparation of High-Titanium slags. Proceedings of the 3rd International Conference on Titanium and Titanium alloys (1982), New York, 79 – 100.
- [12] Science and Technology Centre Ukraine: Aluminothermic reduction of oxides with liquid start. Online im Internet: <http://www.stcu.int/documents/reports/distribution/tpf/materials/materials_technology/hannover%20184.pdf> (Abruf 01.04.2009)
- [13] Hussein, M. K., S. E. Khalil, A. M. Belal: Studies on some factors affecting the Production of Ferrotitanium from black sand Ilmenit by the aluminothermic process. Egypt. J. Chem. 15 Nr. 2 (1972), 145 – 156.

- [14] Lan, Y. Z., J. Liu, R. W. Smith: Effect of the heat of reaction during the aluminothermic process of Ilmenite. *Acta Metallurgica Sinica* 18 Nr. 2 (2005), 173 – 176.
- [15] Park, E., O. Ostrovski: Reduction of Titania-Ferrous Ore by Hydrogen. *ISIJ International* 44 Nr. 6 (2004), 999 – 1005.
- [16] Elvers, B., S. Hawkins, G. Schulz: *Ullmann's Encyclopedia of industrial chemistry* Volume 20A. 5. Auflage – VCH Verlag Weinheim, 1992.
- [17] Analytic Consult: Grundlagen der Röntgenfluoreszenzanalyse. Online im Internet: <<http://www.analyticconsult.de/rfaoxfordinstruments/51006798f40b5b301.html>> (Abruf 09.04.2009)
- [18] Chemie Universität Freiburg: EDX : Energy Dispersive X-ray Analysis. Online im Internet: <<http://www.polymermicroscopy.com/edx.htm>> (Abruf 06.01.2007)
- [19] Helmut Fischer GmbH+Co.KG: Kompetenz und Wissen – Röntgenfluoreszenz-Messgeräte für Schichtdickenmessung und Materialanalyse. Online im Internet: <http://www.helmut-fischer.com/globalfiles/DE_X-RAY_DE_0103.pdf> (Abruf 06.01.2007)
- [20] TU Clausthal: Aufbau eines wellenlängendispersiven Röntgenfluoreszenzspektrometers. Online im Internet: <<http://www.immr.tu-clausthal.de/geoch/labs/XRF/RFA/Kapitel2.html>> (Abruf 06.01.2007)
- [21] TU Kaiserslautern: Röntgendiffrakometrie (X-Ray Diffraktion). Online im Internet: <<http://www.ifos.uni-kl.de/pages/verfahren/verfahren/XRD.htm>> (Abruf: 10.04.2009)
- [22] Homepage Factsage: General information about FactSage – The Integrated Thermodynamic Databank System. Online im Internet: <http://www.crct.polymtl.ca/factsage/fs_general.php> (Abruf: 10.04.2009)
- [23] chemITServices: HSC chemistry 6.1. Online im Internet: <http://www.chemits.com/HSC_Chemistry_6.1-96-de.html> (Abruf: 10.04.2009)
- [24] Görke, R., K. J. Leers: Automatisierung eines Erhitzungsmikroskops mit Hilfe digitaler Bildverarbeitung. *Keramische Zeitschrift* 48 Nr. 4 (1996), 300 – 305.
- [25] DIN 51730:1998-04: Prüfung fester Brennstoffe – Bestimmung des Asche-Schmelzverhaltens. Beuth Verlag (2007), 1 – 16.
- [26] Gaber, A. und andere: Study of the developed precipitates in Al-0.63Mg-0.37Si-0.5Cu (wt.%) alloy by using DSC and TEM techniques. *Journal of Alloys and Compounds*. Article in Press, Corrected Proof (2006), 1 – 7.

- [27] Universität Basel: Aufbau und Funktion eines Rasterelektronenmikroskopes (REM). Online im Internet: <http://pages.unibas.ch/SEM/tafeln_REM_kellerWEB/aufbau.html> (Abruf: 10.04.2009)
- [28] Universität Ulm: Das Rasterelektronenmikroskop. Online im Internet: <<http://www.uni-ulm.de/elektronenmikroskopie/REMHerbst2001.html>> (Abruf: 10.04.2009)
- [29] Vanadiumpentoxid. Online im Internet: <<http://www.gifte.de/Chemikalien/vanadiumpentoxid.htm>> (Abruf: 14.04.2009)
- [30] Firma VWR International GmbH: Rohröfen. Online im Internet: <http://www.laborpartner.at/pdf/CARBO_Rohroefen_dt.pdf> (Abruf: 26.04.2009)
- [31] Parfenov, O. G., G. L. Pashkov: Peculiarities of the Subchlorid Metallurgy of Titanium. Russian Journal of Non-Ferrous Metals 50 Nr. 2 (2009), 102 – 107.
- [32] Galgali, R. K., H. S. Ray, A. K. Chakrabarti: A Study on Carbothermic Reduction of Ilmenit Ore in a Plasma Reactor. Metallurgical and Materials Transactions B 29B (1998), 1175 – 1180.

12. Abbildungsverzeichnis

Abbildung 2-1: Schematische Darstellung des ESCM-Ofens [8]	5
Abbildung 2-2: Eisenausbringen in Abhängigkeit vom Kohlenstoffgehalt [8]	6
Abbildung 2-3: Oxidäquivalente über Reduktionsmittelmenge [8].....	6
Abbildung 2-4: Eisenausbringen in Abhängigkeit der Reduktionszeit [8]	7
Abbildung 2-5: Oxidäquivalente der Schlacke in Abhängigkeit der Reduktionszeit [8]	7
Abbildung 2-6: Schematischer Aufbau des Festbettreaktors nach Park u. a. [15].....	10
Abbildung 2-7: Reduktion von Eisensand mit einer 25 Vol.% H ₂ -Ar-Gasmischung in Abhängigkeit unterschiedlicher Temperaturen [15]	11
Abbildung 2-8: Einfluss der Variation des Wasserstoffgehaltes im Reduktionsgas [15]	12
Abbildung 2-9: Gleichgewichtsdiagramm der Abhängigkeit Partialdruckverhältnis H ₂ /H ₂ O und der Temperatur [15]	13
Abbildung 3-1: Abhängigkeit der freien Reaktionsenthalpien von der Temperatur [1]	16
Abbildung 3-2: Prozessüberblick bei der Herstellung von TiCl ₄ [4]	18
Abbildung 3-3: Bilanz zur Herstellung einer Tonne Titan mittels Krollverfahren [2]	21
Abbildung 3-4: Schematischer Ablauf der Reduktion mit Natrium [2]	22
Abbildung 3-5: Thermodynamisches Gleichgewicht der Reaktionsprodukte in Abhängigkeit der Temperatur [31]	24
Abbildung 4-1: Einfluss der Aluminiummenge auf die Metallausbeute [1]	28
Abbildung 4-2: Auswirkungen eines Kalkzusatzes auf die Metallausbeute [1].....	29
Abbildung 4-3: Einfluss der Vorwärmtemperatur auf die Metallausbeute [1]	30
Abbildung 4-4: Auswirkung der Reaktionswärme auf das Ti- und FeTi-Ausbringen und den Aluminiumgehalt der Ferrolegierung [14].....	30
Abbildung 4-5: Einfluss eines Rutilzusatzes und Zusammensetzung des Ferrotitans [1]	31
Abbildung 4-6: Einfluss des BaO ₂ -Zusatzes [1].....	31
Abbildung 4-7: Schematischer Aufbau des ESCM-Ofens [5]	33
Abbildung 4-8: Flussschema bei der Ferrotitanproduktion [5].....	34
Abbildung 4-9: Einfluss der Reduktionsmittelmenge auf das Ferrotitanausbringen [5]	35
Abbildung 4-10: Einfluss der Aluminiummenge auf den Al- und Ti-Gehalt im FeTi [5]	35
Abbildung 4-11: Einfluss des CaO/Al ₂ O ₃ -Verhältnisses auf das FeTi-Ausbringen [5].....	36
Abbildung 4-12: Einfluss des CaO/Al ₂ O ₃ -Verhältnisses auf den Ti- und Al-Gehalt der Ferrolegierung [5].....	36
Abbildung 4-13: Ferrotitanproduktion mit flüssiger Schlacke [7]	37
Abbildung 4-14: Schematische Darstellung des ESCR-Ofen [7].....	38
Abbildung 4-15: Materialflussschema und Massenbilanz [7]	39
Abbildung 5-1: Aufbau und Funktionsweise einer DSC-Anlage	47
Abbildung 6-1: Mit Facsage ermitteltes Diagramm der stöchiometrisch mit Wasserstoff behandelten Probe 1	50

Abbildung 6-2: Mit Factsage ermitteltes Diagramm der mit stöchiometrischem Kohlenstoffgehalt behandelten Probe 1.....	53
Abbildung 6-3: Verhalten der Probe 1 im Schmelzmikroskop beim Aufheizen unter N ₂ -Atmosphäre	58
Abbildung 6-4: Vergleich der beiden Erzstaubproben unter N ₂ -Atmosphäre	59
Abbildung 6-5: Erzstaubproben mit Wasserstoff reduziert	60
Abbildung 6-6: Verhalten der Probe 2 im Schmelzmikroskop beim Aufheizen unter H ₂ -Atmosphäre	60
Abbildung 6-7: Vergleich der beiden Erzstaubproben unter H ₂ -Atmosphäre	61
Abbildung 6-8: Stöchiometrische Reduktion der Probe 1 mit Kohlenstoff	62
Abbildung 6-9: Reduzierte Probe 1 mit einer Kohlenstoffmenge ausschließlich zur Reduktion der Eisenoxide	62
Abbildung 6-10: Mit einer stark unterstöchiometrischen Reduktionsmittelmenge reduzierte Probe 1	63
Abbildung 6-11: Darstellung der Flächenabnahme über die Temperatur der mit Kohlstoff reduzierten Erzstaubproben 1.....	63
Abbildung 6-12: Überlagerung der Fläche-Temperaturkurven von der Erzstaubprobe 1	64
Abbildung 6-13: Untersuchtes Spektrum 1 des Rückstandes	65
Abbildung 6-14: Spektrum 2 des Rückstandes	66
Abbildung 6-15: Verhalten der Erzstaubprobe 1 im DSC-Versuch	68
Abbildung 7-1: Rohofen für die Wasserstoffreduktionsversuche	69
Abbildung 7-2: Alsint-Glühschale mit Erzstaubprobe 1	70
Abbildung 7-3: Schiffchen 3, 4, 5 und 6 (von oben nach unten)	72
Abbildung 7-4: Darstellung eines Siliziumeinschlusses der bei 1.500 °C reduzierten Probe 1 (Spektrum 2)	74
Abbildung 7-5: Fe- und Ti-Gehalt der eisenreichen Phase in Abhängigkeit von der Temperatur (Erzstaub 1).....	77
Abbildung 7-6: Fe- und Ti-Gehalt der eisenreichen Phase in Abhängigkeit von der Temperatur (Erzstaub 2).....	78
Abbildung 7-7: Fe- und Ti-Gehalt der titanreichen Phase in Abhängigkeit von der Temperatur (Erzstaub 1).....	78
Abbildung 7-8: Fe- und Ti-Gehalt der titanreichen Phase in Abhängigkeit von der Temperatur (Erzstaub 2).....	79
Abbildung 8-1: Aufbau des Versuchstandes mit Kohlenstoff als Reduktionsmittel	80
Abbildung 8-2: Schlackenprobe der Probe 1 bei 1.700 °C reduziert.....	82
Abbildung 8-3: Eisen- und Titangehalt der Schlacke in Abhängigkeit der Temperatur bei stöchiometrischem Kohlenstoffgehalt (Erzstaub 1)	84
Abbildung 8-4: Eisen- und Titangehalt der Schlacke in Abhängigkeit der Temperatur bei unterstöchiometrischem Kohlenstoffgehalt (Erzstaub 1)	85
Abbildung 8-5: Eisen- und Titangehalt der Schlacke in Abhängigkeit der Temperatur bei stöchiometrischem Kohlenstoffgehalt (Erzstaub 2)	86
Abbildung 8-6: Eisen- und Titangehalt der Schlacke in Abhängigkeit der Temperatur bei unterstöchiometrischem Kohlenstoffgehalt (Erzstaub 2)	86

Abbildung 14-1: RDA-Auswertung Probe 1	I
Abbildung 14-2: RDA-Auswertung Probe 2	II
Abbildung 14-3: Mit Facsage ermitteltes Diagramm der stöchiometrisch mit Wasserstoff behandelten Probe 1	XIX
Abbildung 14-4: Mit Facsage ermitteltes Diagramm der überstöchiometrisch mit Wasserstoff behandelten Probe 1	XX
Abbildung 14-5: Mit Facsage ermitteltes Diagramm der mit unterschiedlichen Wasserstoff- gehalten behandelten Probe 1 bei 1.000 °C	XXI
Abbildung 14-6: Mit Facsage ermitteltes Diagramm der mit unterschiedlichen Wasserstoff- gehalten behandelten Probe 1 bei 1.200 °C	XXII
Abbildung 14-7: Mit Facsage ermitteltes Diagramm der mit unterschiedlichen Wasserstoff- gehalten behandelten Probe 1 bei 1.400 °C	XXIII
Abbildung 14-8: Mit Facsage ermitteltes Diagramm der mit unterschiedlichen Wasserstoff- gehalten behandelten Probe 1 bei 1.600 °C	XXIV
Abbildung 14-9: Mit Facsage ermitteltes Diagramm der stöchiometrisch mit Wasserstoff behandelten Probe 2	XXV
Abbildung 14-10: Mit Facsage ermitteltes Diagramm der überstöchiometrisch mit Wasserstoff behandelten Probe 2	XXVI
Abbildung 14-11: Mit Facsage ermitteltes Diagramm der mit unterschiedlichen Wasserstoff- gehalten behandelten Probe 2 bei 1.000 °C	XXVII
Abbildung 14-12: Mit Facsage ermitteltes Diagramm der mit unterschiedlichen Wasserstoff- gehalten behandelten Probe 2 bei 1.200 °C	XXVIII
Abbildung 14-13: Mit Facsage ermitteltes Diagramm der mit unterschiedlichen Wasserstoff- gehalten behandelten Probe 2 bei 1.400 °C	XXIX
Abbildung 14-14: Mit Facsage ermitteltes Diagramm des mit unterschiedlichen Wasserstoff- gehalten behandelten Probe 2 bei 1.600 °C	XXX
Abbildung 14-15: Mit Facsage ermitteltes Diagramm der mit stöchiometrischem Kohlenstoffgehalt behandelten Probe 1	XXXI
Abbildung 14-16: Mit Facsage ermitteltes Diagramm der mit unterstöchiometrischem Kohlenstoffgehalt behandelten Probe 1	XXXII
Abbildung 14-17: Mit Facsage ermitteltes Diagramm der mit unterschiedlichem Kohlenstoffgehalt behandelten Probe 1 bei 1.500 °C.....	XXXIII
Abbildung 14-18: Mit Facsage ermitteltes Diagramm der mit unterschiedlichem Kohlenstoffgehalt behandelten Probe 1 bei 1.600 °C.....	XXXIV
Abbildung 14-19: Mit Facsage ermitteltes Diagramm der mit unterschiedlichem Kohlenstoffgehalt behandelten Probe 1 bei 1.700 °C.....	XXXV
Abbildung 14-20: Mit Facsage ermitteltes Diagramm der mit unterschiedlichem Kohlenstoffgehalt behandelten Probe 1 bei 1.800 °C.....	XXXVI
Abbildung 14-21: Mit Facsage ermitteltes Diagramm der mit stöchiometrischem Kohlenstoffgehalt behandelten Probe 2	XXXVII
Abbildung 14-22: Mit Facsage ermitteltes Diagramm der mit unterstöchiometrischem Kohlenstoffgehalt behandelten Probe 2 ...	XXXVIII
Abbildung 14-23: Mit Facsage ermitteltes Diagramm der mit unterschiedlichen Kohlenstoffgehalten behandelten Probe 2 bei 1.500 °C.....	XXXIX

Abbildung 14-24: Mit Factsage ermitteltes Diagramm der mit unterschiedlichen Kohlenstoffgehalten behandelten Probe 2 bei 1.600 °C..... XL

Abbildung 14-25: Mit Factsage ermitteltes Diagramm der mit unterschiedlichen Kohlenstoffgehalten behandelten Probe 2 bei 1.700 °C..... XLI

Abbildung 14-26: Mit Factsage ermitteltes Diagramm der mit unterschiedlichen Kohlenstoffgehalten behandelten Probe 2 bei 1.800 °C..... XLII

13. Tabellenverzeichnis

Tabelle 1-1: Darstellung der wichtigsten Titanminerale, Vorkommen und deren Zusammensetzung [1].....	2
Tabelle 2-1: Zusammensetzung des Schlackenkonzentrates [1].....	4
Tabelle 2-2: Typische Schlackenzusammensetzungen hergestellt mittels ESCM-Verfahren [8].....	9
Tabelle 2-3: Chemische Zusammensetzung von Eisensand in Massenprozent [15].....	9
Tabelle 2-4: Phasen in einer mit einer 25 Vol.% H ₂ -Ar-Gasmischung über 2 h reduzierten Probe bei verschiedenen Temperaturen [15].....	13
Tabelle 3-1: Fremdelemente im Roh- und Reinchlorid [2].....	19
Tabelle 4-1: Unterschiedliche Einflüsse auf das Ausbringen von Titan und Eisen [32]	27
Tabelle 4-2: Chemische Zusammensetzung einer Titanschlacke [5].....	32
Tabelle 4-3: Chemische Zusammensetzung der erzeugten FeTi-Proben und der Standardlegierung FTi35S8 [7].....	39
Tabelle 5-1: Reduktionsmittelmengen Probe 1	45
Tabelle 5-2: Reduktionsmittelmengen Probe 2	46
Tabelle 5-3: Zusammensetzung des Kohlestaubes	46
Tabelle 6-1: Zusammensetzung von Erzstaub 1 und 2.....	49
Tabelle 6-2: Mit HSC 6.1 ermittelte Massenbilanz von Erzstaub 1 und 2	55
Tabelle 6-3: Mit HSC 6.1 ermittelte Energiebilanz von Erzstaub 1 und 2	56
Tabelle 6-4: Zusammensetzung des Rückstandes (Probe 1) mit REM analysiert (Spektrum 1).....	65
Tabelle 6-5: Zusammensetzung der eingeschlossenen Phasen (Spektrum 2).....	66
Tabelle 6-6: Zusammensetzung der ausgeronnenen Phase	67
Tabelle 7-1: Einwaage, Gewichtsverluste und Prozessparameter der einzelnen Proben.....	71
Tabelle 7-2: Zusammensetzung der Metallphase der bei 1.500 °C reduzierten Erzstaubprobe 1	73
Tabelle 7-3: Zusammensetzung des Einschlusses der bei 1.500 °C reduzierten Erzstaubprobe 1 (Spektrum 2)	73
Tabelle 7-4: Eisen- und Titangehalte der titanreichen Phase von Erzstaub 1 und 2 bei unterschiedlichen Temperaturen	76
Tabelle 8-1: Reduktionsmittelmengen und –temperaturen	81
Tabelle 8-2: Eisen- und Titangehalt der beiden Erzstaubproben bei unterschiedlichen Reduktionsbedingungen und Temperaturen	83
Tabelle 14-1: HSC-Berechnung Erzstaub 1	III
Tabelle 14-2: Mit HSC ermittelte Massenbilanz vom Erzstaub 1 (Teil 1).....	IV
Tabelle 14-3: Mit HSC ermittelte Massenbilanz vom Erzstaub 1 (Teil 2).....	V
Tabelle 14-4: Mit HSC ermittelter Energieinput vom Erzstaub 1 (Erzstaubprobe und Kohlenstoff).....	VI
Tabelle 14-5: Mit HSC ermittelter Energieoutput vom Erzstaub 1 (Metall).....	VII

Tabelle 14-6: Mit HSC ermittelter Energieoutput vom Erzstaub 1 (Schlacke).....	VIII
Tabelle 14-7: Mit HSC ermittelter Energieoutput vom Erzstaub 1 (Abgas)	IX
Tabelle 14-8: Ermittlung des Ofenverlustes	IX
Tabelle 14-9: Vollständige Energiebilanz vom Erzstaub 1	X
Tabelle 14-10: HSC-Berechnung Erzstaub 2	XI
Tabelle 14-11: Mit HSC ermittelte Massenbilanz vom Erzstaub 2 (Teil 1)	XII
Tabelle 14-12: Mit HSC ermittelte Massenbilanz vom Erzstaub 2 (Teil 2)	XIII
Tabelle 14-13: Mit HSC ermittelter Energieinput vom Erzstaub 2 (Erzstaubprobe und Kohlenstoff).....	XIV
Tabelle 14-14: Mit HSC ermittelter Energieoutput vom Erzstaub 2 (Metall).....	XV
Tabelle 14-15: Mit HSC ermittelter Energieoutput vom Erzstaub 2 (Schlacke).....	XVI
Tabelle 14-16: Mit HSC ermittelter Energieoutput vom Erzstaub 2 (Abgas)	XVII
Tabelle 14-17: Ermittlung des Ofenverlustes	XVII
Tabelle 14-18: Vollständige Energiebilanz vom Erzstaub 2	XVIII
Tabelle 14-19: Zusammensetzung Erzstaub Probe 1	LXXVIII
Tabelle 14-20: Zusammensetzung Erzstaub Probe 2	LXXVIII
Tabelle 14-21: Zusammensetzung der Schlacke bei der Reduktion mit einem stöchiometrischen Kohlenstoffgehalt bei 1.500 °C und einer Haltedauer von 10 min (Erzstaub 1)	LXXIX
Tabelle 14-22: Zusammensetzung der Schlacke bei der Reduktion mit einem stöchiometrischen Kohlenstoffgehalt bei 1.500 °C und einer Haltedauer von 20 min (Erzstaub 1)	LXXIX
Tabelle 14-23: Zusammensetzung der Schlacke bei der Reduktion mit einem stöchiometrischen Kohlenstoffgehalt bei 1.500 °C und einer Haltedauer von 30 min (Erzstaub 1)	LXXX
Tabelle 14-24: Zusammensetzung der Schlacke bei der Reduktion mit einem stöchiometrischen Kohlenstoffgehalt bei 1.600 °C und einer Haltedauer von 10 min (Erzstaub 1)	LXXX
Tabelle 14-25: Zusammensetzung der Schlacke bei der Reduktion mit einem stöchiometrischen Kohlenstoffgehalt bei 1.600 °C und einer Haltedauer von 20 min (Erzstaub 1)	LXXXI
Tabelle 14-26: Zusammensetzung der Schlacke bei der Reduktion mit einem stöchiometrischen Kohlenstoffgehalt bei 1.600 °C und einer Haltedauer von 30 min (Erzstaub 1)	LXXXI
Tabelle 14-27: Zusammensetzung der Schlacke bei der Reduktion mit einem stöchiometrischen Kohlenstoffgehalt bei 1.700 °C und einer Haltedauer von 10 min (Erzstaub 1)	LXXXII
Tabelle 14-28: Zusammensetzung der Schlacke bei der Reduktion mit einem stöchiometrischen Kohlenstoffgehalt bei 1.700 °C und einer Haltedauer von 20 min (Erzstaub 1)	LXXXII
Tabelle 14-29: Zusammensetzung der Schlacke bei der Reduktion mit einem stöchiometrischen Kohlenstoffgehalt bei 1.700 °C und einer Haltedauer von 30 min (Erzstaub 1)	LXXXIII

Tabelle 14-30: Zusammensetzung der Schlacke bei der Reduktion mit einem unterstöchiometrischen Kohlenstoffgehalt bei 1.500 °C und einer Haltedauer von 10 min (Erzstaub 1)	LXXXIII
Tabelle 14-31: Zusammensetzung der Schlacke bei der Reduktion mit einem unterstöchiometrischen Kohlenstoffgehalt bei 1.500 °C und einer Haltedauer von 20 min (Erzstaub 1)	LXXXIV
Tabelle 14-32: Zusammensetzung der Schlacke bei der Reduktion mit einem unterstöchiometrischen Kohlenstoffgehalt bei 1.500 °C und einer Haltedauer von 30 min (Erzstaub 1)	LXXXIV
Tabelle 14-33: Zusammensetzung der Schlacke bei der Reduktion mit einem unterstöchiometrischen Kohlenstoffgehalt bei 1.600 °C und einer Haltedauer von 10 min (Erzstaub 1)	LXXXV
Tabelle 14-34: Zusammensetzung der Schlacke bei der Reduktion mit einem unterstöchiometrischen Kohlenstoffgehalt bei 1.600 °C und einer Haltedauer von 20 min (Erzstaub 1)	LXXXV
Tabelle 14-35: Zusammensetzung der Schlacke bei der Reduktion mit einem unterstöchiometrischen Kohlenstoffgehalt bei 1.600 °C und einer Haltedauer von 30 min (Erzstaub 1)	LXXXVI
Tabelle 14-36: Zusammensetzung der Schlacke bei der Reduktion mit einem unterstöchiometrischen Kohlenstoffgehalt bei 1.700 °C und einer Haltedauer von 10 min (Erzstaub 1)	LXXXVI
Tabelle 14-37: Zusammensetzung der Schlacke bei der Reduktion mit einem unterstöchiometrischen Kohlenstoffgehalt bei 1.700 °C und einer Haltedauer von 20 min (Erzstaub 1)	LXXXVII
Tabelle 14-38: Zusammensetzung der Schlacke bei der Reduktion mit einem unterstöchiometrischen Kohlenstoffgehalt bei 1.700 °C und einer Haltedauer von 30 min (Erzstaub 1)	LXXXVII
Tabelle 14-39: Zusammensetzung der Schlacke bei der Reduktion mit einem stöchiometrischen Kohlenstoffgehalt bei 1.500 °C und einer Haltedauer von 10 min (Erzstaub 2)	LXXXVIII
Tabelle 14-40: Zusammensetzung der Schlacke bei der Reduktion mit einem stöchiometrischen Kohlenstoffgehalt bei 1.500 °C und einer Haltedauer von 20 min (Erzstaub 2)	LXXXVIII
Tabelle 14-41: Zusammensetzung der Schlacke bei der Reduktion mit einem stöchiometrischen Kohlenstoffgehalt bei 1.500 °C und einer Haltedauer von 30 min (Erzstaub 2)	LXXXIX
Tabelle 14-42: Zusammensetzung der Schlacke bei der Reduktion mit einem stöchiometrischen Kohlenstoffgehalt bei 1.600 °C und einer Haltedauer von 10 min (Erzstaub 2)	LXXXIX
Tabelle 14-43: Zusammensetzung der Schlacke bei der Reduktion mit einem stöchiometrischen Kohlenstoffgehalt bei 1.600 °C und einer Haltedauer von 20 min (Erzstaub 2)	XC
Tabelle 14-44: Zusammensetzung der Schlacke bei der Reduktion mit einem stöchiometrischen Kohlenstoffgehalt bei 1.600 °C und einer Haltedauer von 30 min (Erzstaub 2)	XC
Tabelle 14-45: Zusammensetzung der Schlacke bei der Reduktion mit einem stöchiometrischen Kohlenstoffgehalt bei 1.700 °C und einer Haltedauer von 10 min (Erzstaub 2)	XCI

Tabelle 14-46: Zusammensetzung der Schlacke bei der Reduktion mit einem stöchiometrischen Kohlenstoffgehalt bei 1.700 °C und einer Haltedauer von 20 min (Erzstaub 2)	XCI
Tabelle 14-47: Zusammensetzung der Schlacke bei der Reduktion mit einem stöchiometrischen Kohlenstoffgehalt bei 1.700 °C und einer Haltedauer von 30 min (Erzstaub 2)	XCII
Tabelle 14-48: Zusammensetzung der Schlacke bei der Reduktion mit einem unterstöchiometrischen Kohlenstoffgehalt bei 1.500 °C und einer Haltedauer von 10 min (Erzstaub 2)	XCII
Tabelle 14-49: Zusammensetzung der Schlacke bei der Reduktion mit einem unterstöchiometrischen Kohlenstoffgehalt bei 1.500 °C und einer Haltedauer von 20 min (Erzstaub 2)	XCIII
Tabelle 14-50: Zusammensetzung der Schlacke bei der Reduktion mit einem unterstöchiometrischen Kohlenstoffgehalt bei 1.500 °C und einer Haltedauer von 30 min (Erzstaub 2)	XCIII
Tabelle 14-51: Zusammensetzung der Schlacke bei der Reduktion mit einem unterstöchiometrischen Kohlenstoffgehalt bei 1.600 °C und einer Haltedauer von 10 min (Erzstaub 2)	XCIV
Tabelle 14-52: Zusammensetzung der Schlacke bei der Reduktion mit einem unterstöchiometrischen Kohlenstoffgehalt bei 1.600 °C und einer Haltedauer von 20 min (Erzstaub 2)	XCIV
Tabelle 14-53: Zusammensetzung der Schlacke bei der Reduktion mit einem unterstöchiometrischen Kohlenstoffgehalt bei 1.600 °C und einer Haltedauer von 30 min (Erzstaub 2)	XCV
Tabelle 14-54: Zusammensetzung der Schlacke bei der Reduktion mit einem unterstöchiometrischen Kohlenstoffgehalt bei 1.700 °C und einer Haltedauer von 10 min (Erzstaub 2)	XCV
Tabelle 14-55: Zusammensetzung der Schlacke bei der Reduktion mit einem unterstöchiometrischen Kohlenstoffgehalt bei 1.700 °C und einer Haltedauer von 20 min (Erzstaub 2)	XCVI
Tabelle 14-56: Zusammensetzung der Schlacke bei der Reduktion mit einem unterstöchiometrischen Kohlenstoffgehalt bei 1.700 °C und einer Haltedauer von 30 min (Erzstaub 2)	XCVI

14. Anhang

In Abbildung 14-1 ist die Auswertung aus der RDA-Untersuchung der Probe 1 und in Abbildung 14-2 ist jene der zweiten Erzprobe ersichtlich.

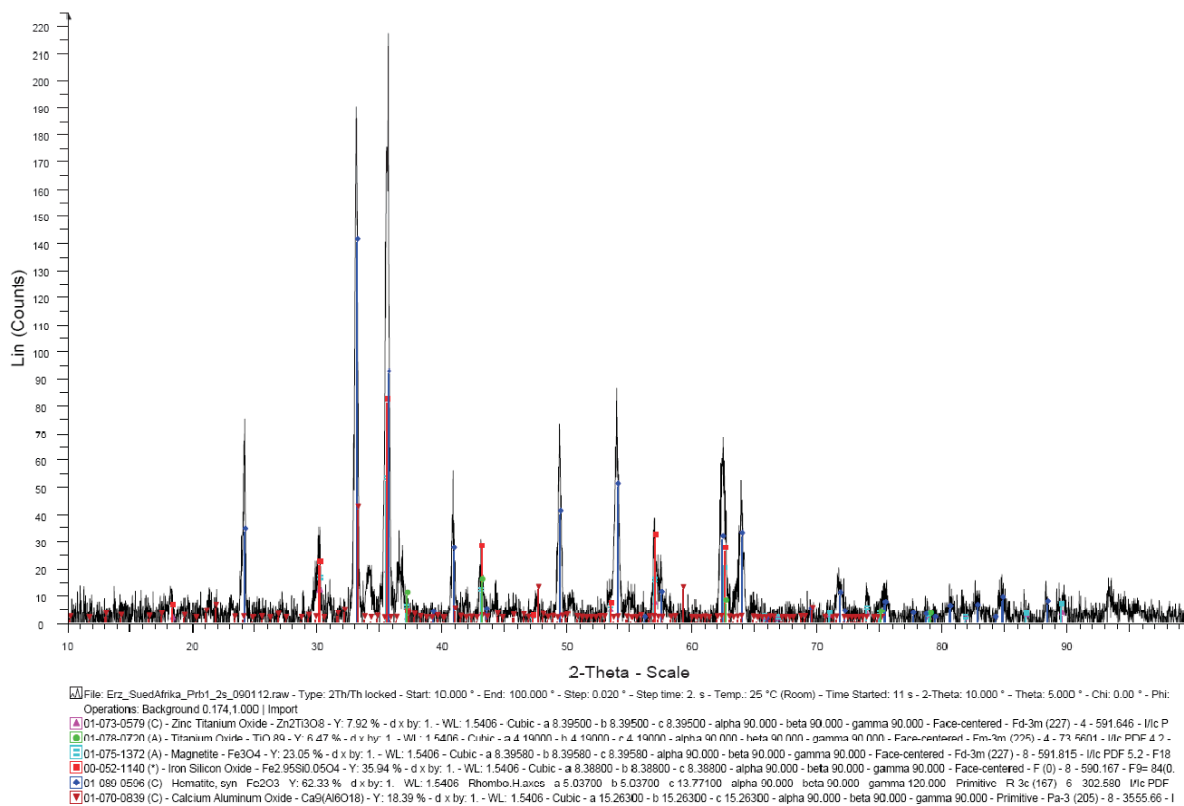


Abbildung 14-1: RDA-Auswertung Probe 1

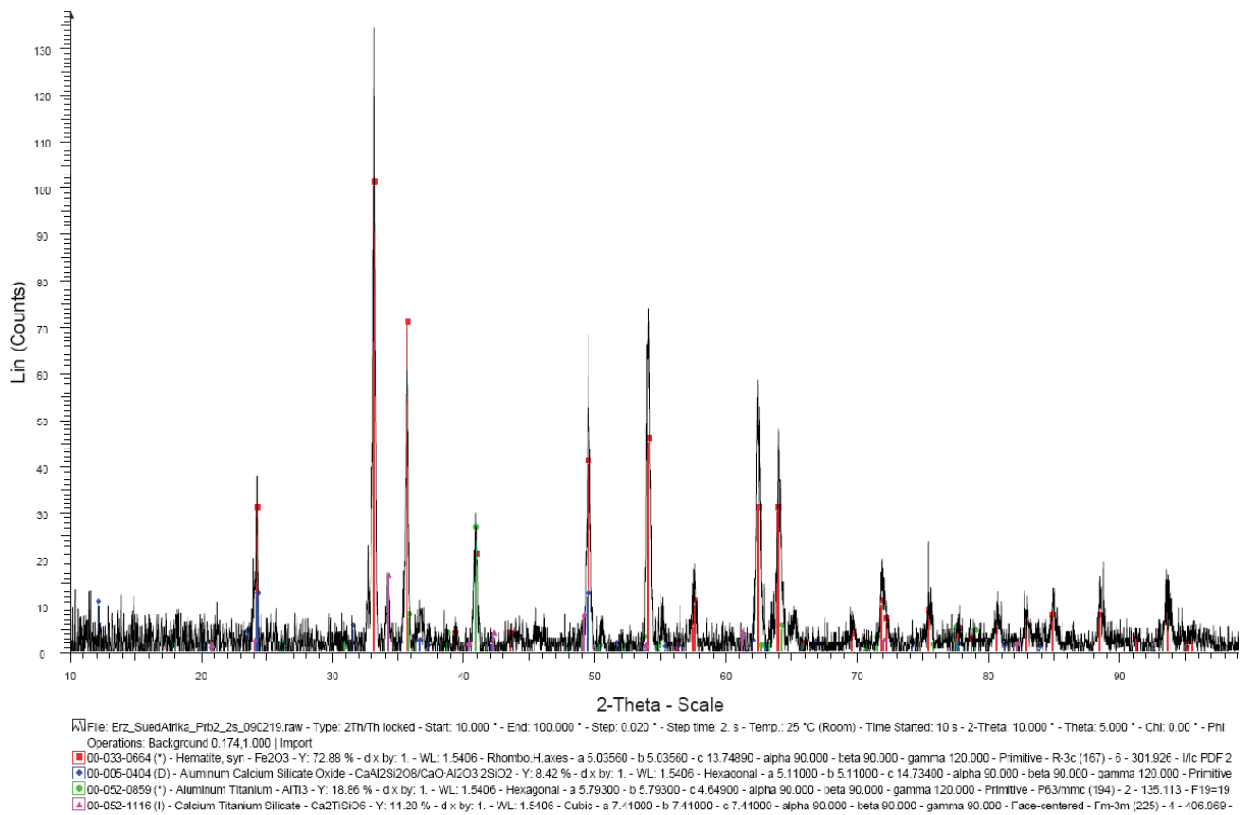


Abbildung 14-2: RDA-Auswertung Probe 2

Tabelle 14-1: HSC-Berechnung Erzstaub 1

Zusammensetzung Erzstaub			Verteilungszahlen				Prozessvariablen	
	Konzentration Oxid	Konzentration Metall		Metall	Schlacke	Gas		
Fe2O3	68.05%	47.60%	Fe	99.94%	0.06%	0.00%	100.00%	Einheiten HSC 6.1 °C and MJ
TiO2	11.35%	6.80%	Ti	7.79%	92.21%	0.00%	100.00%	Menge Input pro h 1000.00 kg
SiO2	6.95%	3.25%	Si	96.11%	3.74%	0.15%	100.00%	Kalkzusatz 0.00%
Na2O	5.21%	3.87%	Na	0.38%	21.47%	78.14%	100.00%	Anteil CO im Abgas 99.96%
Al2O3	4.72%	2.50%	Al	0.16%	99.84%	0.00%	100.00%	Aufkohlung Metall 3.17%
CaO	0.86%	0.61%	Ca	0.00%	100.00%	0.00%	100.00%	Temperaturen
V2O5	0.74%	0.42%	V	100.00%	0.00%	0.00%	100.00%	
ZnO	0.66%	0.53%	Zn	0.11%	0.00%	99.89%	100.00%	Kohlenstoff und Kalk 25 °C
MgO	0.62%	0.37%	Mg	0.00%	99.42%	0.58%	100.00%	Metall und Schlacke 1600 °C
MnO	0.25%	0.19%	Mn	90.69%	6.13%	3.18%	100.00%	Anteil FeO/FeO _x 99.95%
SO3	0.24%	0.10%	S	0.07%	98.22%	1.71%	100.00%	
Cr2O3	0.10%	0.07%	Cr	99.12%	0.86%	0.02%	100.00%	Abgas 1600 °C
NiO	0.10%	0.08%	Ni	100.00%	0.00%	0.00%	100.00%	
Summe	99.85%	66.38%	C	7.74%	0.00%	92.26%	100.00%	Wirkungsgrad der Umwandlung 70.00%
			O	0.00%	19.31%	80.69%	100.00%	
Eingabe						1.00	1.00	
FactSage						1.00		
Daten aus HSC								

Tabelle 14-2: Mit HSC ermittelte Massenbilanz vom Erzstaub 1 (Teil 1)

Molmassen				Erzstaub		Kohlenstoff		
Element		Oxid		Analyse	Normiert auf 100 %	zu CO	zu CO2	
Fe	55.847 g/mol	Fe2O3	159.6922 g/mol	680.5 kg	681.55 kg Fe2O3	153.57 kg	0.06 kg C	
		FeO	71.8464 g/mol			0.03 kg	0.00 kg C	
Ti	47.9 g/mol	TiO2	79.8988 g/mol	113.5 kg	113.68 kg TiO2	2.66 kg	0.00 kg C	
						6.08 kg	0.00 kg C	
Si	28.0855 g/mol	SiO2	60.0843 g/mol	69.5 kg	69.61 kg SiO2	26.77 kg	0.01 kg C	
Na	22.98977 g/mol	Na2O	61.97894 g/mol	52.1 kg	52.18 kg Na2O	7.93 kg	0.00 kg C	
Al	26.98154 g/mol	Al2O3	101.96128 g/mol	47.2 kg	47.27 kg Al2O3	0.03 kg	0.00 kg C	
Ca	40.08 g/mol	CaO	56.0794 g/mol	8.58 kg	8.59 kg CaO	0.00 kg	0.00 kg C	
V	50.9415 g/mol	V2O5	181.88 g/mol	7.43 kg	7.44 kg V2O5	2.46 kg	0.00 kg C	
Zn	65.38 g/mol	ZnO	81.3794 g/mol	6.58 kg	6.59 kg ZnO	0.97 kg	0.00 kg C	
Mg	24.305 g/mol	MgO	40.3044 g/mol	6.19 kg	6.20 kg MgO	0.01 kg	0.00 kg C	
Mn	54.938 g/mol	MnO	70.9374 g/mol	2.45 kg	2.45 kg MnO	0.39 kg	0.00 kg C	
S	32.06 g/mol	SO3	80.0582 g/mol	2.38 kg	2.38 kg SO3	0.02 kg	0.00 kg C	
Cr	51.996 g/mol	Cr2O3	151.9902 g/mol	1.03 kg	1.03 kg Cr2O3	0.24 kg	0.00 kg C	
Ni	58.7 g/mol	NiO	74.6994 g/mol	1.02 kg	1.02 kg NiO	0.16 kg	0.00 kg C	
C	12.011 g/mol	CO	28.0104 g/mol	998.46 kg	1000.00 kg	201.32 kg	0.08 kg C	
		CO2	44.0098 g/mol					
						Kohlenstoffbedarf-Gesamt		218.44 kg
N	14.0067 g/mol	N2	28.0134 g/mol					
O	15.9994 g/mol	Ti2O3	143.7982 g/mol					

Tabelle 14-3: Mit HSC ermittelte Massenbilanz vom Erzstaub 1 (Teil 2)

Metall			Schlacke		Gas			Massenbilanz		
Menge	Analyse		Menge	Analyse	Menge		Analyse			
476.40 kg	88.61%	Fe	0.00 kg 0.38 kg	0.00% Fe2O3 0.22% FeO	0.00 kg	0.00 Nm ³	0.00% Fe	INPUT	Erzstaub	1,000.00 kg
5.31 kg	0.99%	Ti	23.87 kg 72.85 kg	13.61% TiO2 41.54% Ti2O3	0.00 kg	0.00 Nm ³	0.00% Ti		Kohlenstoff	218.44 kg
									Summe	1,218.44 kg
31.27 kg	5.82%	Si	2.60 kg	1.48% SiO2	0.05 kg	0.04 Nm ³	0.01% Si	OUTPUT	Metall	537.61 kg
0.15 kg	0.03%	Na	11.20 kg	6.39% Na2O	30.25 kg	29.49 Nm ³	7.24% Na		Schlacke	175.36 kg
0.04 kg	0.01%	Al	47.20 kg	26.91% Al2O3	0.00 kg	0.00 Nm ³	0.00% Al		Gas	505.47 kg
0.00 kg	0.00%	Ca	8.59 kg	4.90% CaO	0.00 kg	0.00 Nm ³	0.00% Ca		Summe	1,218.44 kg
4.17 kg	0.78%	V	0.00 kg	0.00% V2O5	0.00 kg	0.00 Nm ³	0.00% V			
0.01 kg	0.00%	Zn	0.00 kg	0.00% ZnO	5.29 kg	1.81 Nm ³	0.45% Zn			
0.00 kg	0.00%	Mg	6.16 kg	3.51% MgO	0.02 kg	0.02 Nm ³	0.00% Mg	BILANZ	OUTP. - INP.	0.00 kg
1.72 kg	0.32%	Mn	0.15 kg	0.09% MnO	0.06 kg	0.02 Nm ³	0.01% Mn			
0.00 kg	0.00%	S	2.34 kg	1.34% SO3	0.02 kg	0.01 Nm ³	0.00% S			
0.70 kg	0.13%	Cr	0.01 kg	0.01% Cr2O3	0.00 kg	0.00 Nm ³	0.00% Cr			
0.80 kg	0.15%	Ni	0.00 kg	0.00% NiO	0.00 kg	0.00 Nm ³	0.00% Ni			
520.57 kg	96.83%		175.36 kg	100.00%	35.69 kg	31.40 Nm ³				
17.04 kg	3.17%	C			469.49 kg	375.69 Nm ³	92.25% CO			
537.61 kg	100.00%	Σ			0.30 kg	0.15 Nm ³	0.04% CO2			
					505.47 kg	407.24 Nm ³	100.00% Gas-Gesamt			

Tabelle 14-4: Mit HSC ermittelter Energieinput vom Erzstaub 1 (Erzstaubprobe und Kohlenstoff)

Input							
Erzstaubprobe	Tempertaur = 25.00 °C						
	Menge			Htot		Hlat	
Fe2O3	681.55 kg	159.69 g/mol	4267.90 mol	-823.00 kJ/mol	-3512473.96 kJ	0 kJ/mol	0 kJ
TiO2	113.68 kg	79.90 g/mol	1422.74 mol	-944.75 kJ/mol	-1344126.29 kJ	0 kJ/mol	0 kJ
SiO2	69.61 kg	60.08 g/mol	1158.49 mol	-910.86 kJ/mol	-1055219.36 kJ	0 kJ/mol	0 kJ
Na2O	52.18 kg	61.98 g/mol	841.90 mol	-415.10 kJ/mol	-349474.23 kJ	0 kJ/mol	0 kJ
Al2O3	47.27 kg	101.96 g/mol	463.63 mol	-1675.69 kJ/mol	-776908.31 kJ	0 kJ/mol	0 kJ
CaO	8.59 kg	56.08 g/mol	153.23 mol	-634.92 kJ/mol	-97290.81 kJ	0 kJ/mol	0 kJ
V2O5	7.44 kg	181.88 g/mol	40.91 mol	-1551.00 kJ/mol	-63457.73 kJ	0 kJ/mol	0 kJ
ZnO	6.59 kg	81.38 g/mol	80.98 mol	-350.50 kJ/mol	-28383.65 kJ	0 kJ/mol	0 kJ
MgO	6.20 kg	40.30 g/mol	153.82 mol	-601.60 kJ/mol	-92536.89 kJ	0 kJ/mol	0 kJ
MnO	2.45 kg	70.94 g/mol	34.59 mol	-385.22 kJ/mol	-13325.07 kJ	0 kJ/mol	0 kJ
SO3	2.38 kg	80.06 g/mol	29.77 mol	0.00 kJ/mol	0.00 kJ	0 kJ/mol	0 kJ
Cr2O3	1.03 kg	151.99 g/mol	6.79 mol	-1134.70 kJ/mol	-7701.44 kJ	0 kJ/mol	0 kJ
NiO	1.02 kg	74.70 g/mol	13.68 mol	-239.70 kJ/mol	-3278.08 kJ	0 kJ/mol	0 kJ
Summe	1000.00 kg				-7344175.82 kJ		0 kJ
Kohlenstoff							
	Temperatur= 25.00 °C						
	Menge			Htot		Hlat	
C	218.44 kg	12.011 g/mol	18186.94 mol	0.00 kJ/mol	0.00 kJ	0 kJ/mol	0 kJ
Summe	218.44 kg				0.00 kJ		

Tabelle 14-5: Mit HSC ermittelter Energieoutput vom Erzstaub 1 (Metall)

Output							
Metall	Temperatur = 1600.00 °C						
	Menge			Htot		Hlat	
Fe(l)	476.40 kg	55.85 g/mol	8530.49 mol	75.25 kJ/mol	641916.58 kJ	67.24 kJ/mol	573624.09 kJ
Ti(l)	5.31 kg	47.90 g/mol	110.83 mol	72.09 kJ/mol	7989.69 kJ	73.71 kJ/mol	8169.57 kJ
Si(l)	31.27 kg	28.09 g/mol	1113.43 mol	91.31 kJ/mol	101662.50 kJ	42.83 kJ/mol	47692.29 kJ
Na(l)	0.15 kg	22.99 g/mol	6.48 mol	56.42 kJ/mol	365.57 kJ	48.86 kJ/mol	316.54 kJ
Al(l)	0.04 kg	26.98 g/mol	1.50 mol	58.69 kJ/mol	87.96 kJ	50.00 kJ/mol	74.94 kJ
Ca(l)	0.00 kg	40.08 g/mol	0.00 mol	67.67 kJ/mol	0.00 kJ	55.12 kJ/mol	0.00 kJ
V(l)	4.17 kg	50.94 g/mol	81.83 mol	73.57 kJ/mol	6020.21 kJ	72.77 kJ/mol	5954.74 kJ
Zn(l)	0.01 kg	65.38 g/mol	0.09 mol	55.15 kJ/mol	4.78 kJ	49.42 kJ/mol	4.29 kJ
Mg(l)	0.00 kg	24.31 g/mol	0.00 mol	63.82 kJ/mol	0.03 kJ	54.02 kJ/mol	0.03 kJ
Mn(l)	1.72 kg	54.94 g/mol	31.37 mol	83.63 kJ/mol	2623.49 kJ	72.49 kJ/mol	2273.93 kJ
S(l)	0.00 kg	32.06 g/mol	0.02 mol	56.82 kJ/mol	1.18 kJ	55.90 kJ/mol	1.16 kJ
Cr(l)	0.70 kg	52.00 g/mol	13.46 mol	80.93 kJ/mol	1088.94 kJ	78.75 kJ/mol	1059.60 kJ
Ni(l)	0.80 kg	58.70 g/mol	13.68 mol	71.24 kJ/mol	974.20 kJ	67.87 kJ/mol	928.24 kJ
C(l)	17.04 kg	12.01 g/mol	1418.90 mol	150.72 kJ/mol	213862.77 kJ	29.57 kJ/mol	41956.47 kJ
Summe	537.61 kg				976597.91 kJ		682055.90 kJ

Tabelle 14-6: Mit HSC ermittelter Energieoutput vom Erzstaub 1 (Schlacke)

Output								
Schlacke	Temperatur = 1600.00 °C							
	Menge			Htot		Hlat		
Fe ₂ O ₃ (l)	0.00 kg	159.69 g/mol	0.00 mol	0.00 kJ/mol	0.00 kJ	0.00 kJ/mol	0.00 kJ	
FeO(l)	0.38 kg	71.85 g/mol	5.30 mol	-148.91 kJ/mol	-788.59 kJ	107.41 kJ/mol	568.83 kJ	
TiO ₂ (l)	23.87 kg	79.90 g/mol	298.72 mol	-767.79 kJ/mol	-229354.05 kJ	158.16 kJ/mol	47244.14 kJ	
Ti ₂ O ₃ (l)	72.85 kg	143.80 g/mol	506.59 mol	-1191.09 kJ/mol	-603398.57 kJ	247.12 kJ/mol	125187.52 kJ	
SiO ₂ (l)	2.60 kg	60.08 g/mol	43.31 mol	-792.43 kJ/mol	-34323.33 kJ	135.09 kJ/mol	5851.29 kJ	
Na ₂ O(l)	11.20 kg	61.98 g/mol	180.78 mol	-208.05 kJ/mol	-37611.57 kJ	164.74 kJ/mol	29783.21 kJ	
Al ₂ O ₃ (l)	47.20 kg	101.96 g/mol	462.89 mol	-1367.37 kJ/mol	-632934.79 kJ	228.16 kJ/mol	105611.11 kJ	
CaO(l)	8.59 kg	56.08 g/mol	153.23 mol	-474.05 kJ/mol	-72639.77 kJ	98.85 kJ/mol	15146.63 kJ	
V ₂ O ₅ (l)	0.00 kg	181.88 g/mol	0.00 mol	-1207.55 kJ/mol	0.00 kJ	299.25 kJ/mol	0.00 kJ	
ZnO(l)	0.00 kg	81.38 g/mol	0.00 mol	-213.98 kJ/mol	-0.08 kJ	95.55 kJ/mol	0.04 kJ	
MgO(l)	6.16 kg	40.30 g/mol	152.92 mol	-455.57 kJ/mol	-69667.56 kJ	105.44 kJ/mol	16123.88 kJ	
MnO(l)	0.15 kg	70.94 g/mol	2.12 mol	-256.16 kJ/mol	-543.03 kJ	95.55 kJ/mol	202.56 kJ	
SO ₃ (l)	2.34 kg	80.06 g/mol	29.24 mol	-155.03 kJ/mol	-4533.68 kJ	283.36 kJ/mol	8286.39 kJ	
Cr ₂ O ₃ (l)	0.01 kg	151.99 g/mol	0.06 mol	-801.62 kJ/mol	-46.62 kJ	247.12 kJ/mol	14.37 kJ	
NiO(l)	0.00 kg	74.70 g/mol	0.00 mol	-92.96 kJ/mol	0.00 kJ	85.67 kJ/mol	0.00 kJ	
Summe	175.36 kg				-1685841.64 kJ		354019.97 kJ	

Tabelle 14-7: Mit HSC ermittelter Energieoutput vom Erzstaub 1 (Abgas)

Output							
Abgas	Temperatur = 1600.00 °C						
	Menge			Htot		Hlat	
Fe(g)	0.00 kg	55.85 g/mol	0.00 mol	451.73 kJ/mol	0.00 kJ	36.38 kJ/mol	0.00 kJ
Ti(g)	0.00 kg	47.90 g/mol	0.00 mol	508.60 kJ/mol	0.14 kJ	34.89 kJ/mol	0.01 kJ
Si(g)	0.05 kg	28.09 g/mol	1.75 mol	483.46 kJ/mol	845.16 kJ	33.46 kJ/mol	58.50 kJ
Na(g)	30.25 kg	22.99 g/mol	1315.76 mol	140.23 kJ/mol	184511.37 kJ	32.73 kJ/mol	43067.04 kJ
Al(g)	0.00 kg	26.98 g/mol	0.00 mol	362.88 kJ/mol	0.32 kJ	32.89 kJ/mol	0.03 kJ
Ca(g)	0.00 kg	40.08 g/mol	0.00 mol	210.56 kJ/mol	0.02 kJ	32.76 kJ/mol	0.00 kJ
V(g)	0.00 kg	50.94 g/mol	0.00 mol	554.61 kJ/mol	0.01 kJ	39.11 kJ/mol	0.00 kJ
Zn(g)	5.29 kg	65.38 g/mol	80.89 mol	163.14 kJ/mol	13196.91 kJ	32.74 kJ/mol	2648.42 kJ
Mg(g)	0.02 kg	24.31 g/mol	0.89 mol	179.83 kJ/mol	160.56 kJ	32.73 kJ/mol	29.22 kJ
Mn(g)	0.06 kg	54.94 g/mol	1.10 mol	316.00 kJ/mol	347.93 kJ	32.74 kJ/mol	36.05 kJ
S(g)	0.02 kg	32.06 g/mol	0.51 mol	311.40 kJ/mol	158.87 kJ	34.22 kJ/mol	17.46 kJ
Cr(g)	0.00 kg	52.00 g/mol	0.00 mol	430.76 kJ/mol	1.21 kJ	33.62 kJ/mol	0.09 kJ
Ni(g)	0.00 kg	58.70 g/mol	0.00 mol	468.29 kJ/mol	0.00 kJ	38.29 kJ/mol	0.00 kJ
CO(g)	469.49 kg	28.01 g/mol	16761.33 mol	-58.39 kJ/mol	-978615.41 kJ	52.16 kJ/mol	874201.44 kJ
CO2(g)	0.30 kg	44.01 g/mol	6.71 mol	-309.68 kJ/mol	-2077.07 kJ	83.83 kJ/mol	562.25 kJ
Summe	505.47 kg				-781469.99 kJ		920620.51 kJ

Tabelle 14-8: Ermittlung des Ofenverlustes

Verluste			
Ofen	5.00%	81.298 kWh	292673.1 kJ

Tabelle 14-9: Vollständige Energiebilanz vom Erzstaub 1

Energiebilanz		
INPUT	Erzstaub	-7344175.82 kJ
	Kohlenstoff	0.00 kJ
	Summe	-7344175.82 kJ
OUTPUT	Metall	976597.91 kJ
	Schlacke	-1685841.64 kJ
	Abgas	-781469.99 kJ
	Summe	-1490713.73 kJ
VERLUSTE		292,673 kJ
BILANZ	OUTPUT - INPUT + VERLUSTE	6,146,135 kJ
theoretischer Energiebedarf	auf Input bezogen	8,780,193 kJ
	Je Tonne Erzstaub	8,780,193 kJ

Tabelle 14-10: HSC-Berechnung Erzstaub 2

Zusammensetzung Erzstaub			Verteilungszahlen				Prozessvariablen	
	Konzentration	Konzentration		Metall	Schlacke	Gas		
	Oxid	Metall						
Fe2O3	70.01%	48.97%	Fe	99.89%	0.10%	0.01%	100.00%	Einheiten HSC 6.1 °C and MJ
TiO2	12.42%	7.45%	Ti	4.46%	95.54%	0.00%	100.00%	Menge Input pro h 1000.00 kg
SiO2	5.42%	2.53%	Si	91.65%	8.12%	0.23%	100.00%	Kalkzusatz 0.00%
Na2O	4.39%	3.26%	Na	0.48%	29.62%	69.90%	100.00%	Anteil CO im Abgas 99.95%
Al2O3	5.38%	2.85%	Al	0.12%	99.88%	0.00%	100.00%	Aufkohlung Metall 2.63%
CaO	0.18%	0.13%	Ca	0.00%	100.00%	0.00%	100.00%	Temperaturen
V2O5	0.29%	0.16%	V	100.00%	0.00%	0.00%	100.00%	Erzstaub 25 °C
								Kohlenstoff und Kalk 25 °C
MgO	0.92%	0.55%	Mg	0.00%	99.64%	0.36%	100.00%	Metall und Schlacke 1600 °C
MnO	0.22%	0.17%	Mn	87.27%	9.81%	2.92%	100.00%	Anteil FeO/FeO _x 99.94%
SO3	0.17%	0.07%	S	0.12%	97.92%	1.96%	100.00%	Anteil Ti2O3/TiO _x 75.19%
Cr2O3	0.36%	0.25%	Cr	98.31%	1.67%	0.02%	100.00%	Abgas 1600 °C
								Wärmeverlust Ofen 5.00%
Summe	99.76%	66.38%	C	6.73%	0.00%	93.27%	100.00%	Wirkungsgrad der Umwandlung 70.00%
			O	0.00%	21.99%	78.01%	100.00%	
Eingabe						1.00	1.00	
FactSage						1.00		
Daten aus HSC								

Tabelle 14-11: Mit HSC ermittelte Massenbilanz vom Erzstaub 2 (Teil 1)

Molmassen		Erzstaub		Kohlenstoff		
Element	Oxid	Analyse	Normiert auf 100 %	zu CO	zu CO ₂	
Fe	55.847 g/mol	Fe ₂ O ₃ 159.6922 g/mol	700.1 kg	701.80 kg Fe ₂ O ₃	158.04 kg	0.08 kg C
		FeO 71.8464 g/mol			0.05 kg	0.00 kg C
Ti	47.9 g/mol	TiO ₂ 79.8988 g/mol	124.2 kg	124.50 kg TiO ₂	1.67 kg	0.00 kg C
					6.72 kg	0.00 kg C
Si	28.0855 g/mol	SiO ₂ 60.0843 g/mol	54.2 kg	54.33 kg SiO ₂	19.94 kg	0.01 kg C
Na	22.98977 g/mol	Na ₂ O 61.97894 g/mol	43.9 kg	44.01 kg Na ₂ O	6.00 kg	0.00 kg C
Al	26.98154 g/mol	Al ₂ O ₃ 101.96128 g/mol	53.8 kg	53.93 kg Al ₂ O ₃	0.02 kg	0.00 kg C
Ca	40.08 g/mol	CaO 56.0794 g/mol	1.8 kg	1.80 kg CaO	0.00 kg	0.00 kg C
V	50.9415 g/mol	V ₂ O ₅ 181.88 g/mol	2.86 kg	2.87 kg V ₂ O ₅	0.95 kg	0.00 kg C
Mg	24.305 g/mol	MgO 40.3044 g/mol	9.2 kg	9.22 kg MgO	0.01 kg	0.00 kg C
Mn	54.938 g/mol	MnO 70.9374 g/mol	2.21 kg	2.22 kg MnO	0.34 kg	0.00 kg C
S	32.06 g/mol	SO ₃ 80.0582 g/mol	1.71 kg	1.71 kg SO ₃	0.02 kg	0.00 kg C
Cr	51.996 g/mol	Cr ₂ O ₃ 151.9902 g/mol	3.6 kg	3.61 kg Cr ₂ O ₃	0.84 kg	0.00 kg C
C	12.011 g/mol	CO 28.0104 g/mol	997.58 kg	1000.00 kg	194.58 kg	0.10 kg C
		CO ₂ 44.0098 g/mol				
				Kohlenstoffbedarf-Gesamt		208.80 kg
N	14.0067 g/mol	N ₂ 28.0134 g/mol				
O	15.9994 g/mol	Ti ₂ O ₃ 143.7982 g/mol				

Tabelle 14-12: Mit HSC ermittelte Massenbilanz vom Erzstaub 2 (Teil 2)

Metall		Schlacke		Gas			Massenbilanz		
Menge	Analyse	Menge	Analyse	Menge		Analyse			
490.3 kg	91.35% Fe	0 kg	0.00% Fe ₂ O ₃	0.06 kg	0.03 Nm ³	0.01% Fe	INPUT	Erzstaub	1,000.00 kg
		0.64 kg	0.33% FeO					Kohlenstoff	208.80 kg
3.33 kg	0.62% Ti	29.51 kg	15.14% TiO ₂	0 kg	0 Nm ³	0.00% Ti		Summe	1,208.80 kg
		80.48 kg	41.29% Ti ₂ O ₃						
23.28 kg	4.34% Si	4.41 kg	2.26% SiO ₂	0.06 kg	0.05 Nm ³	0.01% Si	OUTPUT	Metall	536.76 kg
0.16 kg	0.03% Na	13.03 kg	6.69% Na ₂ O	22.82 kg	22.25 Nm ³	5.77% Na		Schlacke	194.89 kg
0.03 kg	0.01% Al	53.87 kg	27.64% Al ₂ O ₃	0 kg	0 Nm ³	0.00% Al		Gas	477.15 kg
0 kg	0.00% Ca	1.8 kg	0.93% CaO	0 kg	0 Nm ³	0.00% Ca	Summe	1,208.80 kg	
1.61 kg	0.30% V	0 kg	0.00% V ₂ O ₅	0 kg	0 Nm ³	0.00% V			
0 kg	0.00% Mg	9.19 kg	4.72% MgO	0.02 kg	0.02 Nm ³	0.00% Mg	BILANZ	OUTP. - INP.	0.00 kg
1.5 kg	0.28% Mn	0.22 kg	0.11% MnO	0.05 kg	0.02 Nm ³	0.01% Mn			
0 kg	0.00% S	1.68 kg	0.86% SO ₃	0.01 kg	0.01 Nm ³	0.00% S			
2.43 kg	0.45% Cr	0.06 kg	0.03% Cr ₂ O ₃	0 kg	0 Nm ³	0.00% Cr			
522.63 kg	97.37%	194.89 kg	100.00%	23.03 kg	22.37 Nm ³	Summe			
14.13 kg	2.63% C			453.77 kg	363.11 Nm ³	94.15% CO			
536.76 kg	100.00% Σ			0.36 kg	0.18 Nm ³	0.05% CO ₂			
				477.15 kg	385.66 Nm ³	100.00% Gas-Gesamt			

Tabelle 14-13: Mit HSC ermittelter Energieinput vom Erzstaub 2 (Erzstaubprobe und Kohlenstoff)

Input							
Erzstaubprobe	Temperatur = 25.00 °C						
	Menge			Htot		Hlat	
Fe2O3	701.80 kg	159.69 g/mol	4394.69 mol	-823.00 kJ/mol	-3616829.19 kJ	0 kJ/mol	0 kJ
TiO2	124.50 kg	79.90 g/mol	1558.24 mol	-944.75 kJ/mol	-1472138.76 kJ	0 kJ/mol	0 kJ
SiO2	54.33 kg	60.08 g/mol	904.25 mol	-910.86 kJ/mol	-823645.19 kJ	0 kJ/mol	0 kJ
Na2O	44.01 kg	61.98 g/mol	710.02 mol	-415.10 kJ/mol	-294730.38 kJ	0 kJ/mol	0 kJ
Al2O3	53.93 kg	101.96 g/mol	528.93 mol	-1675.69 kJ/mol	-886324.96 kJ	0 kJ/mol	0 kJ
CaO	1.80 kg	56.08 g/mol	32.18 mol	-634.92 kJ/mol	-20428.66 kJ	0 kJ/mol	0 kJ
V2O5	2.87 kg	181.88 g/mol	15.76 mol	-1551.00 kJ/mol	-24448.08 kJ	0 kJ/mol	0 kJ
MgO	9.22 kg	40.30 g/mol	228.82 mol	-601.60 kJ/mol	-137655.96 kJ	0 kJ/mol	0 kJ
MnO	2.22 kg	70.94 g/mol	31.23 mol	-385.22 kJ/mol	-12030.36 kJ	0 kJ/mol	0 kJ
SO3	1.71 kg	80.06 g/mol	21.41 mol	0.00 kJ/mol	0.00 kJ	0 kJ/mol	0 kJ
Cr2O3	3.61 kg	151.99 g/mol	23.74 mol	-1134.70 kJ/mol	-26941.40 kJ	0 kJ/mol	0 kJ
Summe	1000.00 kg				-7315172.93 kJ		0 kJ
Kohlenstoff							
	Temperatur= 25.00 °C						
	Menge			Htot		Hlat	
C	208.80 kg	12.011 g/mol	17384.33 mol	0.00 kJ/mol	0.00 kJ	0 kJ/mol	0 kJ
Summe	208.80 kg				0.00 kJ		

Tabelle 14-14: Mit HSC ermittelter Energieoutput vom Erzstaub 2 (Metall)

Output								
Metall	Temperatur = 1600.00 °C							
	Menge			Htot		Hlat		
Fe(l)	490.30 kg	55.85 g/mol	8779.39 mol	75.25 kJ/mol	660646.01 kJ	67.24 kJ/mol	590360.92 kJ	
Ti(l)	3.33 kg	47.90 g/mol	69.51 mol	72.09 kJ/mol	5010.81 kJ	73.71 kJ/mol	5123.62 kJ	
Si(l)	23.28 kg	28.09 g/mol	828.76 mol	91.31 kJ/mol	75670.10 kJ	42.83 kJ/mol	35498.64 kJ	
Na(l)	0.16 kg	22.99 g/mol	6.82 mol	56.42 kJ/mol	384.92 kJ	48.86 kJ/mol	333.30 kJ	
Al(l)	0.03 kg	26.98 g/mol	1.27 mol	58.69 kJ/mol	74.37 kJ	50.00 kJ/mol	63.36 kJ	
Ca(l)	0.00 kg	40.08 g/mol	0.00 mol	67.67 kJ/mol	0.00 kJ	55.12 kJ/mol	0.00 kJ	
V(l)	1.61 kg	50.94 g/mol	31.53 mol	73.57 kJ/mol	2319.38 kJ	72.77 kJ/mol	2294.16 kJ	
Mg(l)	0.00 kg	24.31 g/mol	0.00 mol	63.82 kJ/mol	0.03 kJ	54.02 kJ/mol	0.03 kJ	
Mn(l)	1.50 kg	54.94 g/mol	27.26 mol	83.63 kJ/mol	2279.41 kJ	72.49 kJ/mol	1975.69 kJ	
S(l)	0.00 kg	32.06 g/mol	0.02 mol	56.82 kJ/mol	1.41 kJ	55.90 kJ/mol	1.39 kJ	
Cr(l)	2.43 kg	52.00 g/mol	46.68 mol	80.93 kJ/mol	3778.12 kJ	78.75 kJ/mol	3676.33 kJ	
C(l)	14.13 kg	12.01 g/mol	1176.12 mol	150.72 kJ/mol	177269.98 kJ	29.57 kJ/mol	34777.55 kJ	
Summe	536.76 kg				927434.53 kJ		674104.98 kJ	

Tabelle 14-15: Mit HSC ermittelter Energieoutput vom Erzstaub 2 (Schlacke)

Output								
Schlacke	Temperatur = 1600.00 °C							
	Menge			Htot		Hlat		
Fe2O3(l)	0.00 kg	159.69 g/mol	0.00 mol	0.00 kJ/mol	0.00 kJ	0.00 kJ/mol	0.00 kJ	
FeO(l)	0.64 kg	71.85 g/mol	8.84 mol	-148.91 kJ/mol	-1317.03 kJ	107.41 kJ/mol	950.02 kJ	
TiO2(l)	29.51 kg	79.90 g/mol	369.39 mol	-767.79 kJ/mol	-283614.72 kJ	158.16 kJ/mol	58421.18 kJ	
Ti2O3(l)	80.48 kg	143.80 g/mol	559.67 mol	-1191.09 kJ/mol	-666616.76 kJ	247.12 kJ/mol	138303.44 kJ	
SiO2(l)	4.41 kg	60.08 g/mol	73.44 mol	-792.43 kJ/mol	-58197.85 kJ	135.09 kJ/mol	9921.32 kJ	
Na2O(l)	13.03 kg	61.98 g/mol	210.29 mol	-208.05 kJ/mol	-43750.83 kJ	164.74 kJ/mol	34644.66 kJ	
Al2O3(l)	53.87 kg	101.96 g/mol	528.30 mol	-1367.37 kJ/mol	-722377.75 kJ	228.16 kJ/mol	120535.51 kJ	
CaO(l)	1.80 kg	56.08 g/mol	32.18 mol	-474.05 kJ/mol	-15252.56 kJ	98.85 kJ/mol	3180.42 kJ	
V2O5(l)	0.00 kg	181.88 g/mol	0.00 mol	-1207.55 kJ/mol	0.00 kJ	299.25 kJ/mol	0.00 kJ	
MgO(l)	9.19 kg	40.30 g/mol	228.00 mol	-455.57 kJ/mol	-103869.10 kJ	105.44 kJ/mol	24039.50 kJ	
MnO(l)	0.22 kg	70.94 g/mol	3.06 mol	-256.16 kJ/mol	-784.80 kJ	95.55 kJ/mol	292.74 kJ	
SO3(l)	1.68 kg	80.06 g/mol	20.97 mol	-155.03 kJ/mol	-3250.43 kJ	283.36 kJ/mol	5940.93 kJ	
Cr2O3(l)	0.06 kg	151.99 g/mol	0.40 mol	-801.62 kJ/mol	-317.72 kJ	247.12 kJ/mol	97.95 kJ	
Summe	194.89 kg				-1899349.56 kJ		396327.66 kJ	

Tabelle 14-16: Mit HSC ermittelter Energieoutput vom Erzstaub 2 (Abgas)

Output							
Abgas	Temperatur = 1600.00 °C						
	Menge			Htot		Hlat	
Fe(g)	0.06 kg	55.85 g/mol	1.15 mol	451.73 kJ/mol	518.79 kJ	36.38 kJ/mol	41.79 kJ
Ti(g)	0.00 kg	47.90 g/mol	0.00 mol	508.60 kJ/mol	0.12 kJ	34.89 kJ/mol	0.01 kJ
Si(g)	0.06 kg	28.09 g/mol	2.06 mol	483.46 kJ/mol	994.26 kJ	33.46 kJ/mol	68.82 kJ
Na(g)	22.82 kg	22.99 g/mol	992.64 mol	140.23 kJ/mol	139199.28 kJ	32.73 kJ/mol	32490.69 kJ
Al(g)	0.00 kg	26.98 g/mol	0.00 mol	362.88 kJ/mol	0.17 kJ	32.89 kJ/mol	0.02 kJ
Ca(g)	0.00 kg	40.08 g/mol	0.00 mol	210.56 kJ/mol	0.00 kJ	32.76 kJ/mol	0.00 kJ
V(g)	0.00 kg	50.94 g/mol	0.00 mol	554.61 kJ/mol	0.01 kJ	39.11 kJ/mol	0.00 kJ
Mg(g)	0.02 kg	24.31 g/mol	0.82 mol	179.83 kJ/mol	146.88 kJ	32.73 kJ/mol	26.73 kJ
Mn(g)	0.05 kg	54.94 g/mol	0.91 mol	316.00 kJ/mol	287.75 kJ	32.74 kJ/mol	29.81 kJ
S(g)	0.01 kg	32.06 g/mol	0.42 mol	311.40 kJ/mol	130.93 kJ	34.22 kJ/mol	14.39 kJ
Cr(g)	0.00 kg	52.00 g/mol	0.01 mol	430.76 kJ/mol	4.37 kJ	33.62 kJ/mol	0.34 kJ
CO(g)	453.77 kg	28.01 g/mol	16200.07 mol	-58.39 kJ/mol	-945845.89 kJ	52.16 kJ/mol	844928.28 kJ
CO2(g)	0.36 kg	44.01 g/mol	8.14 mol	-309.68 kJ/mol	-2521.03 kJ	83.83 kJ/mol	682.43 kJ
Summe	477.15 kg				-807084.35 kJ		878283.31 kJ

Tabelle 14-17: Ermittlung des Ofenverlustes

Verluste			
Ofen	5.00%	77 kWh	276808.68 kJ

Tabelle 14-18: Vollständige Energiebilanz vom Erzstaub 2

Energiebilanz		
INPUT	Erzstaub	-7315172.93 kJ
	Kohlenstoff	0.00 kJ
	Summe	-7315172.93 kJ
OUTPUT	Metall	927434.53 kJ
	Schlacke	-1899349.56 kJ
	Abgas	-807084.35 kJ
	Summe	-1778999.38 kJ
VERLUSTE		276,809 kJ
BILANZ	OUTPUT - INPUT + VERLUSTE	5,812,982 kJ
theoretischer Energiebedarf	auf Input bezogen	8,304,260 kJ
	Je Tonne Erzstaub	8,304,260 kJ

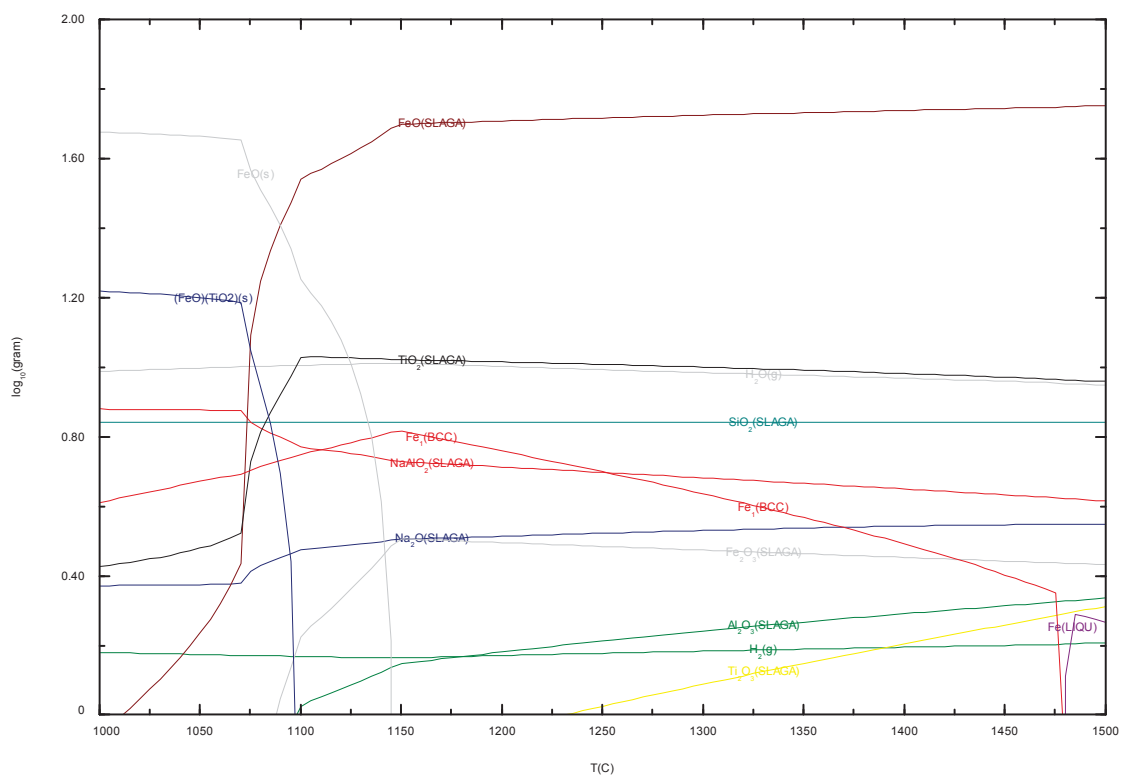


Abbildung 14-3: Mit Facsage ermitteltes Diagramm der stöchiometrisch mit Wasserstoff behandelten Probe 1

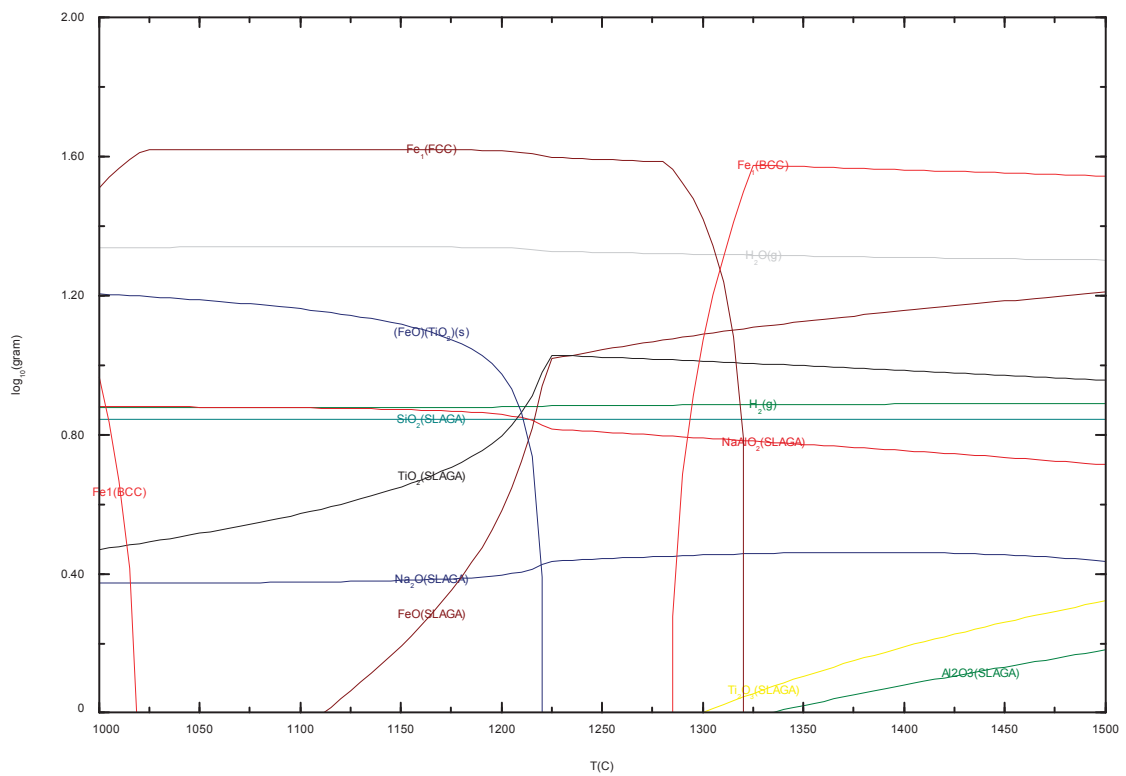


Abbildung 14-4: Mit Facsage ermitteltes Diagramm der überstöchiometrisch mit Wasserstoff behandelten Probe 1

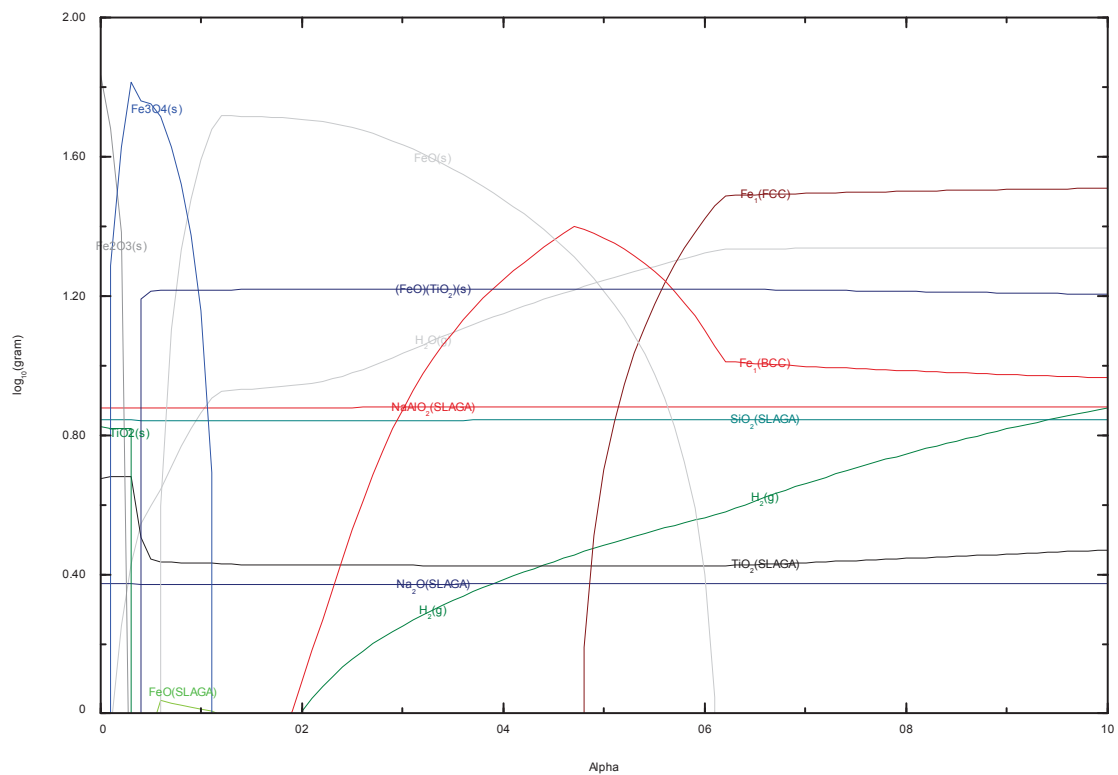


Abbildung 14-5: Mit Facsage ermitteltes Diagramm der mit unterschiedlichen Wasserstoffgehalten behandelten Probe 1 bei 1.000 °C

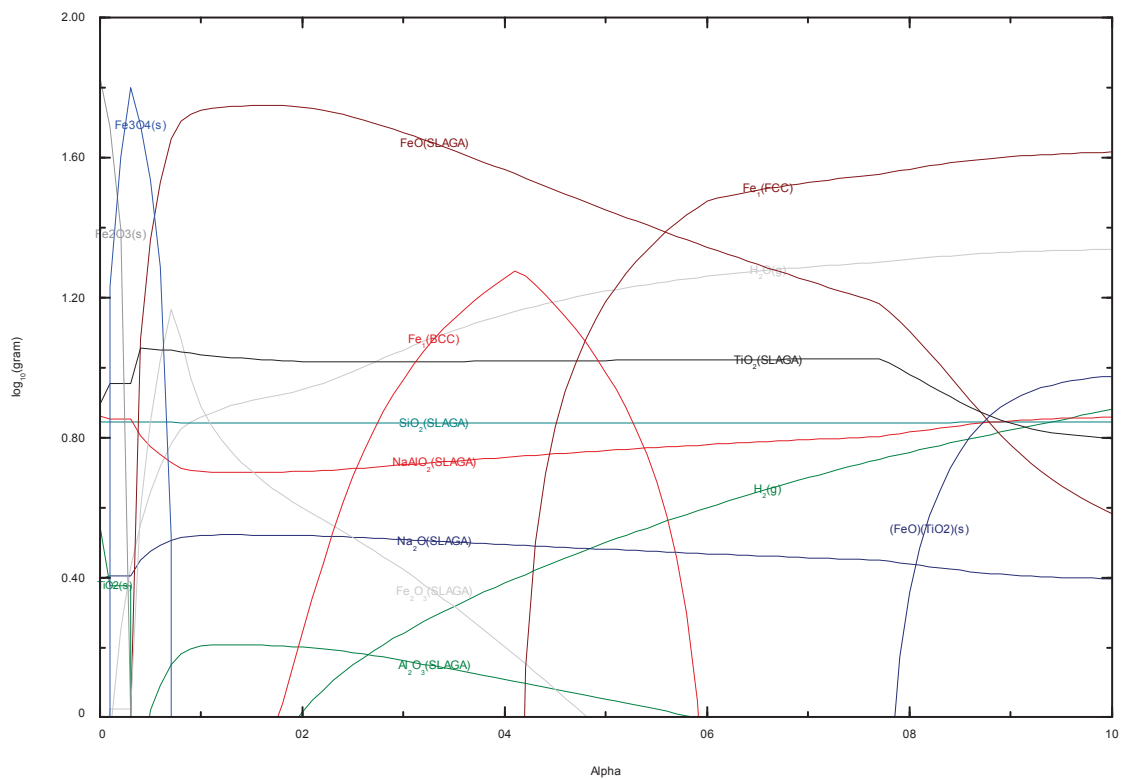


Abbildung 14-6: Mit Facsage ermitteltes Diagramm der mit unterschiedlichen Wasserstoffgehalten behandelten Probe 1 bei 1.200 °C

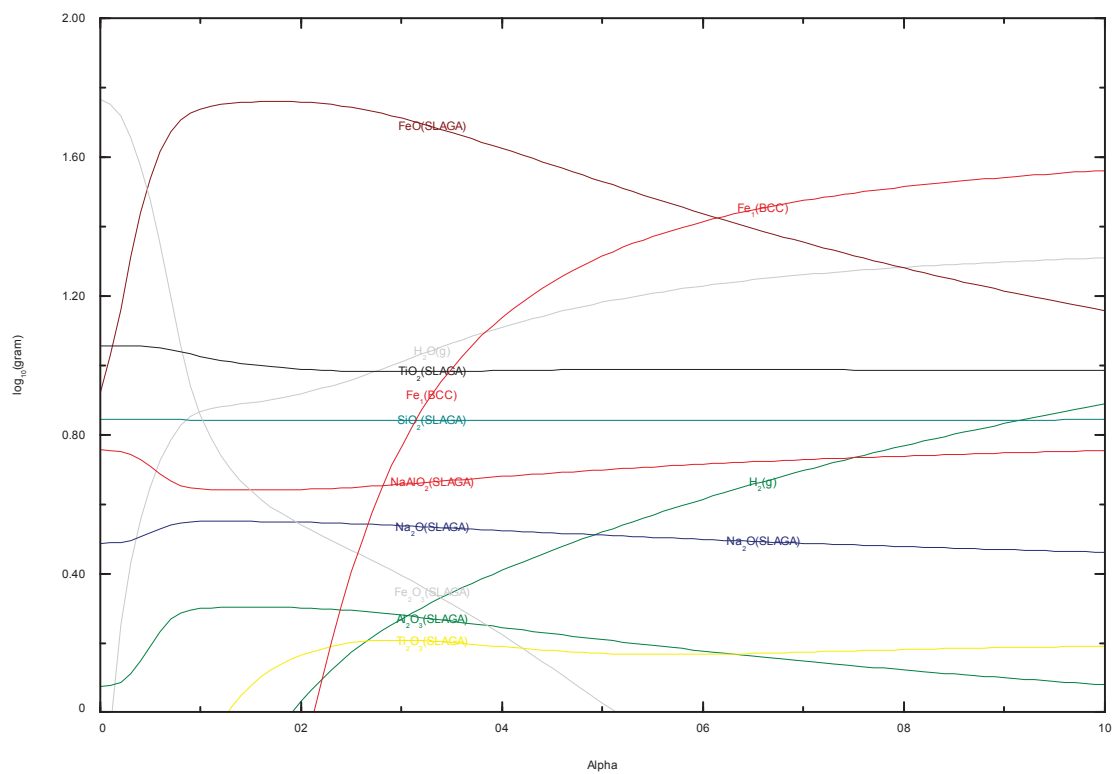


Abbildung 14-7: Mit Facsage ermitteltes Diagramm der mit unterschiedlichen Wasserstoffgehalten behandelten Probe 1 bei 1.400 °C

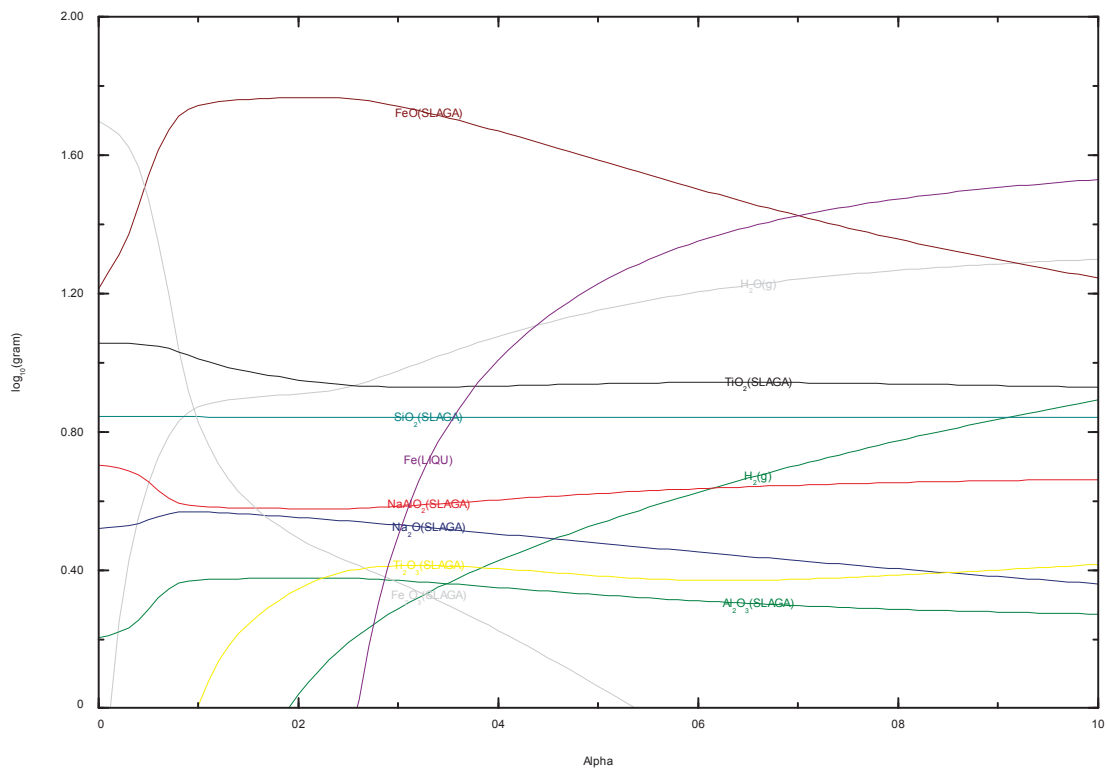


Abbildung 14-8: Mit Facsage ermitteltes Diagramm der mit unterschiedlichen Wasserstoffgehalten behandelten Probe 1 bei 1.600 °C

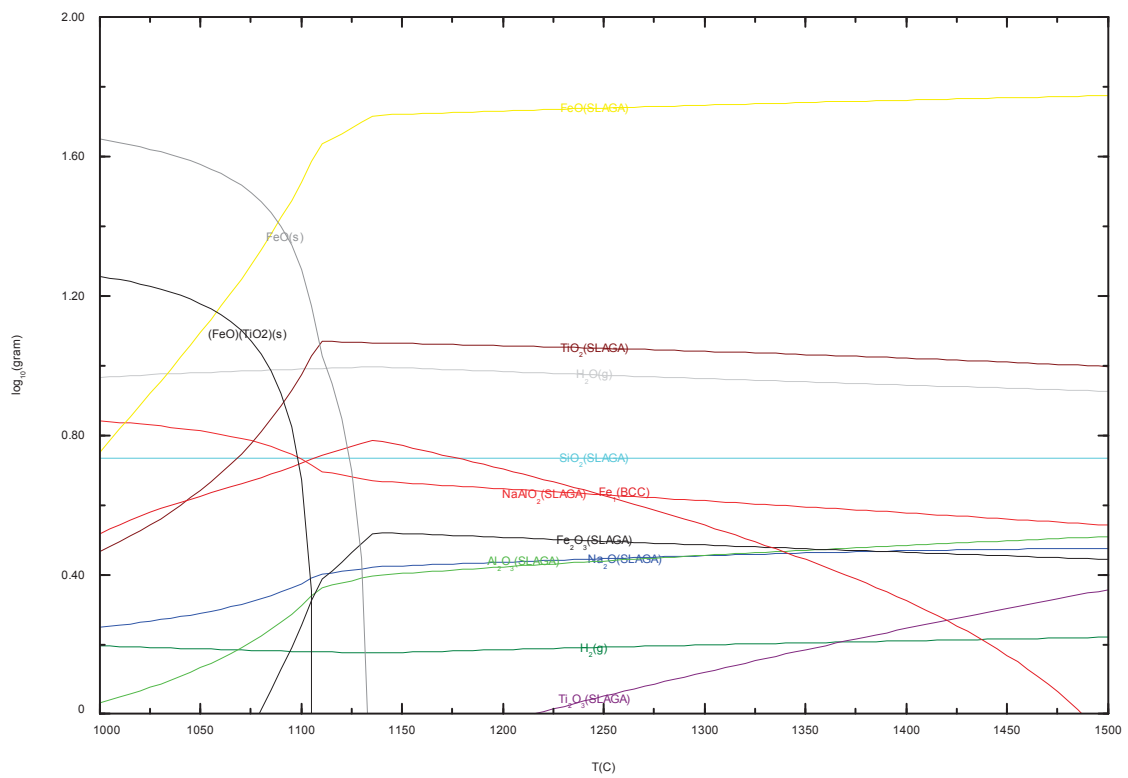


Abbildung 14-9: Mit Facsage ermitteltes Diagramm der stöchiometrisch mit Wasserstoff behandelten Probe 2

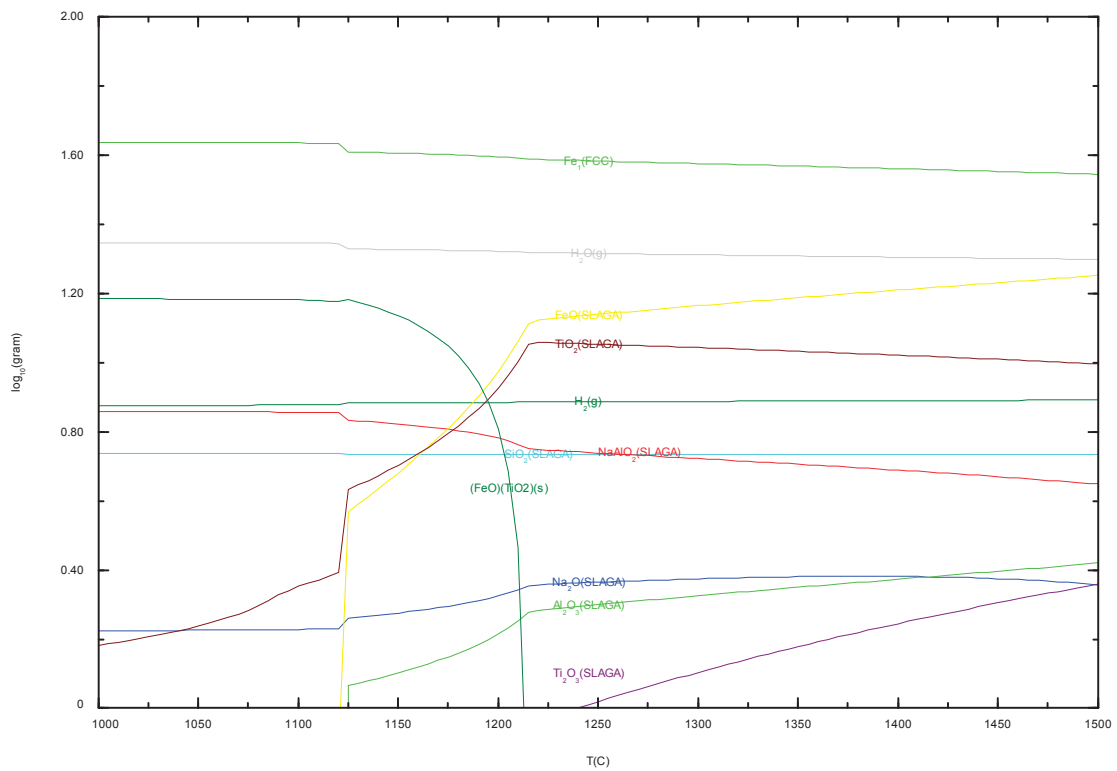


Abbildung 14-10: Mit Facsage ermitteltes Diagramm der überstöchiometrisch mit Wasserstoff behandelten Probe 2

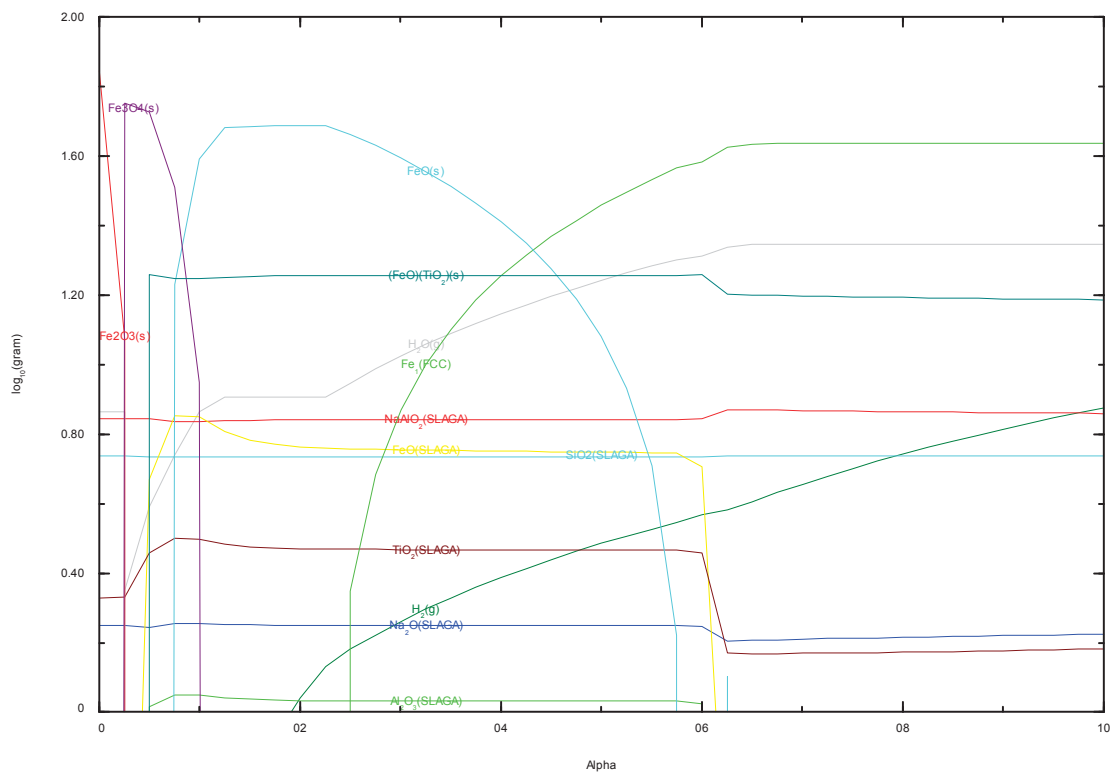


Abbildung 14-11: Mit Facsage ermitteltes Diagramm der mit unterschiedlichen Wasserstoffgehalten behandelten Probe 2 bei 1.000 °C

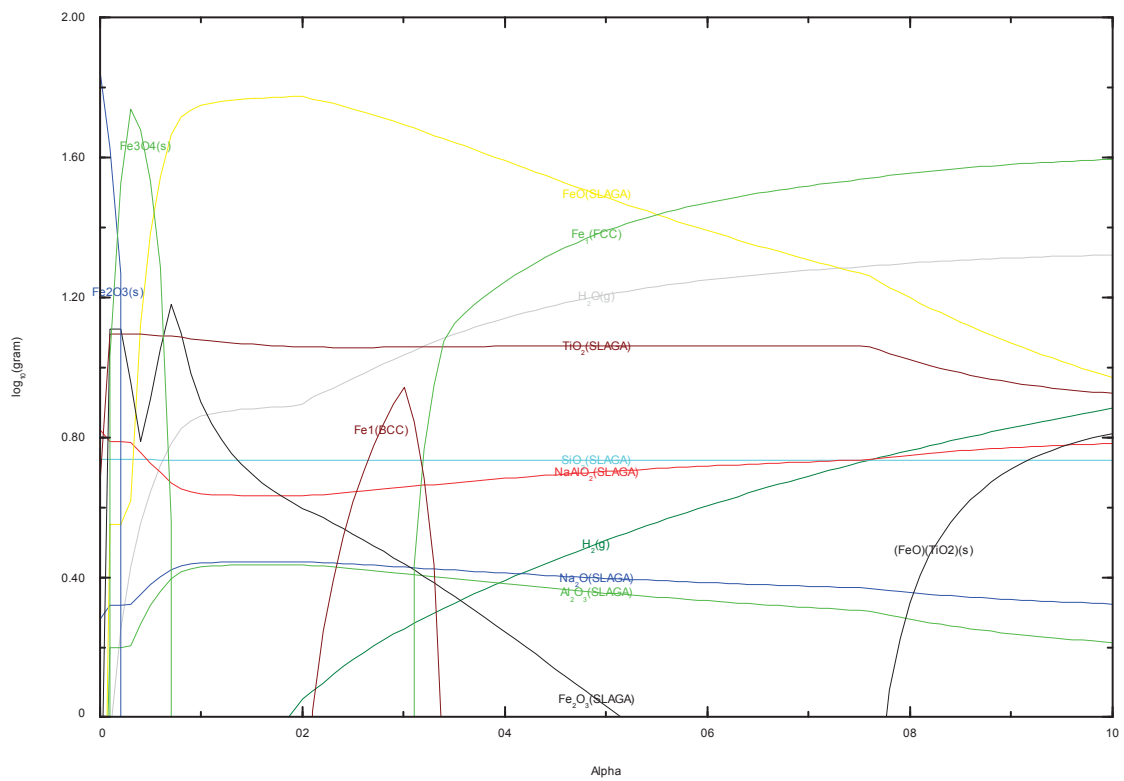


Abbildung 14-12: Mit Facsage ermitteltes Diagramm der mit unterschiedlichen Wasserstoffgehalten behandelten Probe 2 bei 1.200 °C

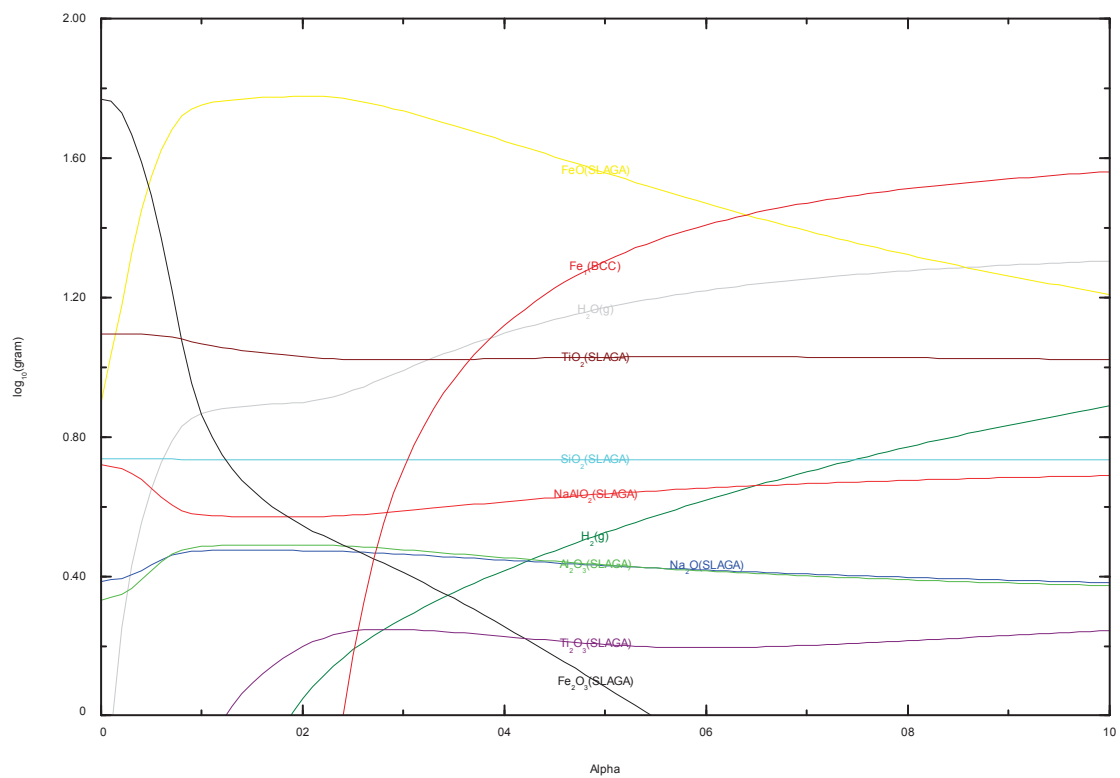


Abbildung 14-13: Mit Facsage ermitteltes Diagramm der mit unterschiedlichen Wasserstoffgehalten behandelten Probe 2 bei 1.400 °C

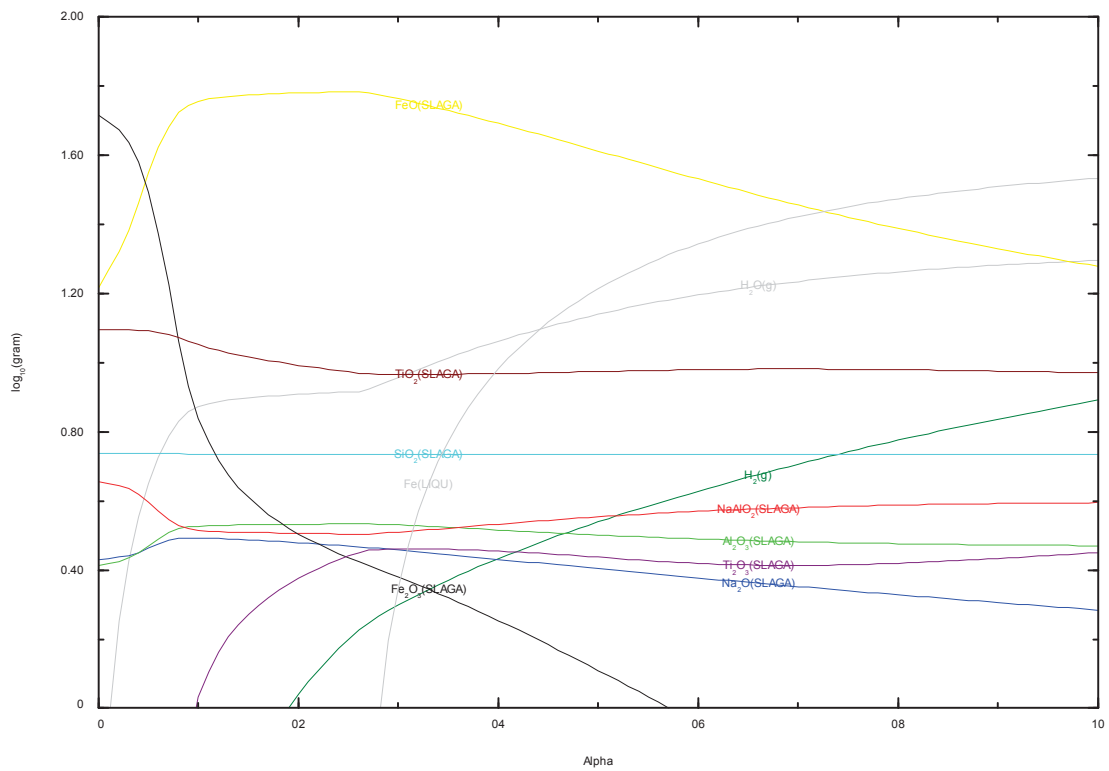


Abbildung 14-14: Mit Facsage ermitteltes Diagramm des mit unterschiedlichen Wasserstoffgehalten behandelten Probe 2 bei 1.600 °C

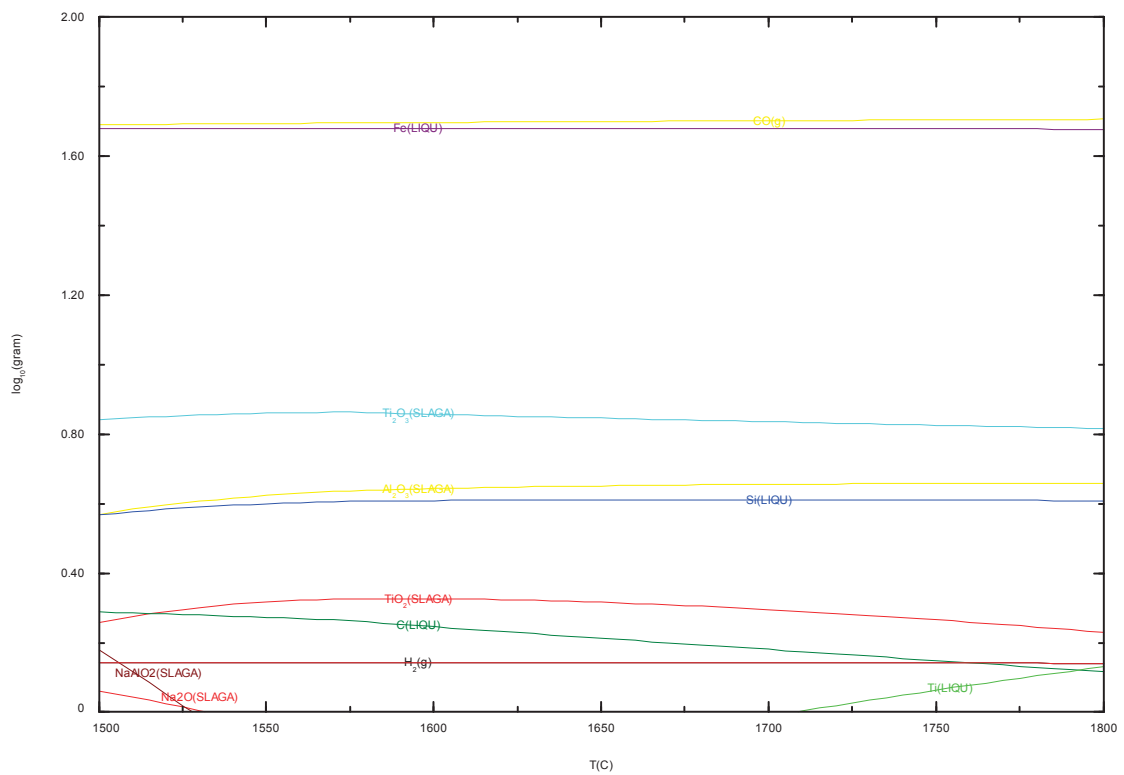


Abbildung 14-15: Mit Factsage ermitteltes Diagramm der mit stöchiometrischem Kohlenstoffgehalt behandelten Probe 1

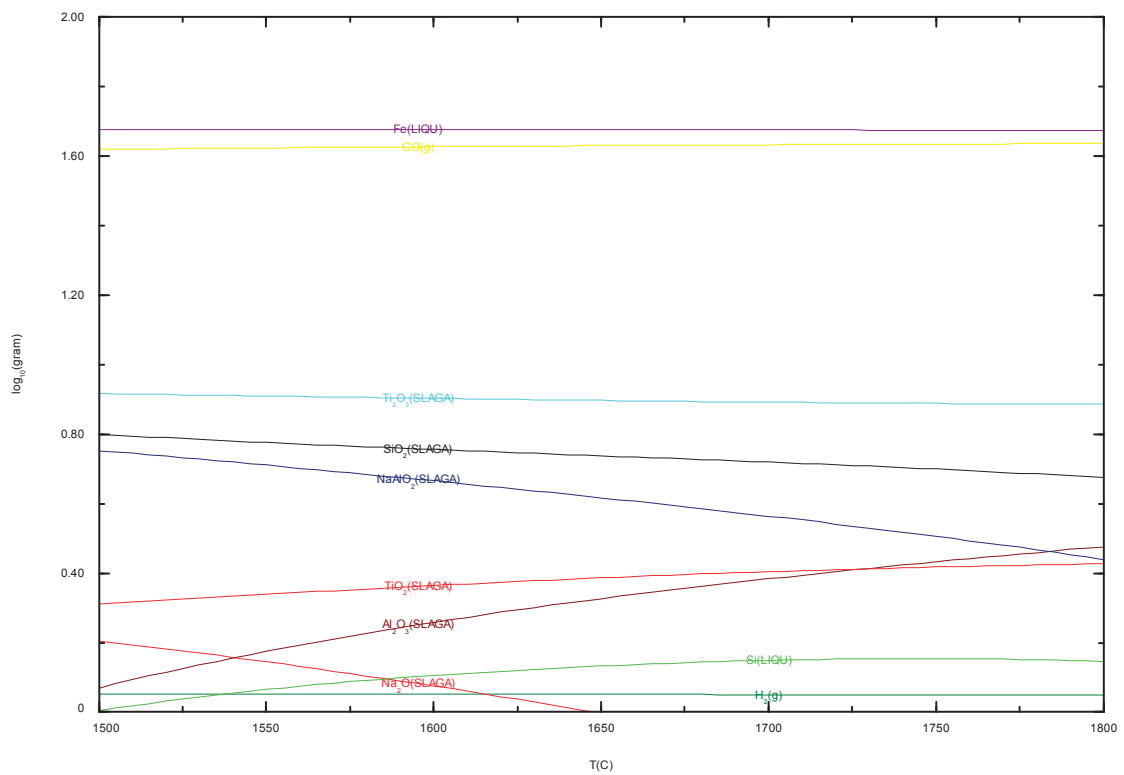


Abbildung 14-16: Mit Factsage ermitteltes Diagramm der mit unterstöchiometrischem Kohlenstoffgehalt behandelten Probe 1

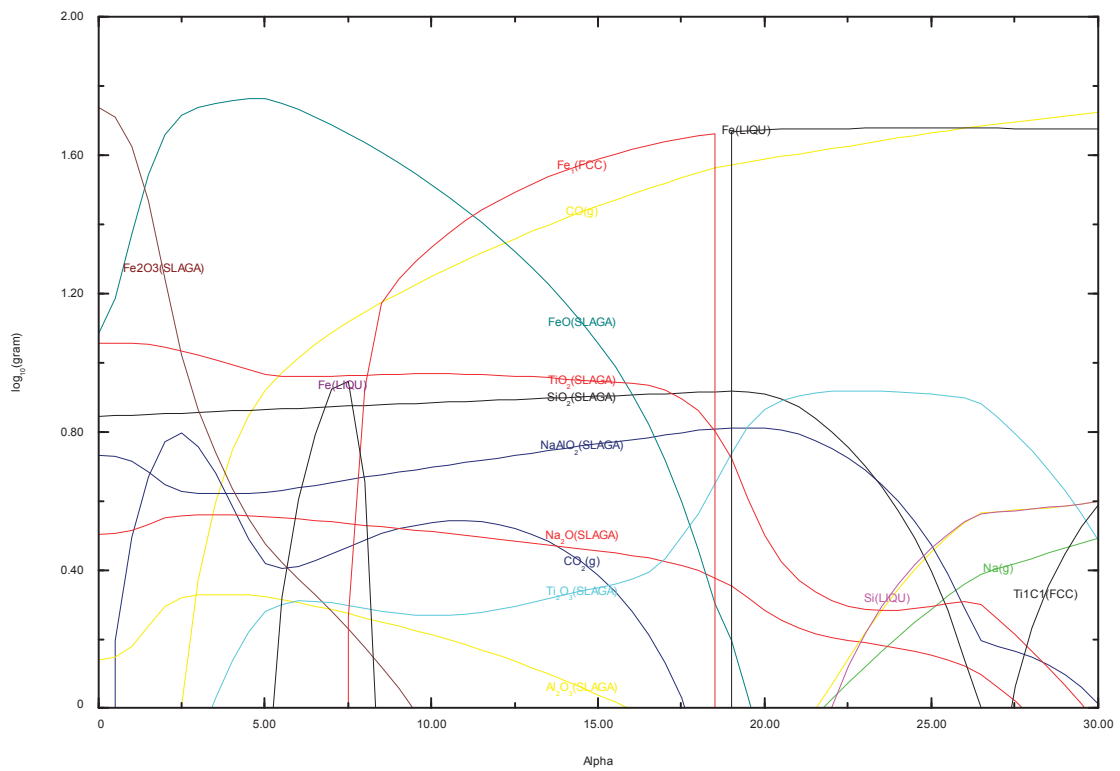


Abbildung 14-17: Mit Factsage ermitteltes Diagramm der mit unterschiedlichem Kohlenstoffgehalt behandelten Probe 1 bei 1.500 °C

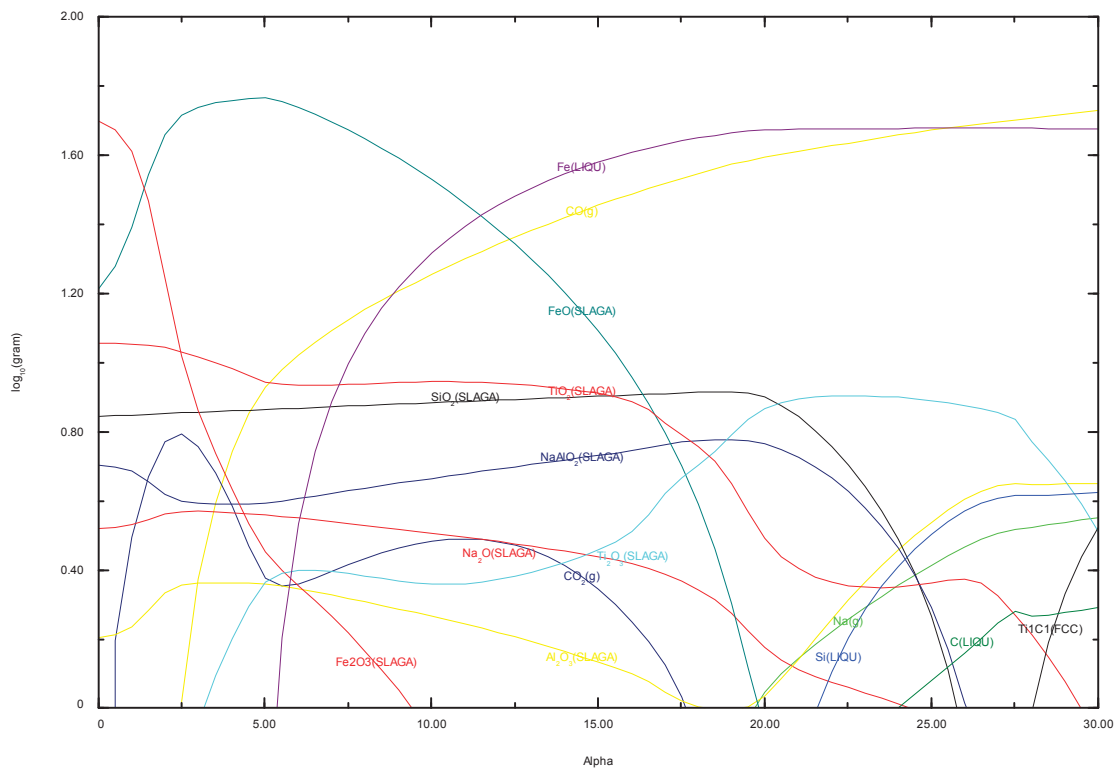


Abbildung 14-18: Mit Factsage ermitteltes Diagramm der mit unterschiedlichem Kohlenstoffgehalt behandelten Probe 1 bei 1.600 °C

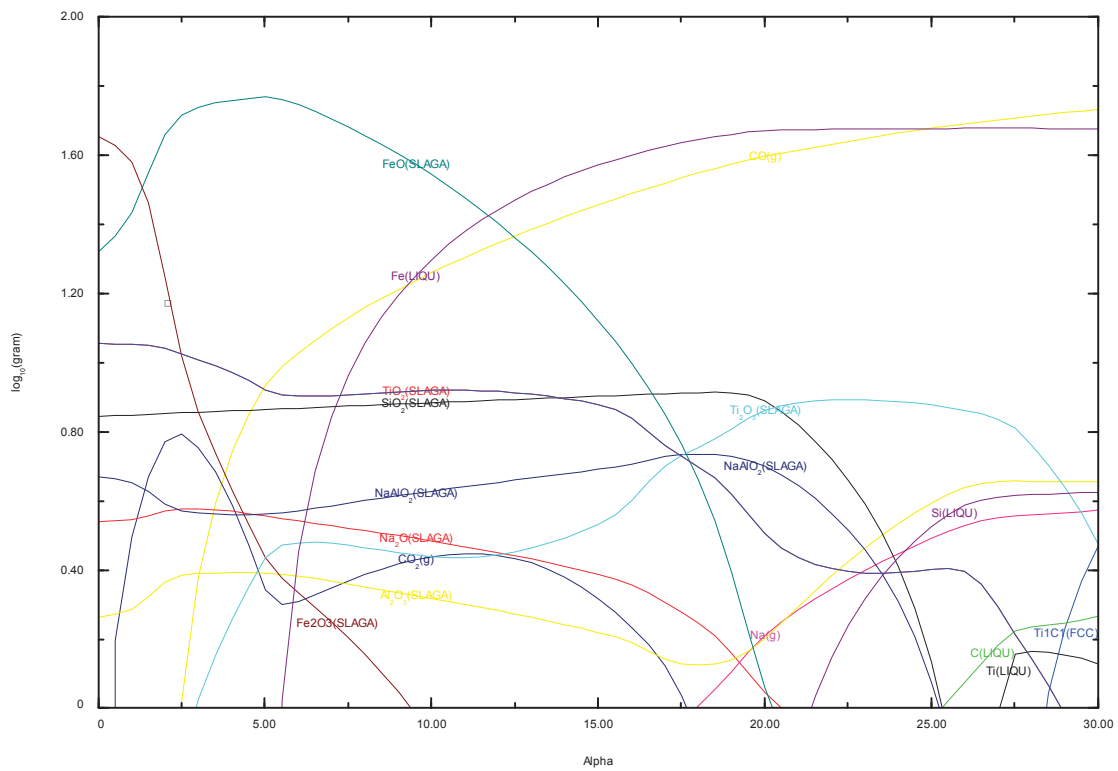


Abbildung 14-19: Mit Factsage ermitteltes Diagramm der mit unterschiedlichem Kohlenstoffgehalt behandelten Probe 1 bei 1.700 °C

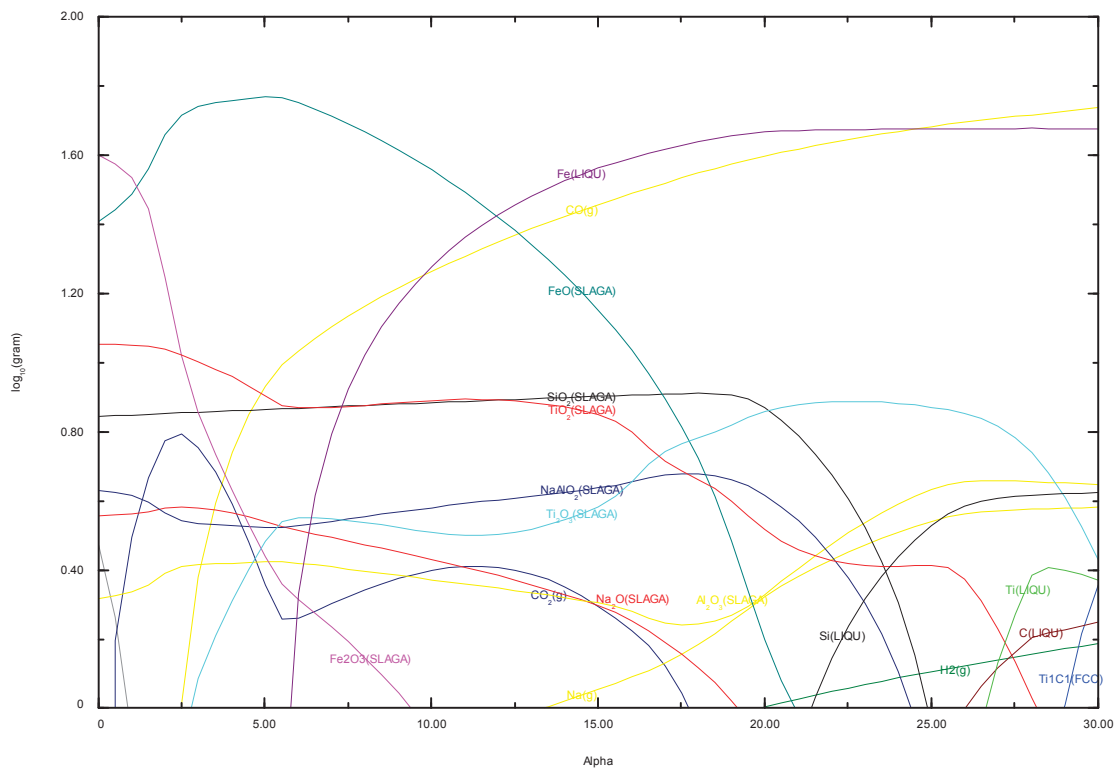


Abbildung 14-20: Mit Factsage ermitteltes Diagramm der mit unterschiedlichem Kohlenstoffgehalt behandelten Probe 1 bei 1.800 °C

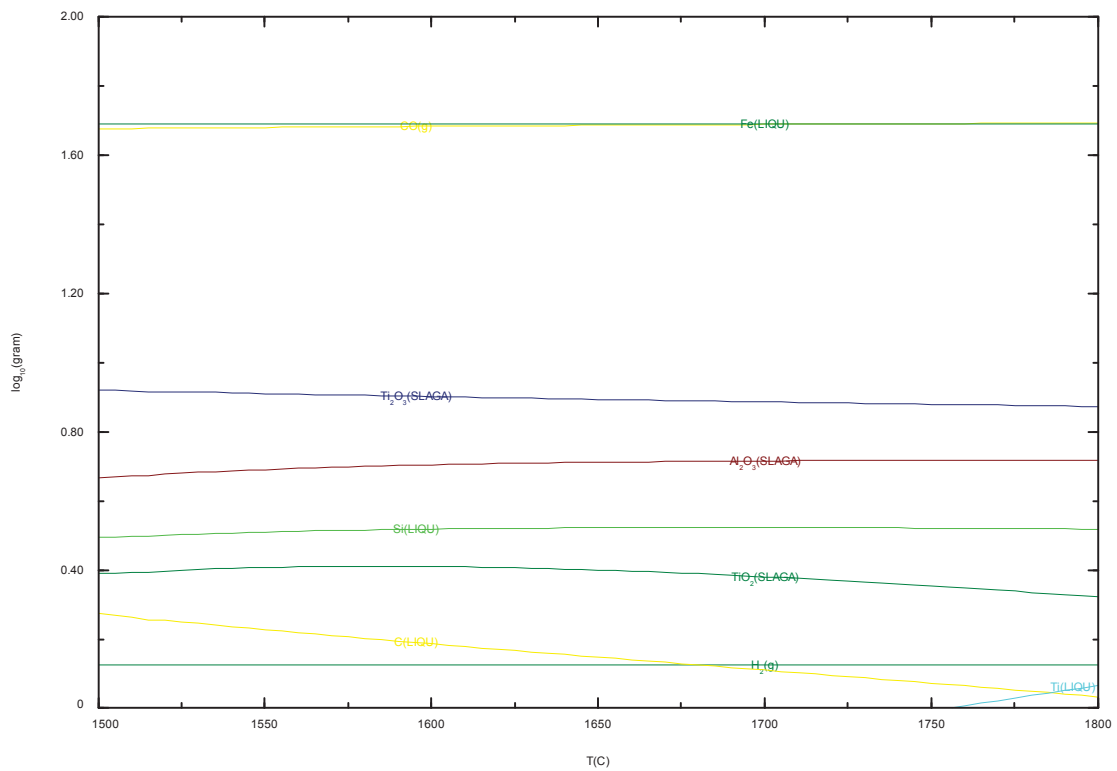


Abbildung 14-21: Mit Factsage ermitteltes Diagramm der mit stöchiometrischem Kohlenstoffgehalt behandelten Probe 2

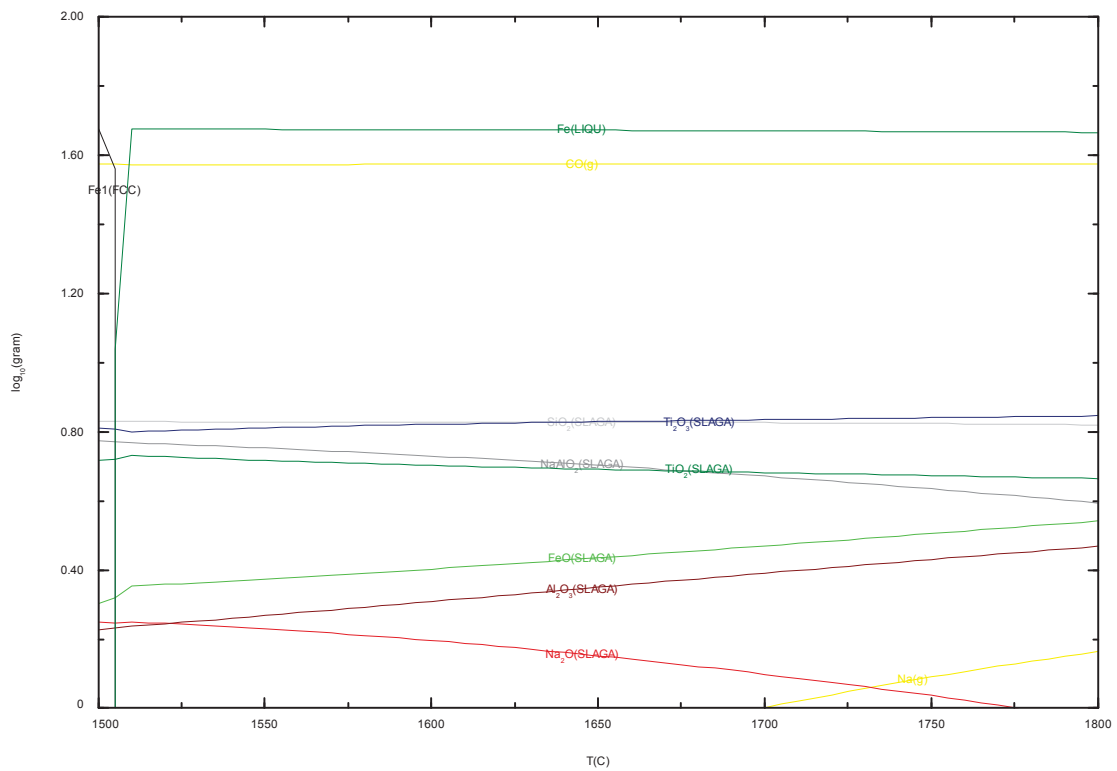


Abbildung 14-22: Mit Factsage ermitteltes Diagramm der mit unterstöchiometrischem Kohlenstoffgehalt behandelten Probe 2

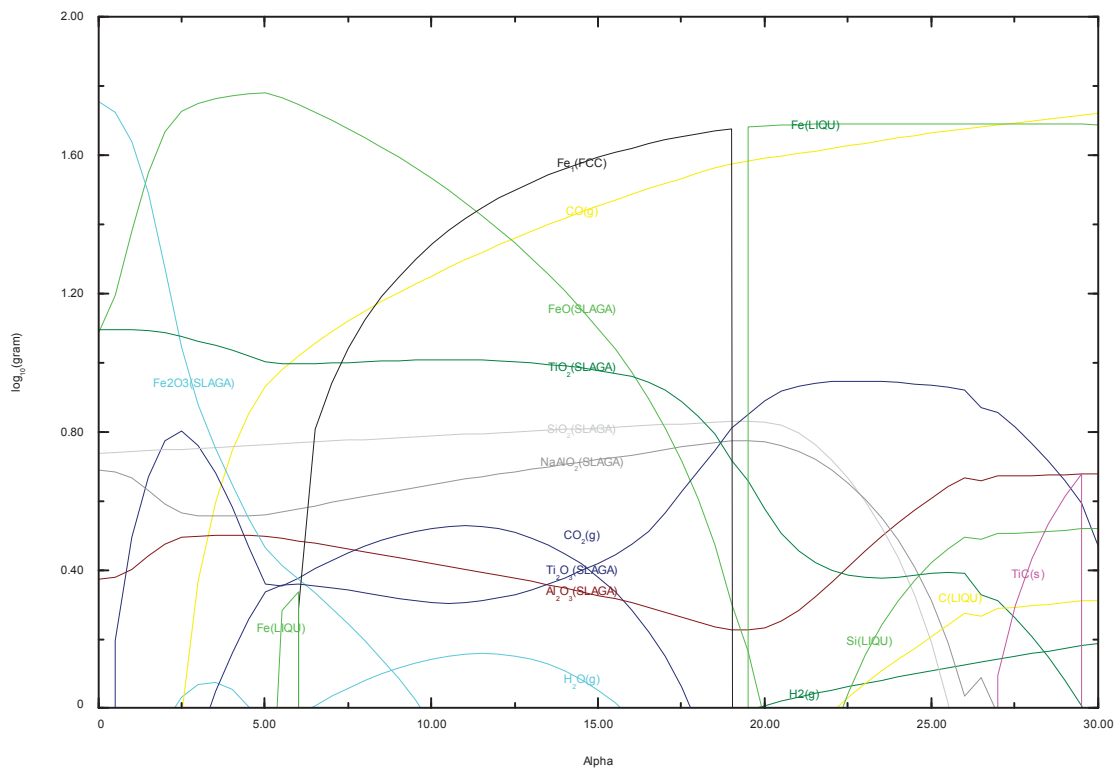


Abbildung 14-23: Mit Factsage ermitteltes Diagramm der mit unterschiedlichen Kohlenstoffgehalten behandelten Probe 2 bei 1.500 °C

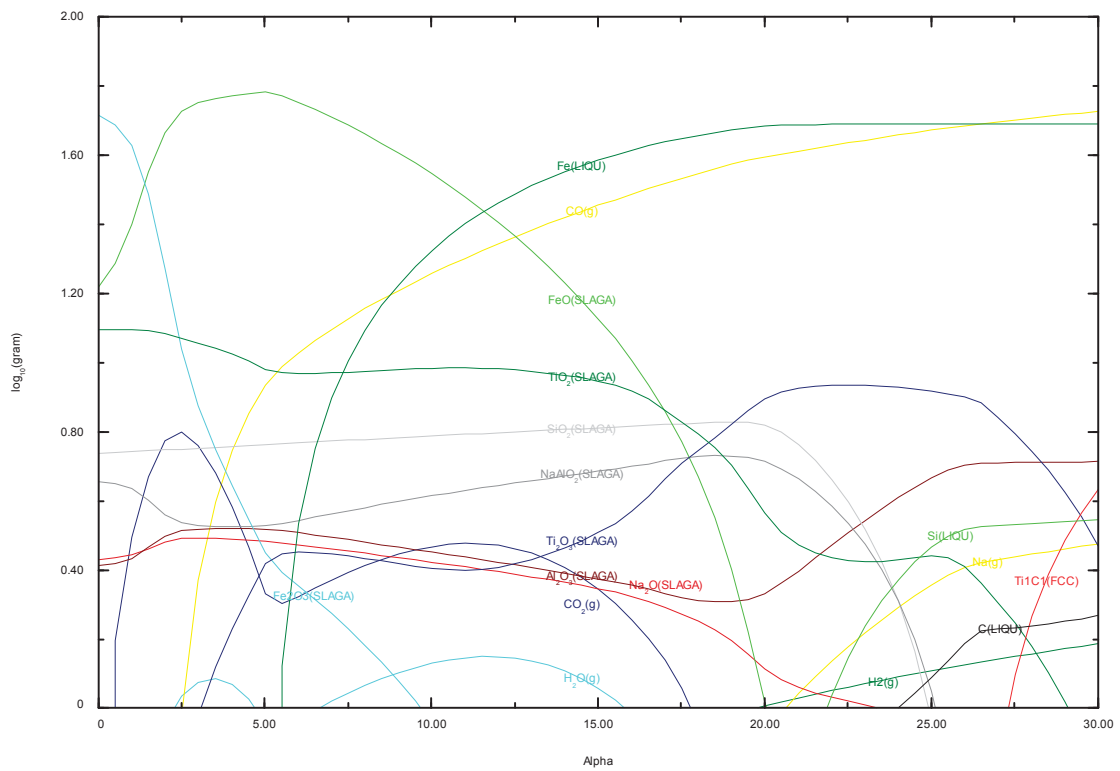


Abbildung 14-24: Mit Factsage ermitteltes Diagramm der mit unterschiedlichen Kohlenstoffgehalten behandelten Probe 2 bei 1.600 °C

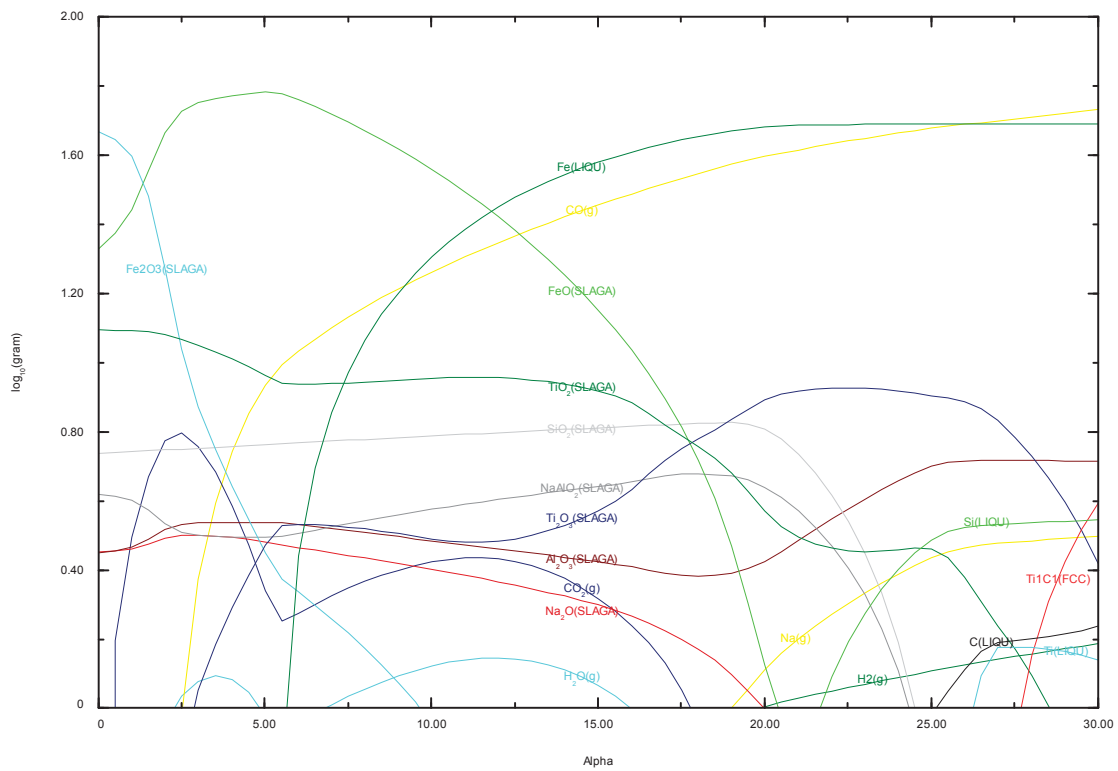


Abbildung 14-25: Mit Factsage ermitteltes Diagramm der mit unterschiedlichen Kohlenstoffgehalten behandelten Probe 2 bei 1.700 °C

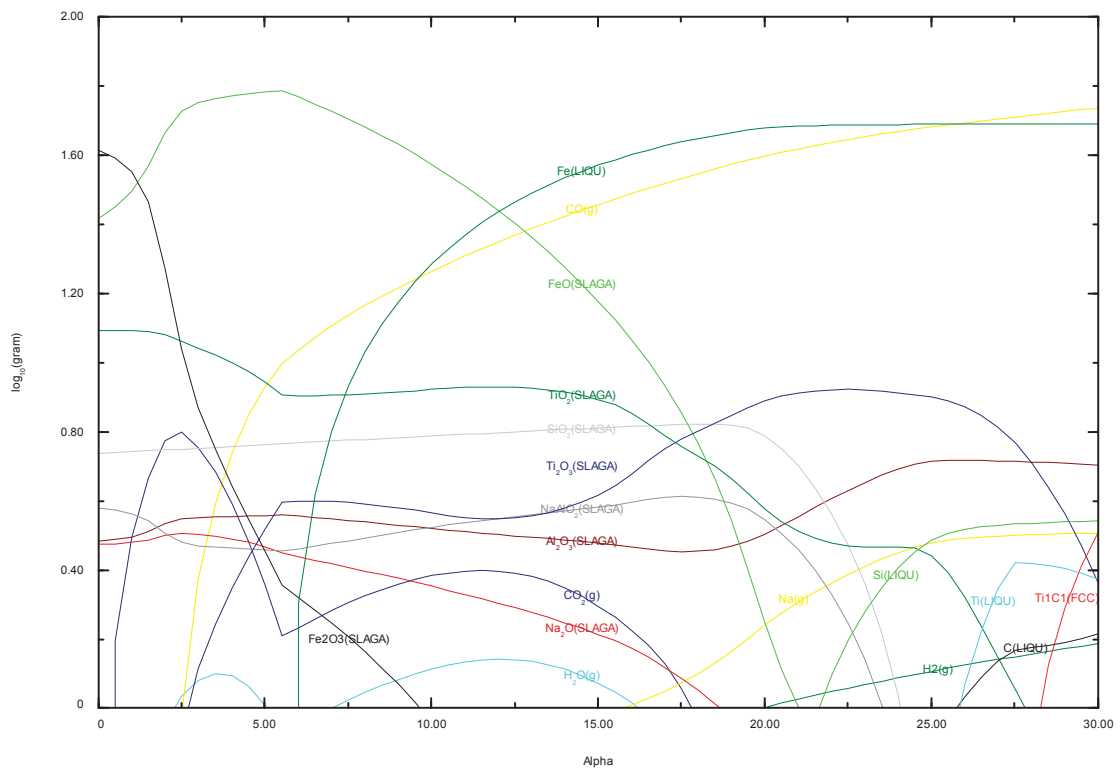


Abbildung 14-26: Mit Factsage ermitteltes Diagramm der mit unterschiedlichen Kohlenstoffgehalten behandelten Probe 2 bei 1.800 °C

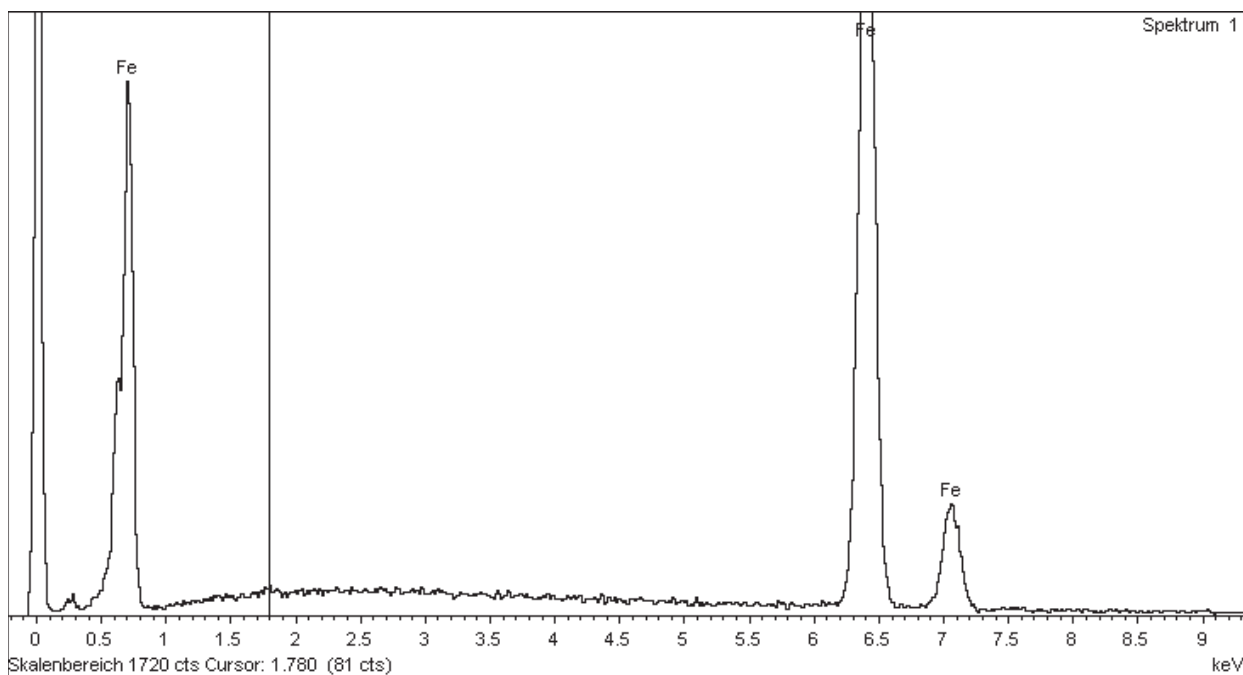
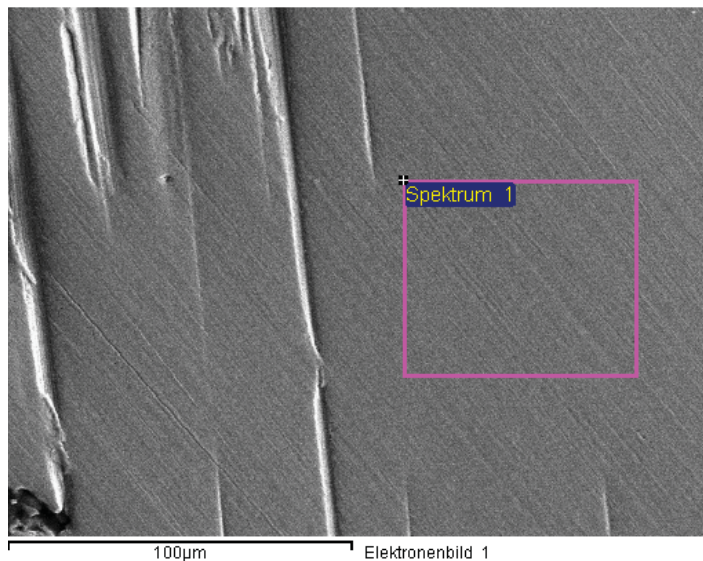
Erzstaub 1

Behandlungstemperatur: 1500 °C,
 Reduktionsgas: H₂ (25-vol%)-Ar
 Reduktionsgasmenge: 6 l/min Ar, 2 l/min H₂
 Behandlungsdauer: 60 min

Projekt: Erzstaub
 Besitzer: INCA Operator
 Bereich: Arbeitsbereich 3

Probennummer: 2
 Typ: Vorgabe

Element	Masse%	Atom%
Fe K	100.00	100.00
Insgesamt	100.00	



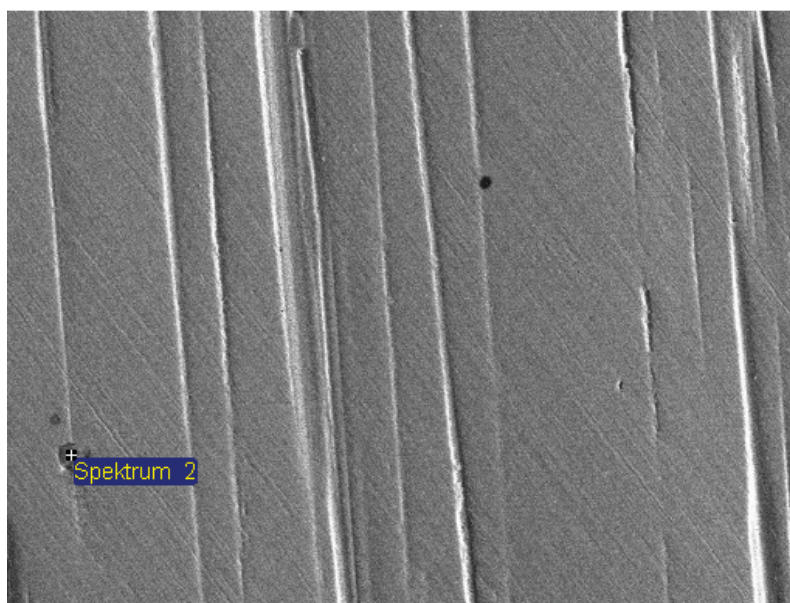
Erzstaub 1

Behandlungstemperatur: 1500 °C,
Reduktionsgas: H₂ (25-vol%)-Ar
Reduktionsgasmenge: 6 l/min Ar, 2 l/min H₂
Behandlungsdauer: 60 min

Projekt: Erzstaub
Besitzer: INCA Operator
Bereich: Arbeitsbereich 2

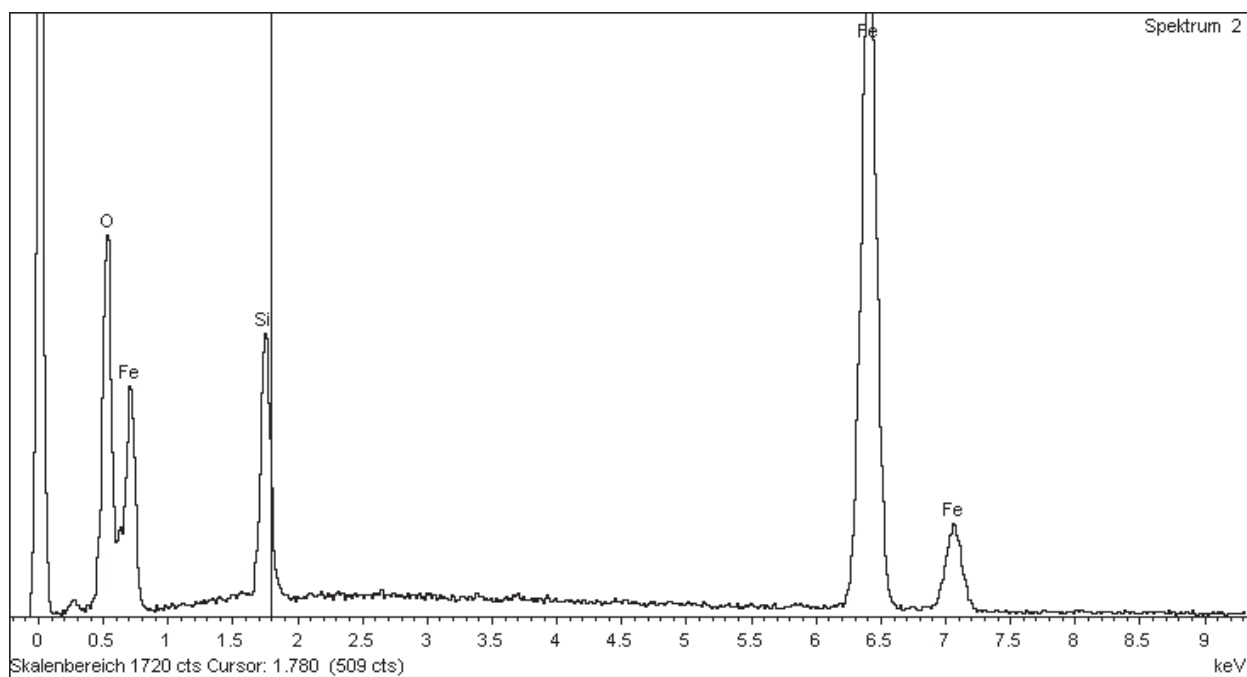
Probennummer: 2
Typ: Vorgabe

Element	Masse%	Atom%
O K	26.09	52.39
Si K	8.96	10.25
Fe K	64.95	37.36
Insgesamt	100.00	

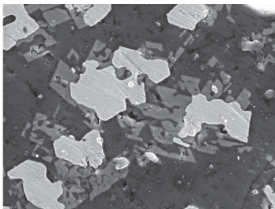


100µm

Elektronenbild 1



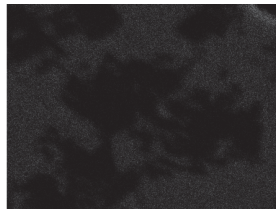
Erzstaub 1



Elektronenbild 1



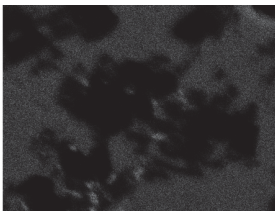
O Ka1



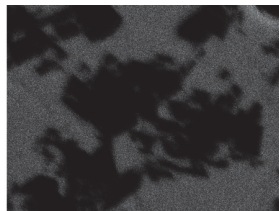
Na Ka1_2



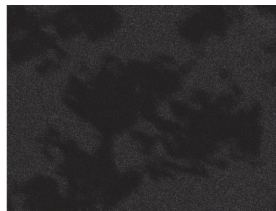
Mg Ka1_2



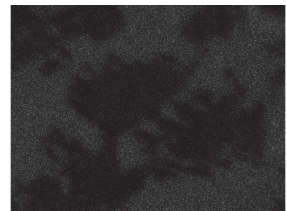
Al Ka1



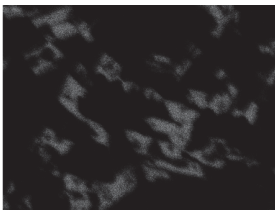
Si Ka1



K Ka1



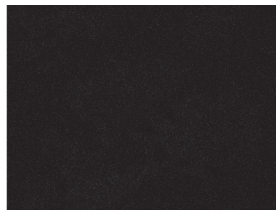
Ca Ka1



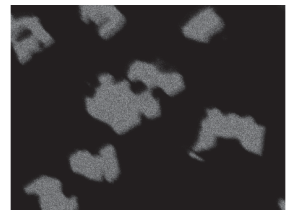
Ti Ka1



V Ka1



Mn Ka1



Fe Ka1

Behandlung: 1.300 °C mit H₂ (25 Vol.%) -Ar als Reduktionsgas und einer Behandlungsdauer von 60 min

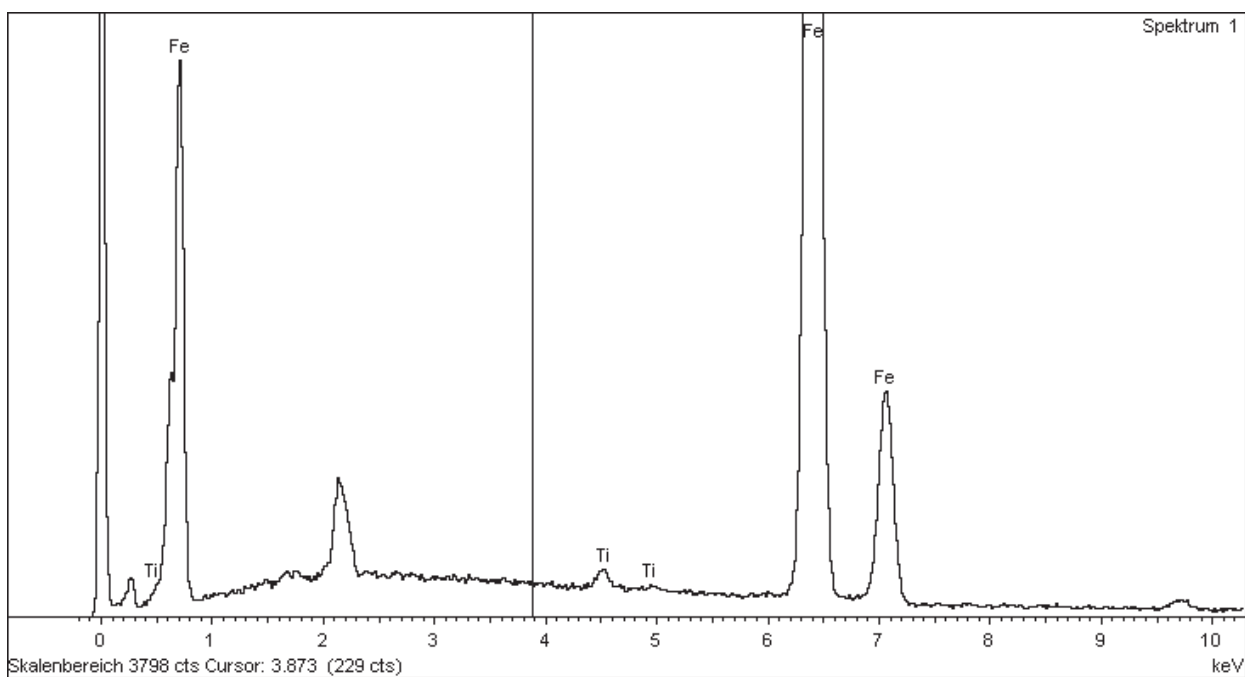
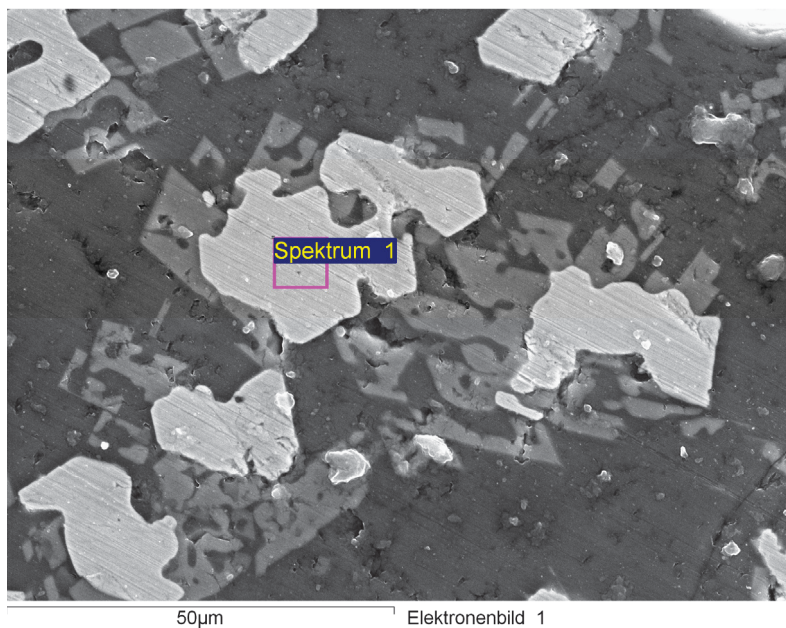
Erzstaub 1

Behandlungstemperatur: 1300 °C,
 Reduktionsgas: H₂ (25-vol%)-Ar
 Reduktionsgasmenge: 6 l/min Ar, 2 l/min H₂

Projekt: Erzstaub
 Besitzer: INCA Operator
 Bereich: Arbeitsbereich 1

Probennummer: 3
 Typ: Vorgabe

Element	Masse%	Atom%
Ti K	0.49	0.57
Fe K	99.51	99.43
Insgesamt	100.00	



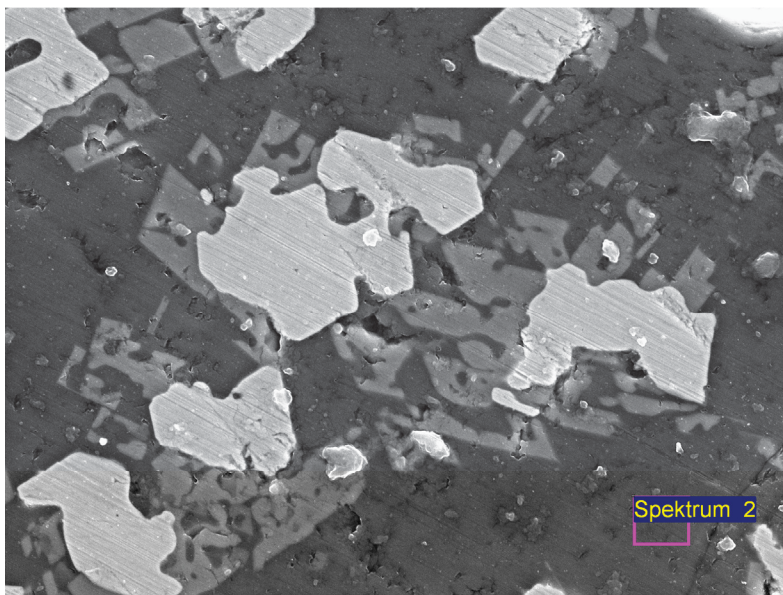
Erzstaub 1

Behandlungstemperatur: 1300 °C,
 Reduktionsgas: H₂ (25-vol%)-Ar
 Reduktionsgasmenge: 6 l/min Ar, 2 l/min H₂
 Behandlungsdauer: 60 min

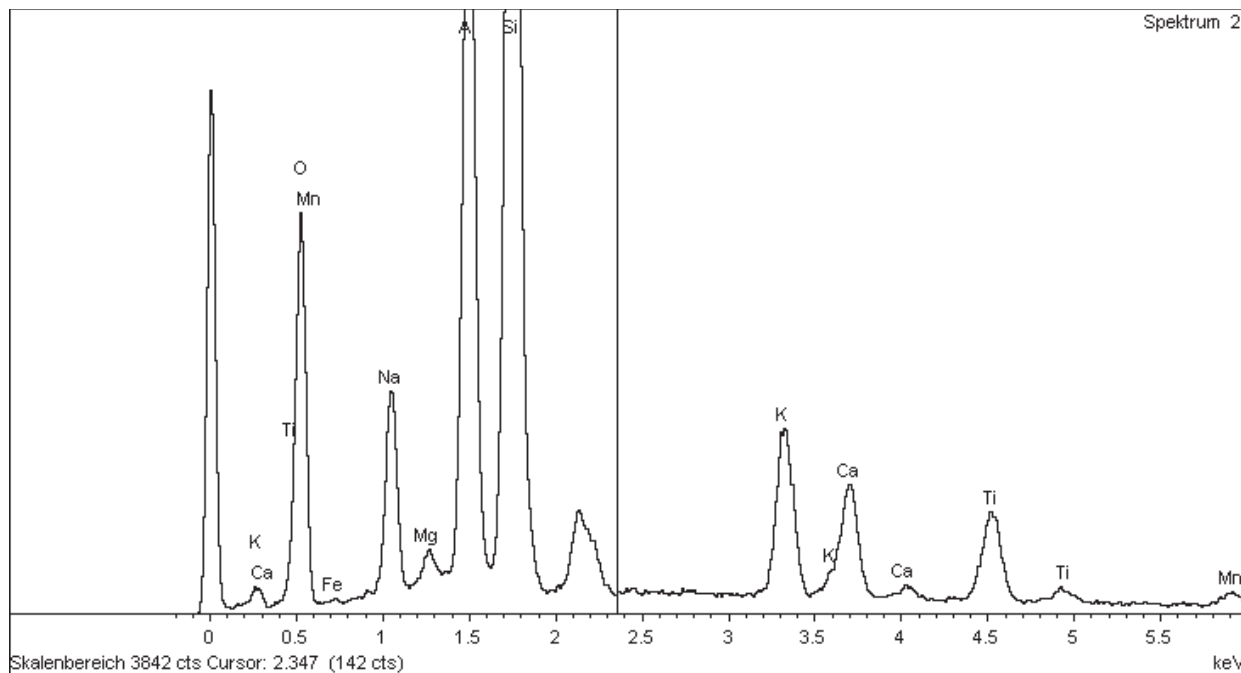
Projekt: Erzstaub
 Besitzer: INCA Operator
 Bereich: Arbeitsbereich 1

Probennummer: 3
 Typ: Vorgabe

Element	Masse%	Atom%
O K	49.77	64.47
Na K	5.97	5.38
Mg K	0.55	0.47
Al K	12.10	9.29
Si K	20.36	15.02
K K	3.85	2.04
Ca K	2.64	1.36
Ti K	3.02	1.31
Mn K	0.69	0.26
Fe K	1.06	0.39
Insgesamt	100.00	



50µm Elektronenbild 1



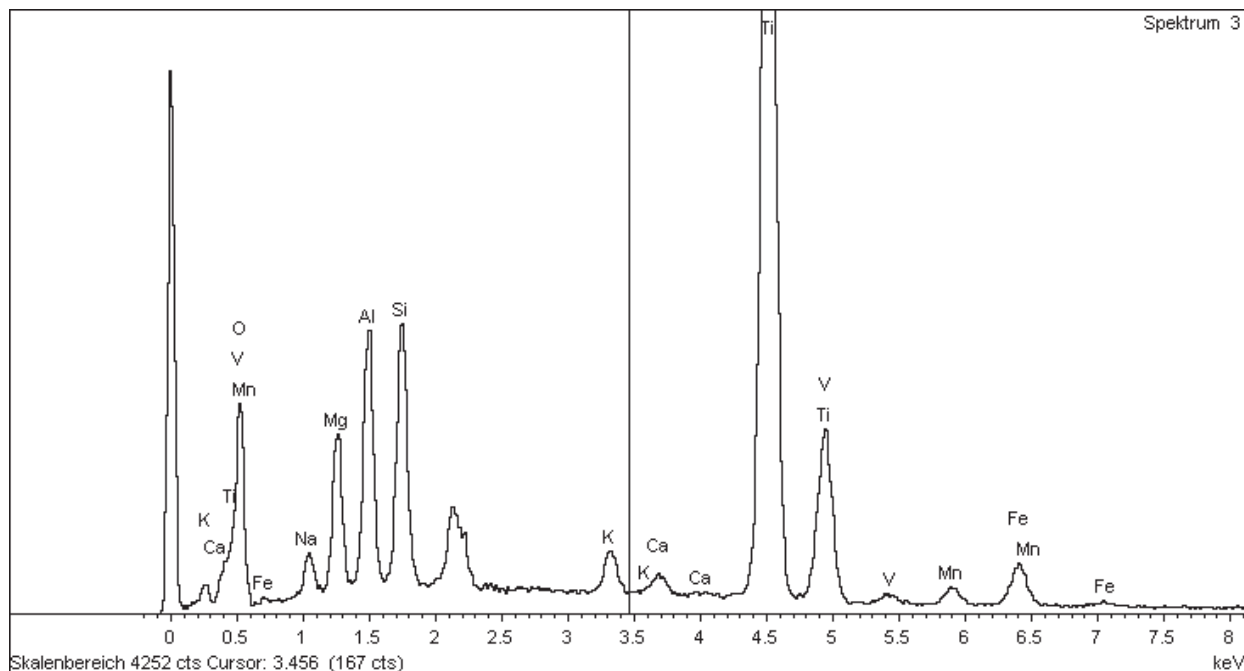
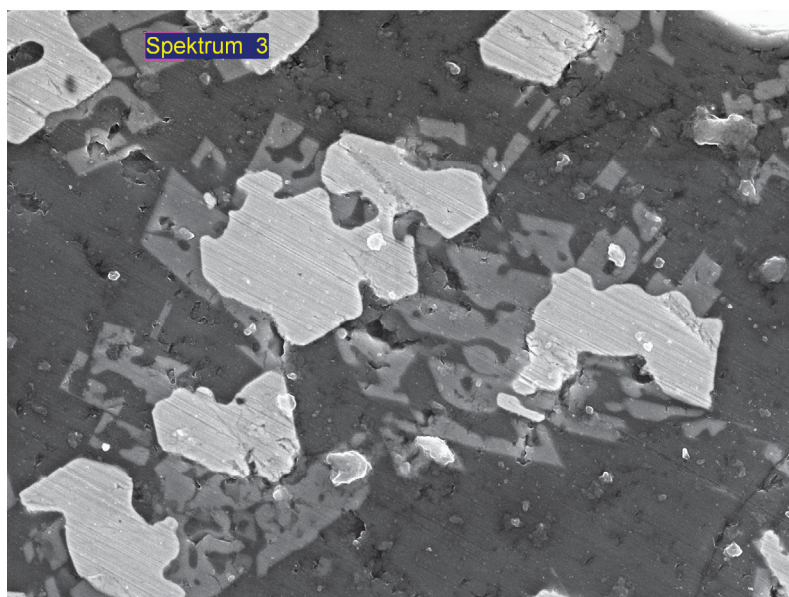
Erzstaub 1

Behandlungstemperatur: 1300 °C,
 Reduktionsgas: H₂ (25-vol%)-Ar
 Reduktionsgasmenge: 6 l/min Ar, 2 l/min H₂
 Behandlungsdauer: 60 min

Projekt: Erzstaub
 Besitzer: INCA Operator
 Bereich: Arbeitsbereich 1

Probennummer: 3
 Typ: Vorgabe

Element	Masse%	Atom%
O K	46.98	68.29
Na K	1.66	1.68
Mg K	3.88	3.72
Al K	4.85	4.18
Si K	4.59	3.80
K K	0.88	0.53
Ca K	0.44	0.25
Ti K	31.45	15.27
V K	1.90	0.87
Mn K	0.95	0.40
Fe K	2.41	1.00
Insgesamt	100.00	



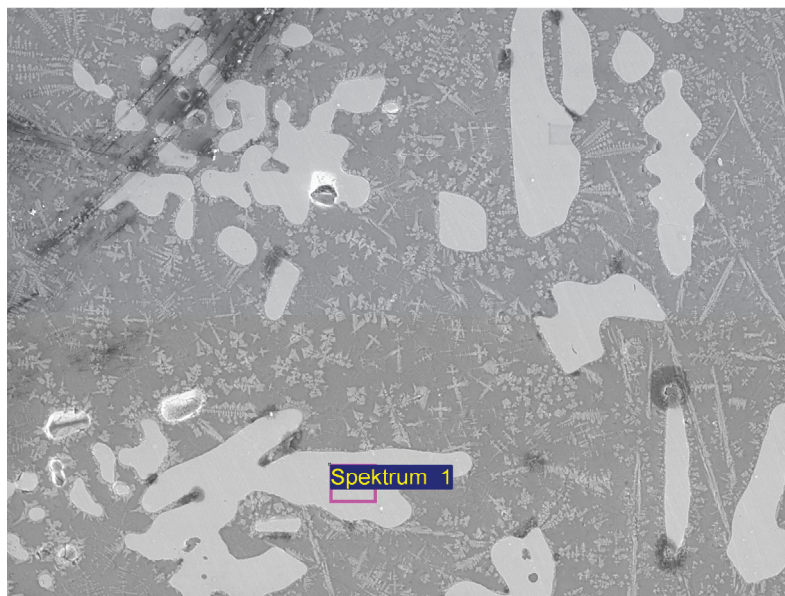
Erzstaub 2

Behandlungstemperatur: 1300 °C,
Reduktionsgas: H₂ (25-vol%)-Ar
Reduktionsgasmenge: 6 l/min Ar, 2 l/min H₂
Behandlungsdauer: 60 min

Projekt: Erzstaub
Besitzer: INCA Operator
Bereich: Arbeitsbereich 6

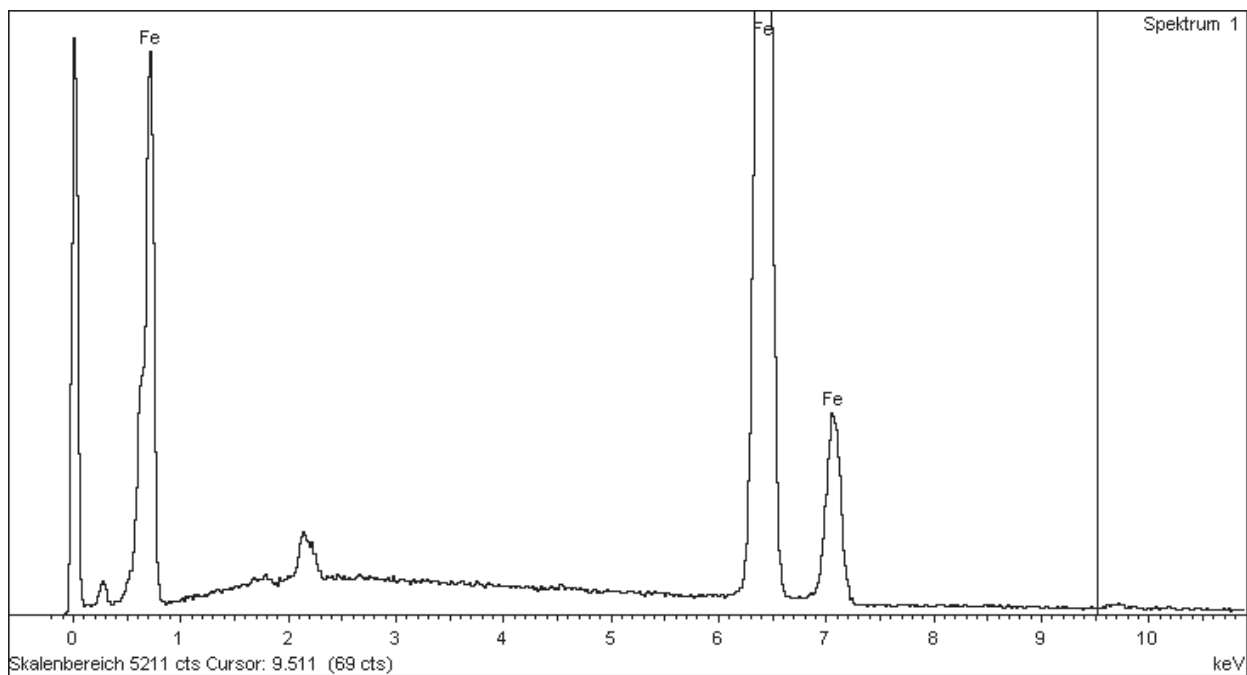
Probennummer: 5
Typ: Vorgabe

Element	Masse%	Atom%
Fe K	100.00	100.00
Insgesamt	100.00	



200µm

Elektronenbild 1



Erzstaub 2

Behandlungstemperatur: 1300 °C,
Reduktionsgas: H₂ (25-vol%)-Ar
Reduktionsgasmenge: 6 l/min Ar, 2 l/min H₂
Behandlungsdauer: 60 min

Projekt: Erzstaub
Besitzer: INCA Operator
Bereich: Arbeitsbereich 7

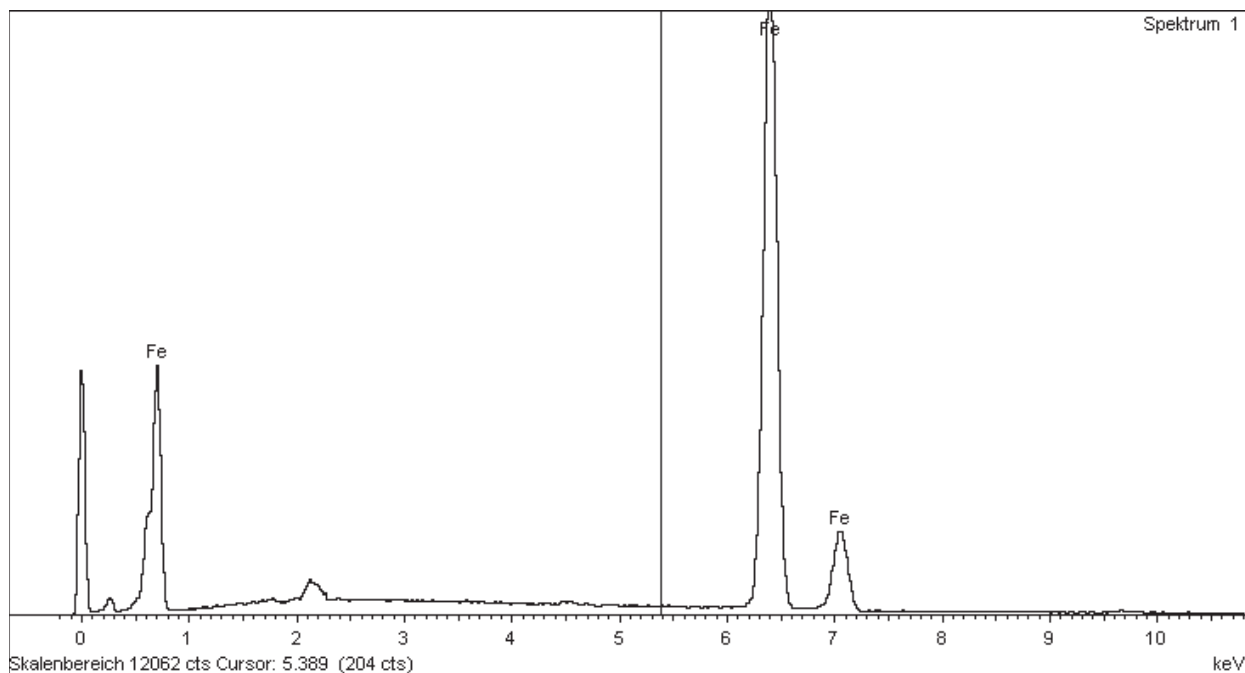
Probennummer: 5
Typ: Vorgabe

Element	Masse%	Atom%
Fe K	100.00	100.00
Insgesamt	100.00	



10µm

Elektronenbild 1



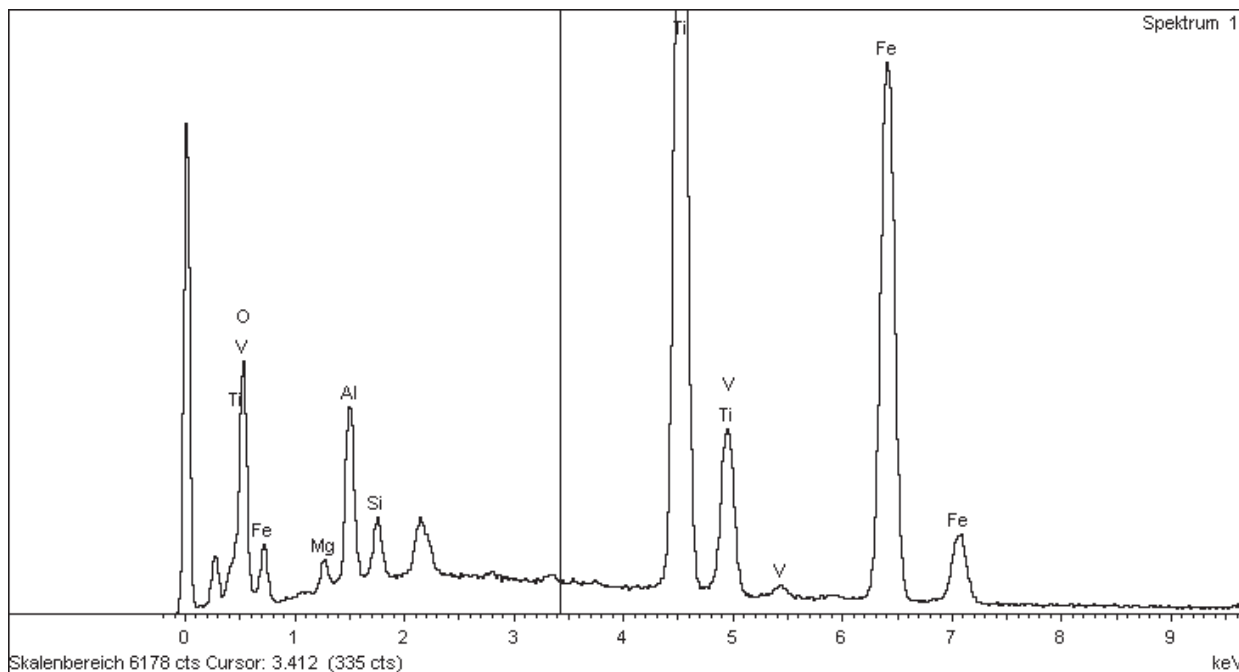
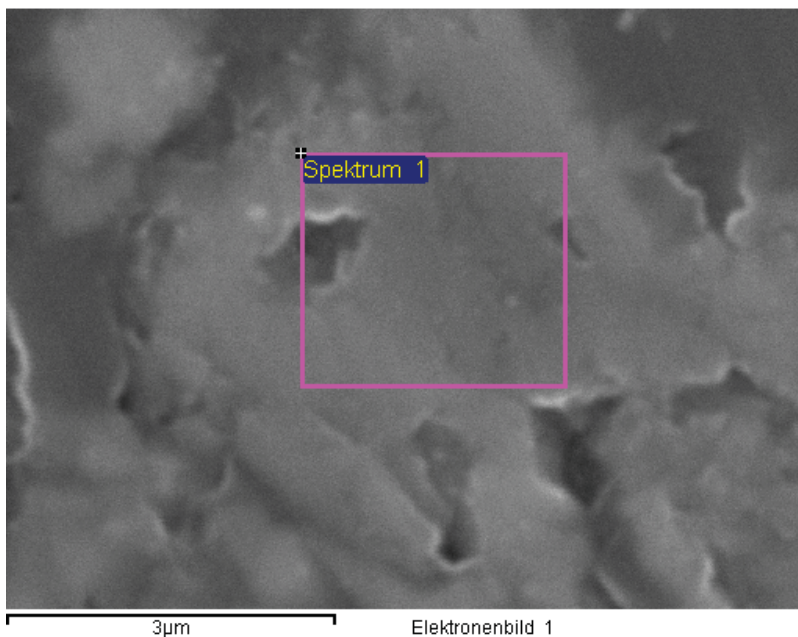
Erzstaub 2

Behandlungstemperatur: 1300 °C,
 Reduktionsgas: H₂ (25-vol%)-Ar
 Reduktionsgasmenge: 6 l/min Ar, 2 l/min H₂
 Behandlungsdauer: 60 min

Projekt: Erzstaub
 Besitzer: INCA Operator
 Bereich: Arbeitsbereich 7

Probennummer: 5
 Typ: Vorgabe

Element	Masse%	Atom%
O K	38.34	65.12
Mg K	0.79	0.88
Al K	3.31	3.33
Si K	0.98	0.95
Ti K	26.34	14.94
V K	1.48	0.79
Fe K	28.76	13.99
Insgesamt	100.00	



Erzstaub 2

Behandlungstemperatur: 1300 °C,
 Reduktionsgas: H₂ (25-vol%)-Ar
 Reduktionsgasmenge: 6 l/min Ar, 2 l/min H₂
 Behandlungsdauer: 60 min

Projekt: Erzstaub
 Besitzer: INCA Operator
 Bereich: Arbeitsbereich 7

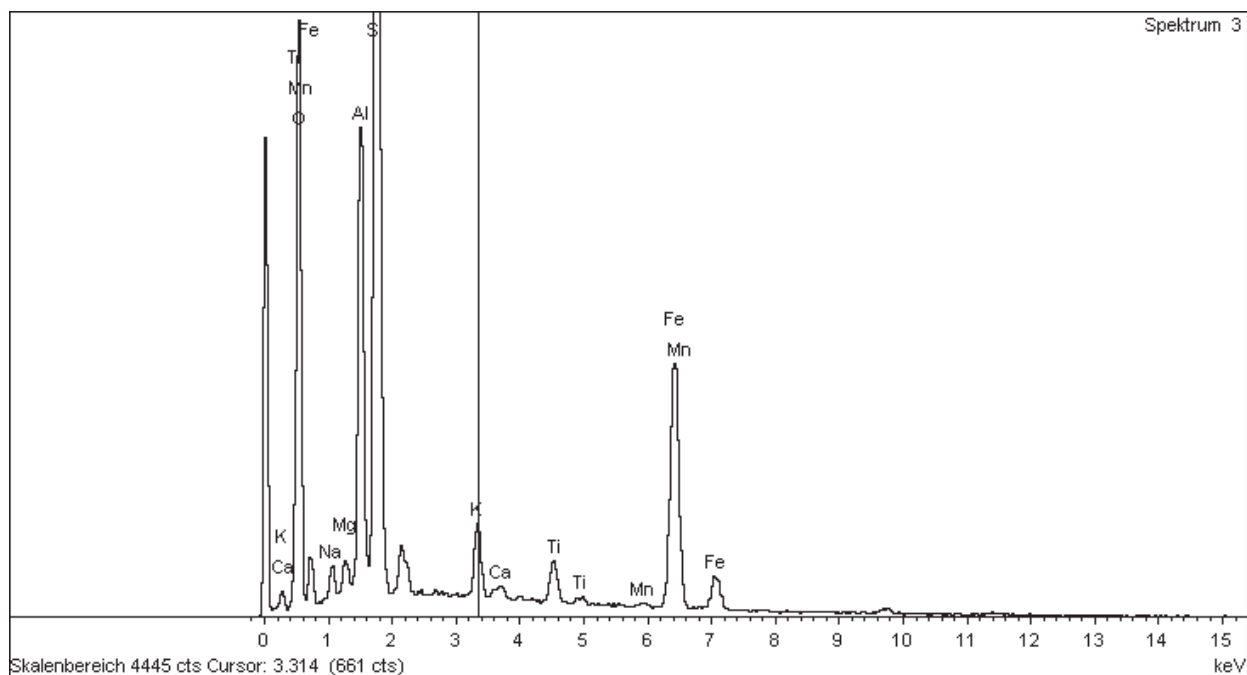
Probennummer: 5
 Typ: Vorgabe

Element	Masse%	Atom%
O K	51.98	69.13
Na K	0.99	0.92
Mg K	0.60	0.53
Al K	6.87	5.42
Si K	22.75	17.24
K K	1.55	0.85
Ca K	0.26	0.14
Ti K	1.22	0.54
Mn K	0.17	0.07
Fe K	13.59	5.18
Insgesamt	100.00	



10µm

Elektronenbild 1



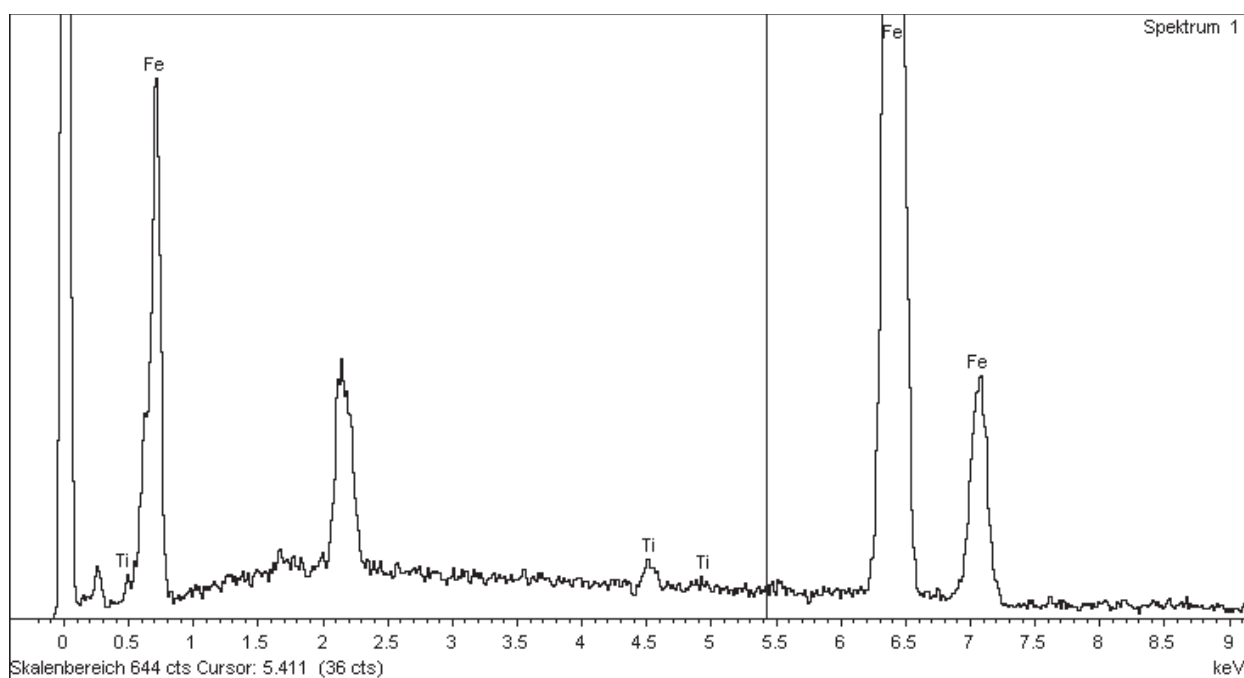
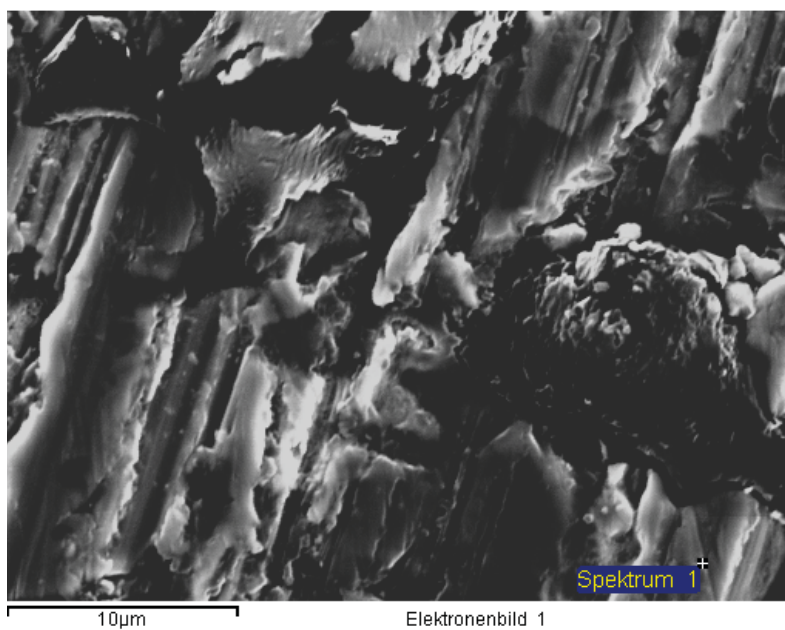
Erzstaub 1

Behandlungstemperatur: 1200 °C,
 Reduktionsgas: H₂ (25-vol%)-Ar
 Reduktionsgasmenge: 6 l/min Ar, 2 l/min H₂
 Behandlungsdauer: 60 min

Projekt: Erzstaub 1
 Besitzer: INCA Operator
 Bereich: Arbeitsbereich 1

Probennummer: 7
 Typ: Vorgabe

Element	Masse%	Atom%
Ti K	0.81	0.94
Fe K	99.19	99.06
Insgesamt	100.00	



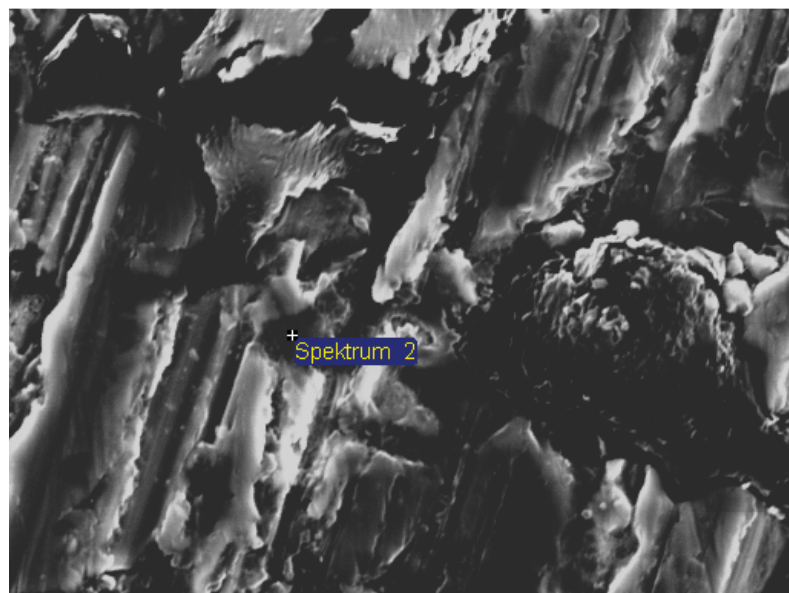
Erzstaub 1

Behandlungstemperatur: 1200 °C,
 Reduktionsgas: H₂ (25-vol%)-Ar
 Reduktionsgasmenge: 6 l/min Ar, 2 l/min H₂
 Behandlungsdauer: 60 min

Projekt: Erzstaub 1
 Besitzer: INCA Operator
 Bereich: Arbeitsbereich 1

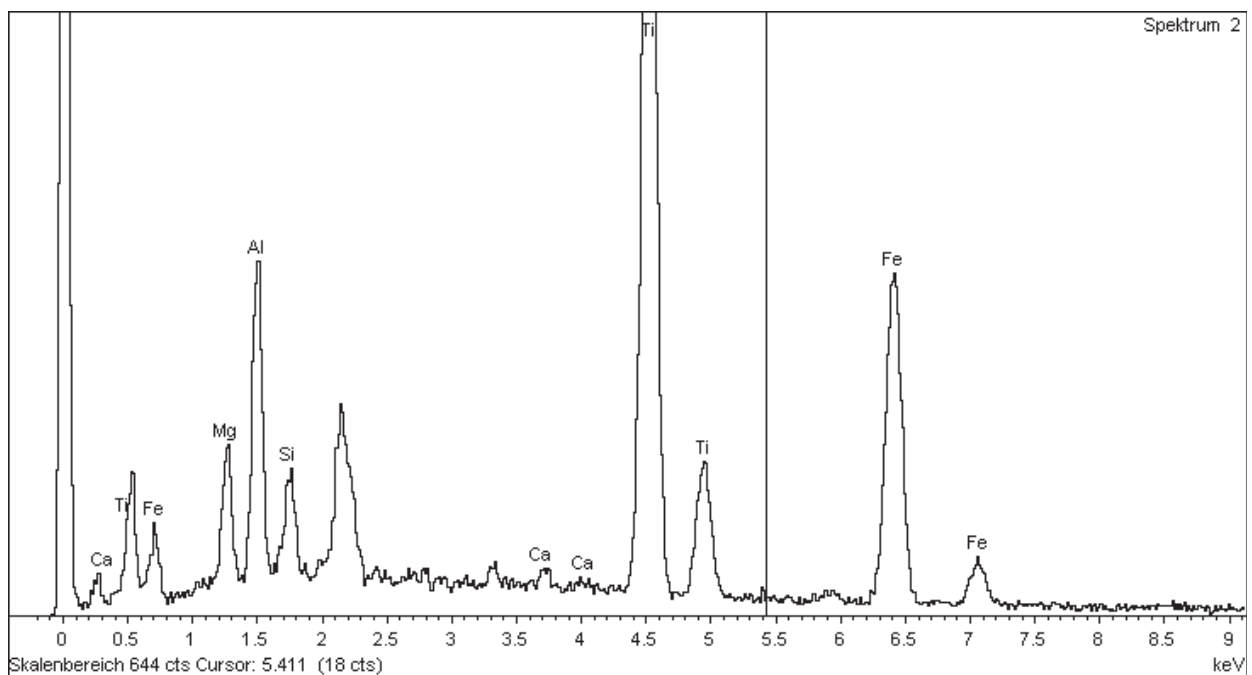
Probennummer: 7
 Typ: Vorgabe

Element	Masse%	Atom%
O K	22.74	44.33
Mg K	4.14	5.31
Al K	7.89	9.13
Si K	2.29	2.55
Ca K	0.44	0.34
Ti K	36.96	24.07
Fe K	25.54	14.26
Insgesamt	100.00	



10µm

Elektronenbild 1



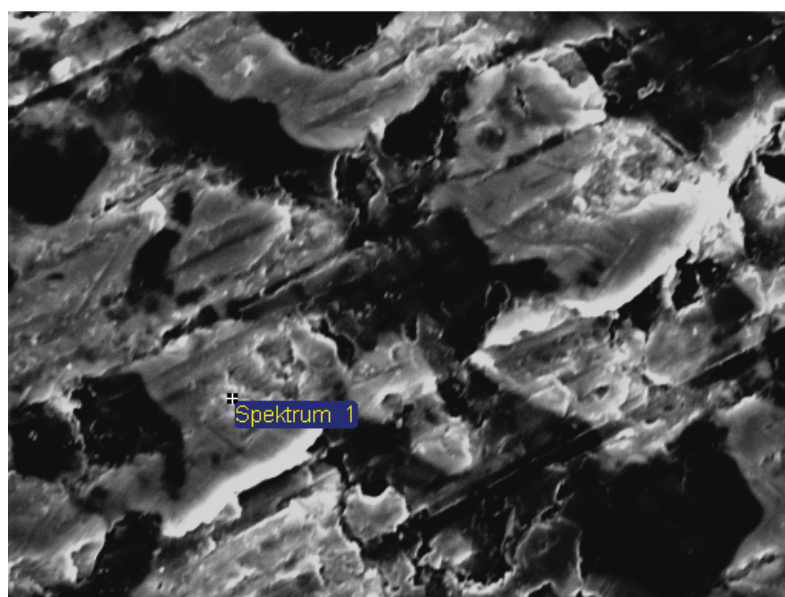
Erzstaub 2

Behandlungstemperatur: 1200 °C,
 Reduktionsgas: H₂ (25-vol%)-Ar
 Reduktionsgasmenge: 6 l/min Ar, 2 l/min H₂
 Behandlungsdauer: 60 min

Projekt: Erzstaub 2
 Besitzer: INCA Operator
 Bereich: Arbeitsbereich 1

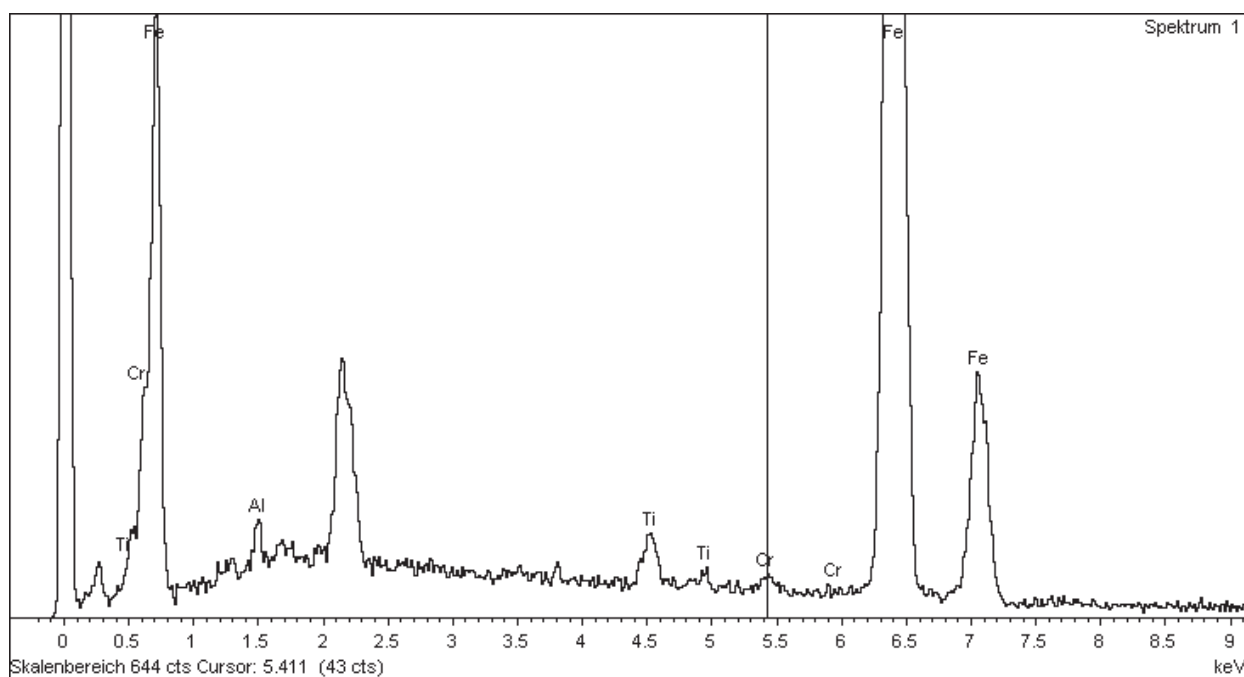
Probennummer: 8
 Typ: Vorgabe

Element	Masse%	Atom%
Al K	1.27	2.59
Ti K	1.40	1.61
Cr K	0.47	0.49
Fe K	96.86	95.31
Insgesamt	100.00	



10µm

Elektronenbild 1



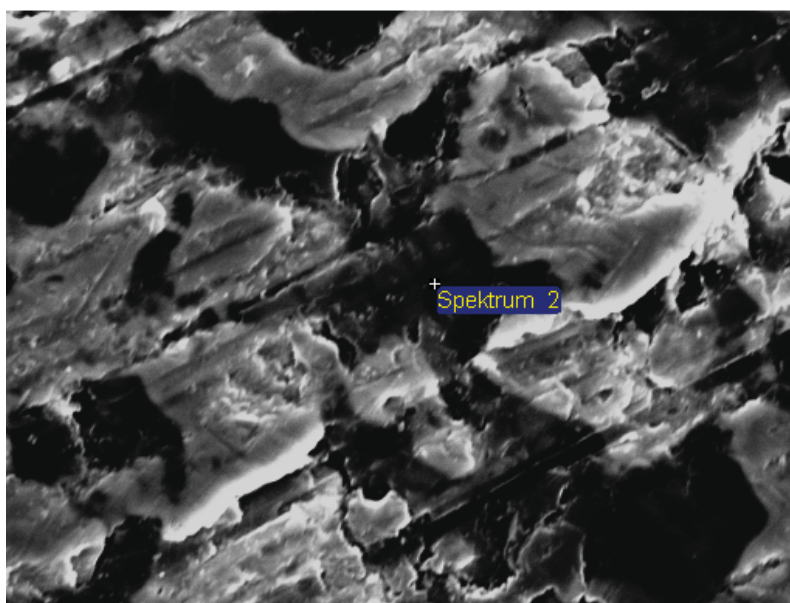
Erzstaub 2

Behandlungstemperatur: 1200 °C,
 Reduktionsgas: H₂ (25-vol%)-Ar
 Reduktionsgasmenge: 6 l/min Ar, 2 l/min H₂
 Behandlungsdauer: 60 min

Projekt: Erzstaub 2
 Besitzer: INCA Operator
 Bereich: Arbeitsbereich 1

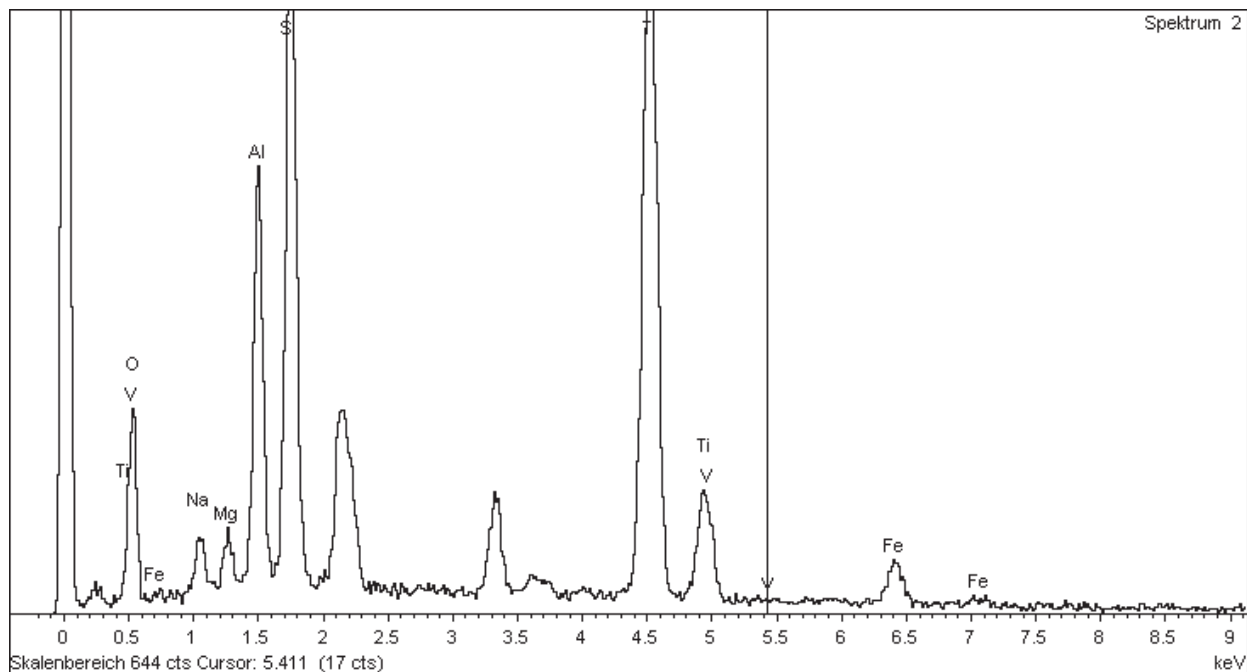
Probennummer: 8
 Typ: Vorgabe

Element	Masse%	Atom%
O K	36.18	56.17
Na K	2.04	2.21
Mg K	1.35	1.38
Al K	8.33	7.67
Si K	16.02	14.17
Ti K	31.32	16.24
V K	1.16	0.56
Fe K	3.59	1.60
Insgesamt	100.00	



10µm

Elektronenbild 1



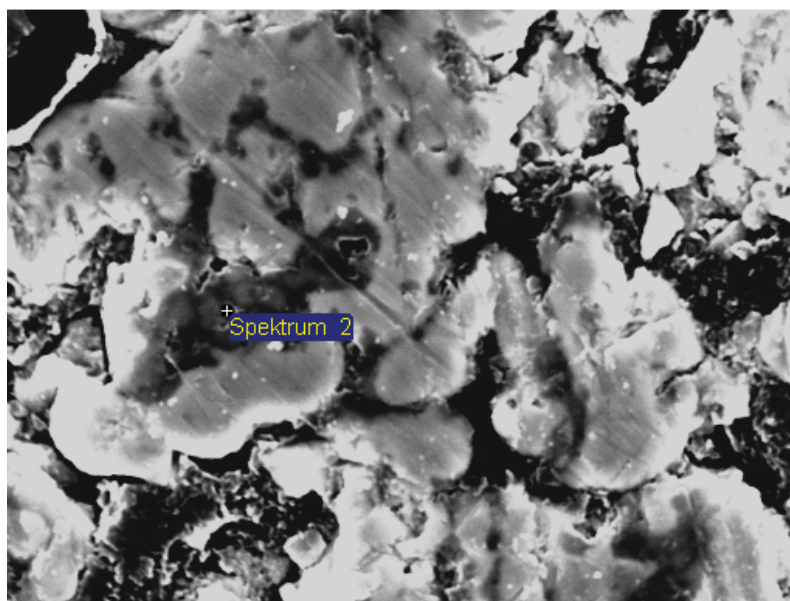
Erzstaub 2

Behandlungstemperatur: 1200 °C,
 Reduktionsgas: H₂ (25-vol%)-Ar
 Reduktionsgasmenge: 6 l/min Ar, 2 l/min H₂
 Behandlungsdauer: 60 min

Projekt: Erzstaub 2
 Besitzer: INCA Operator
 Bereich: Arbeitsbereich 1

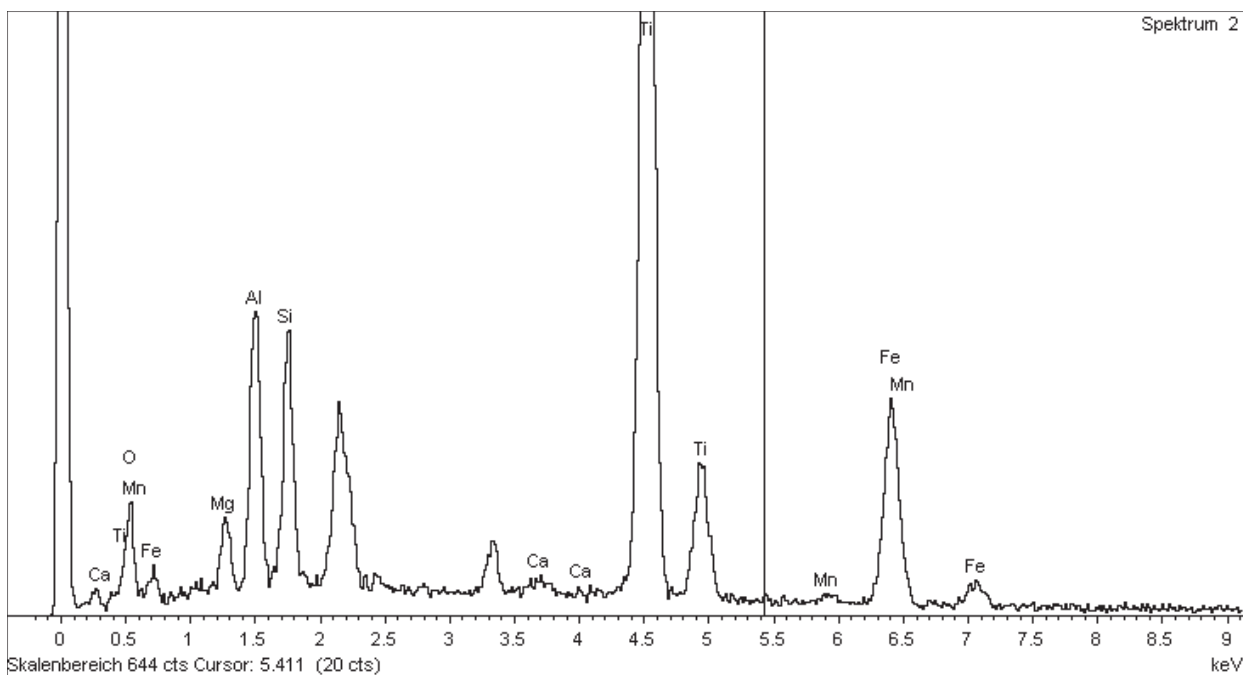
Probennummer: 8
 Typ: Vorgabe

Element	Masse%	Atom%
O K	32.35	55.95
Mg K	2.19	2.49
Al K	6.38	6.54
Si K	5.26	5.18
Ca K	0.25	0.17
Ti K	37.98	21.94
Mn K	0.42	0.21
Fe K	15.17	7.51
Insgesamt	100.00	



30µm

Elektronenbild 1



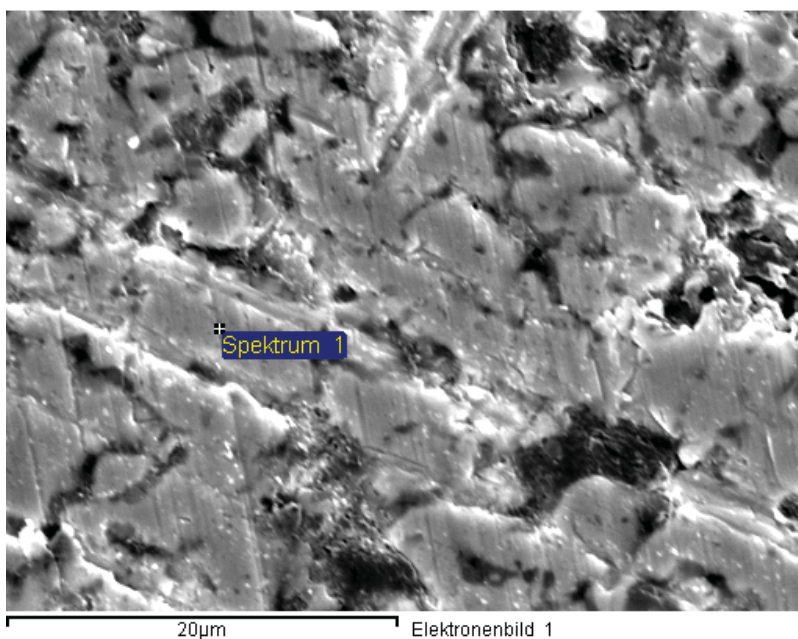
Erzstaub 1

Behandlungstemperatur: 1100 °C,
 Reduktionsgas: H₂ (25-vol%)-Ar
 Reduktionsgasmenge: 6 l/min Ar, 2 l/min H₂
 Behandlungsdauer: 60 min

Projekt: Erzstaub 1
 Besitzer: INCA Operator
 Bereich: Arbeitsbereich 1

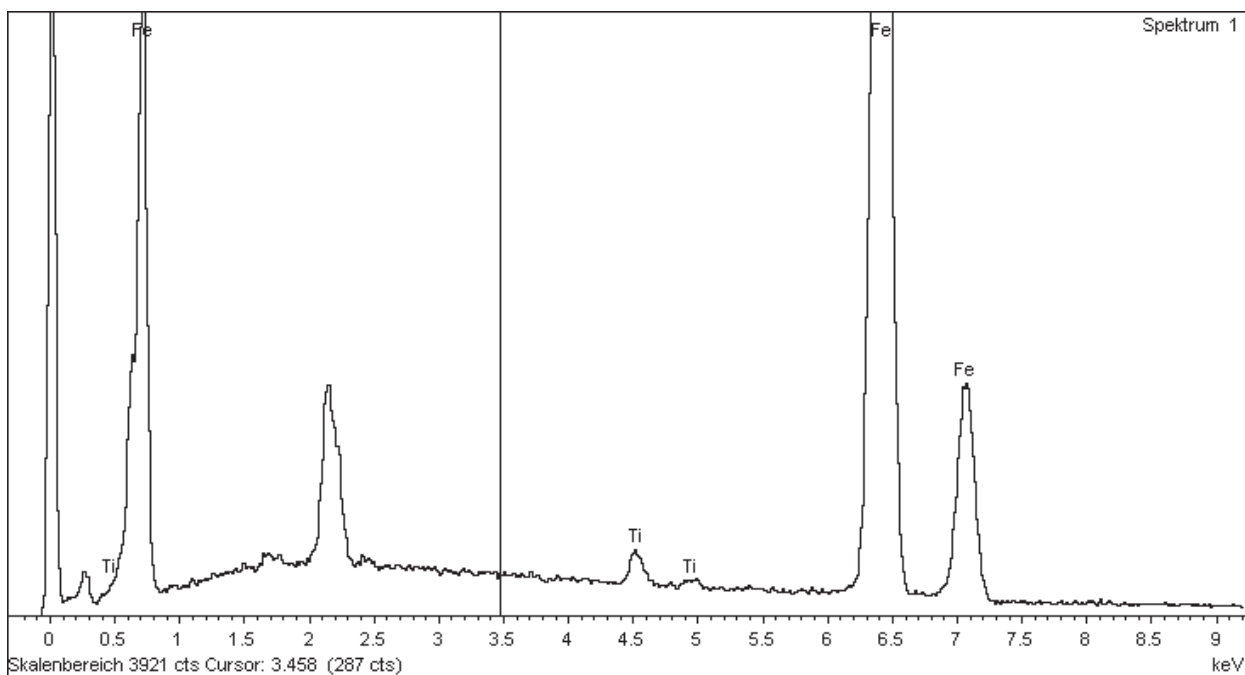
Probennummer: 9
 Typ: Vorgabe

Element	Masse%	Atom%
Ti K	0.99	1.15
Fe K	99.01	98.85
Insgesamt	100.00	



20µm

Elektronenbild 1



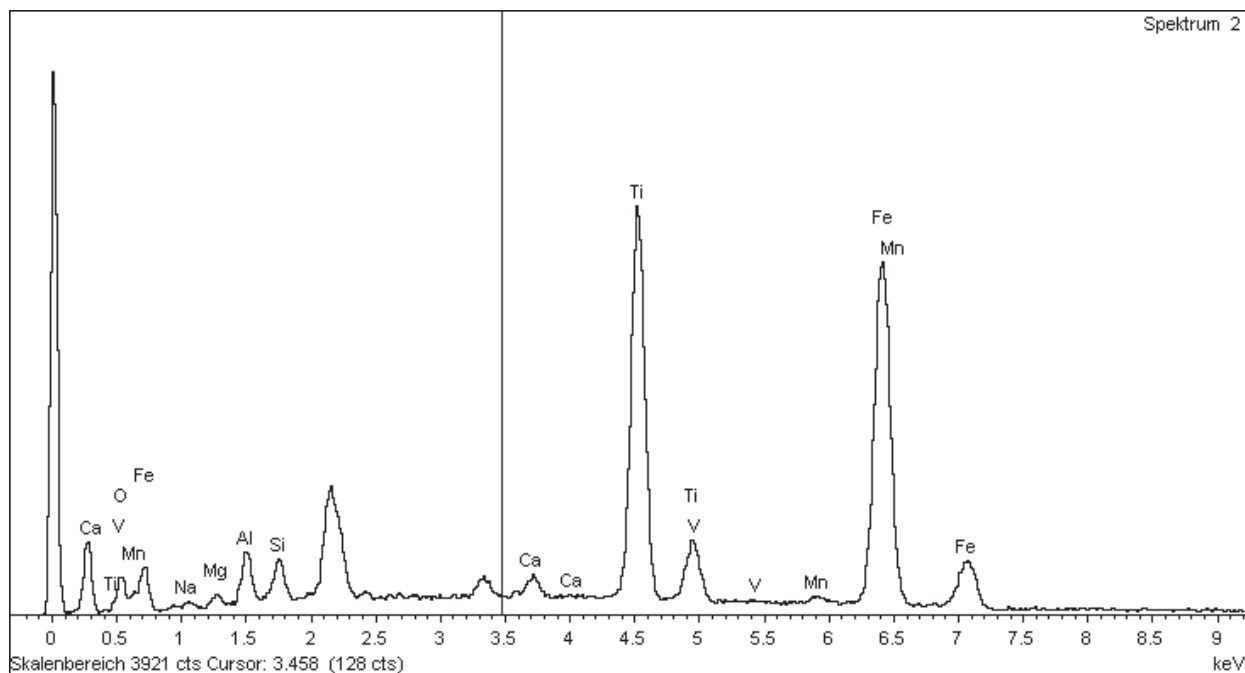
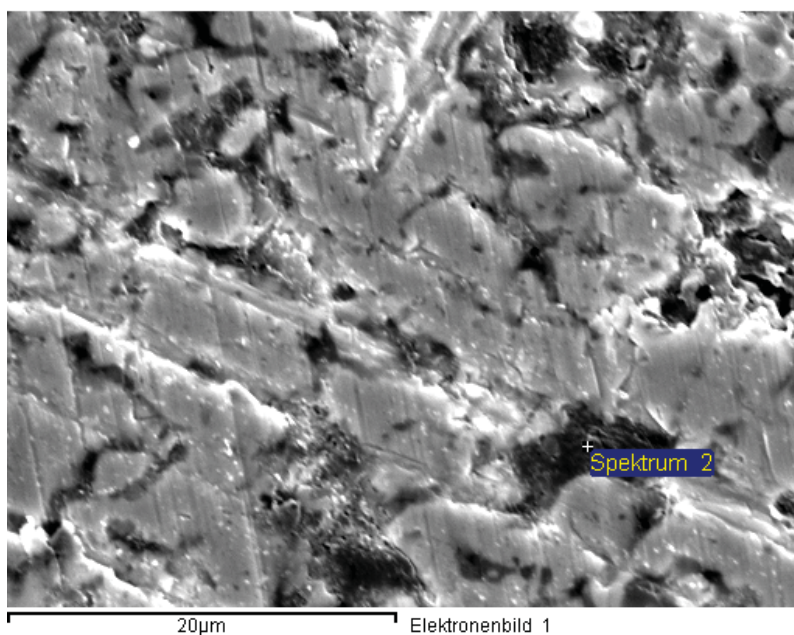
Erzstaub 1

Behandlungstemperatur: 1100 °C,
 Reduktionsgas: H₂ (25-vol%)-Ar
 Reduktionsgasmenge: 6 l/min Ar, 2 l/min H₂
 Behandlungsdauer: 60 min

Projekt: Erzstaub 1
 Besitzer: INCA Operator
 Bereich: Arbeitsbereich 1

Probennummer: 9
 Typ: Vorgabe

Element	Masse%	Atom%
O K	15.49	35.87
Na K	0.64	1.02
Mg K	0.94	1.43
Al K	2.91	3.99
Si K	1.95	2.58
Ca K	0.93	0.86
Ti K	27.32	21.13
V K	0.72	0.52
Mn K	0.71	0.48
Fe K	48.39	32.10
Insgesamt	100.00	



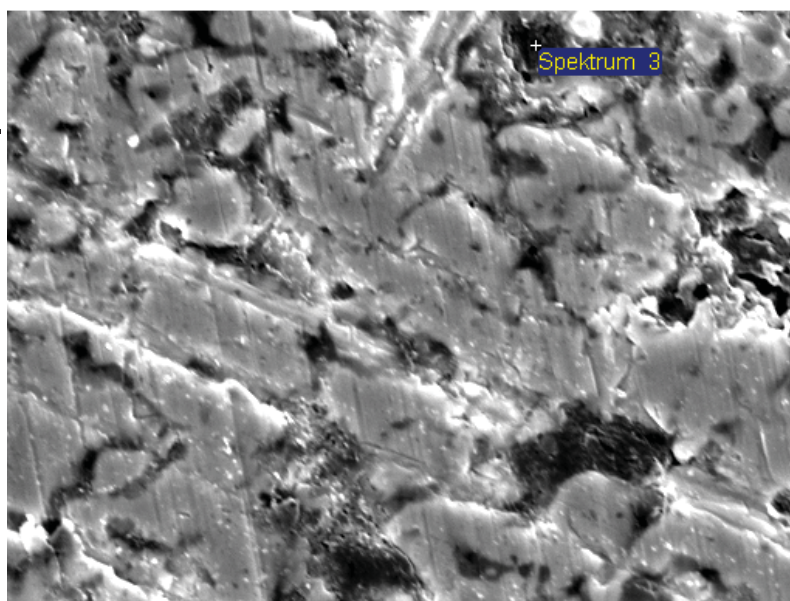
Erzstaub 1

Behandlungstemperatur: 1100 °C,
 Reduktionsgas: H₂ (25-vol%)-Ar
 Reduktionsgasmenge: 6 l/min Ar, 2 l/min H₂
 Behandlungsdauer: 60 min

Projekt: Erzstaub 1
 Besitzer: INCA Operator
 Bereich: Arbeitsbereich 1

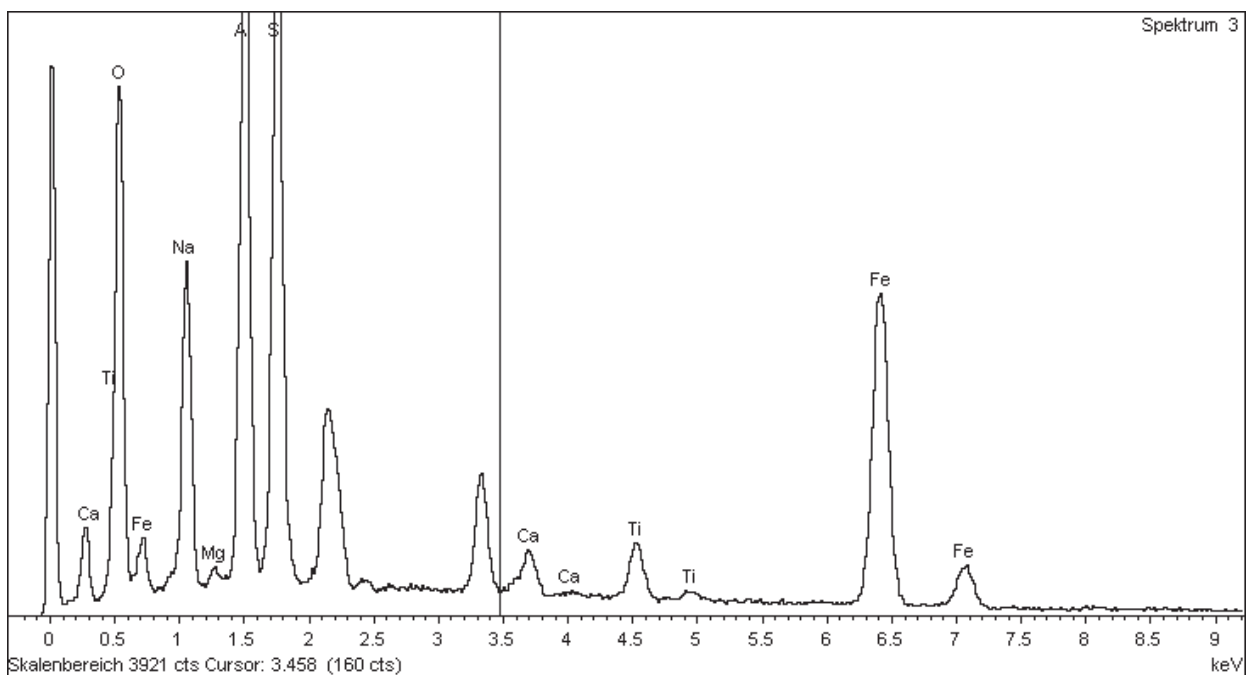
Probennummer: 9
 Typ: Vorgabe

Element	Masse%	Atom%
O K	44.04	61.11
Na K	10.85	10.48
Mg K	0.32	0.29
Al K	12.12	9.97
Si K	12.54	9.91
Ca K	0.81	0.45
Ti K	1.67	0.77
Fe K	17.64	7.01
Insgesamt	100.00	



20µm

Elektronenbild 1



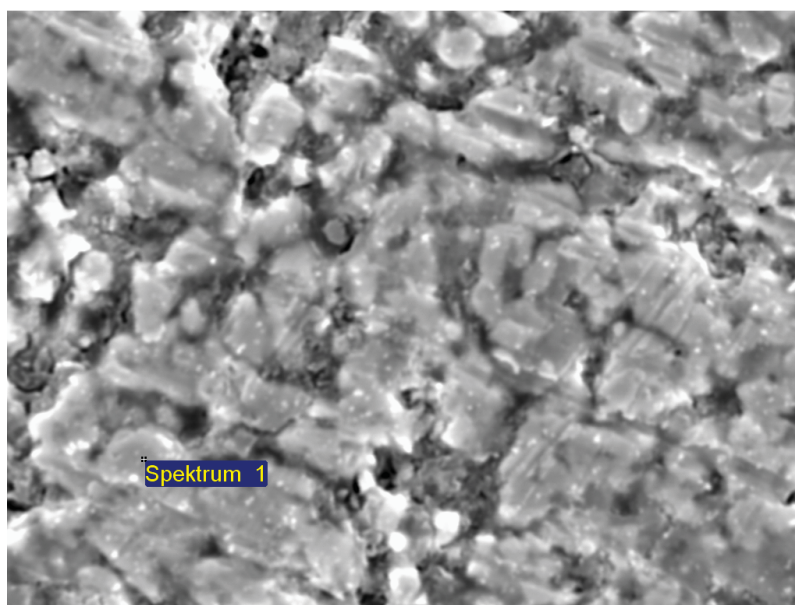
Erzstaub 2

Behandlungstemperatur: 1100 °C,
 Reduktionsgas: H₂ (25-vol%)-Ar
 Reduktionsgasmenge: 6 l/min Ar, 2 l/min H₂
 Behandlungsdauer: 60 min

Projekt: Erzstaub 2
 Besitzer: INCA Operator
 Bereich: Arbeitsbereich 1

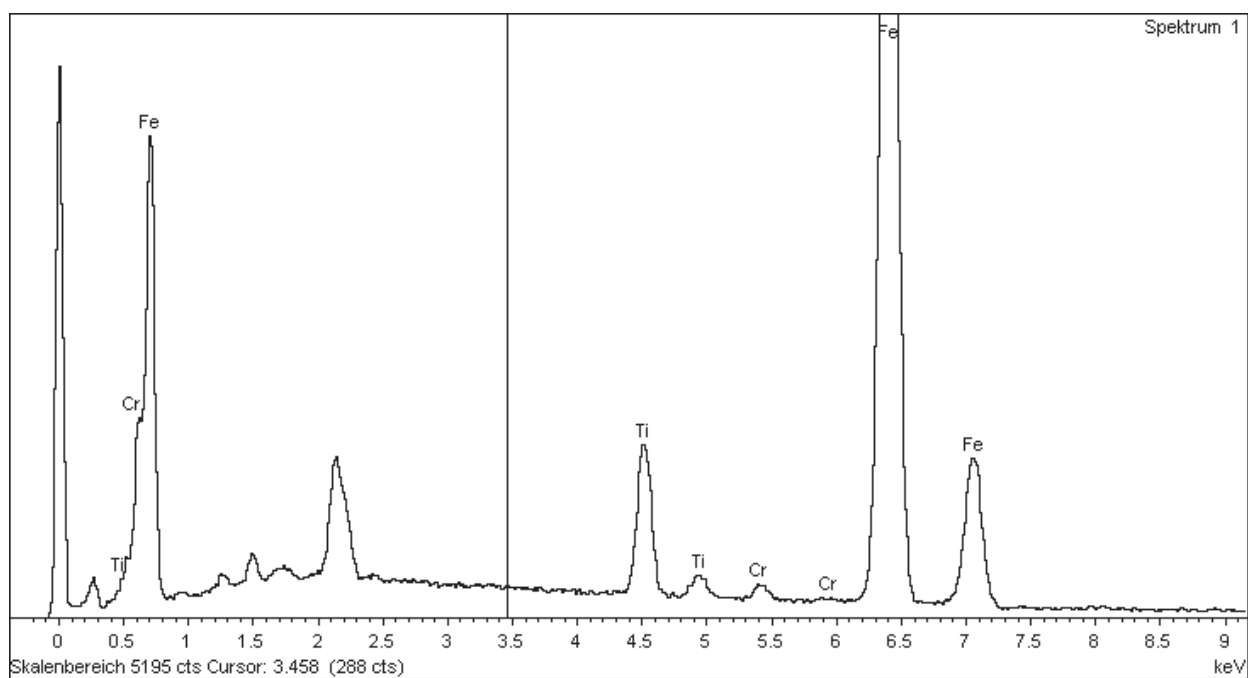
Probennummer: 10
 Typ: Vorgabe

Element	Masse%	Atom%
Ti K	5.95	6.86
Cr K	0.74	0.78
Fe K	93.31	92.35
Insgesamt	100.00	



20µm

Elektronenbild 1



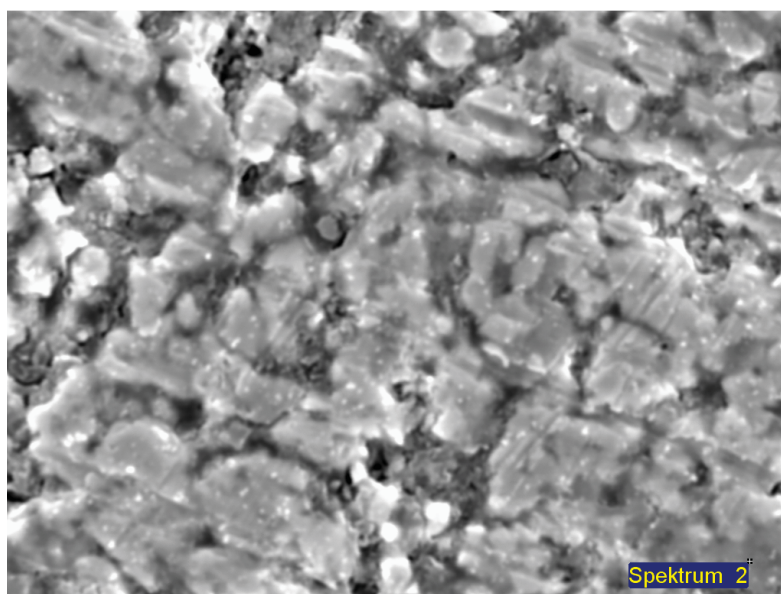
Erzstaub 2

Behandlungstemperatur: 1100 °C,
 Reduktionsgas: H₂ (25-vol%)-Ar
 Reduktionsgasmenge: 6 l/min Ar, 2 l/min H₂
 Behandlungsdauer: 60 min

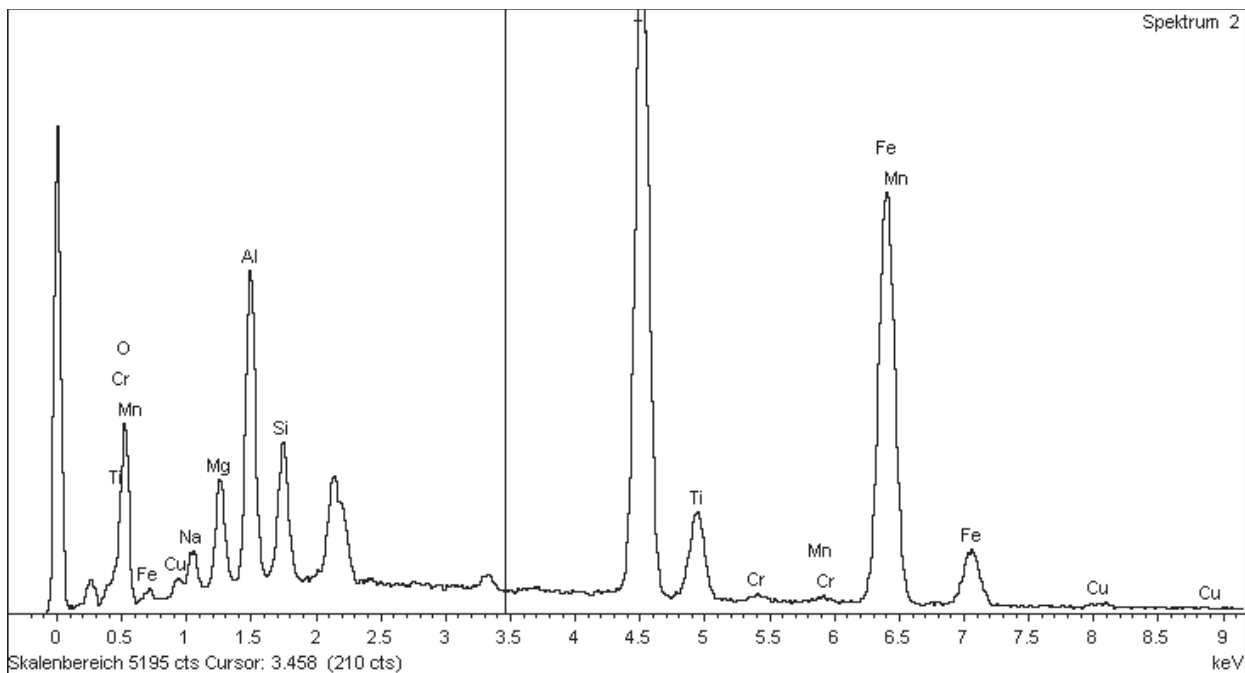
Projekt: Erzstaub 2
 Besitzer: INCA Operator
 Bereich: Arbeitsbereich 1

Probennummer: 10
 Typ: Vorgabe

Element	Masse%	Atom%
O K	24.50	46.30
Na K	2.21	2.90
Mg K	3.45	4.30
Al K	8.07	9.04
Si K	3.29	3.54
Ti K	25.42	16.04
Cr K	0.30	0.18
Mn K	0.30	0.17
Fe K	31.86	17.25
Cu K	0.60	0.28
Insgesamt	100.00	



20µm Elektronenbild 1



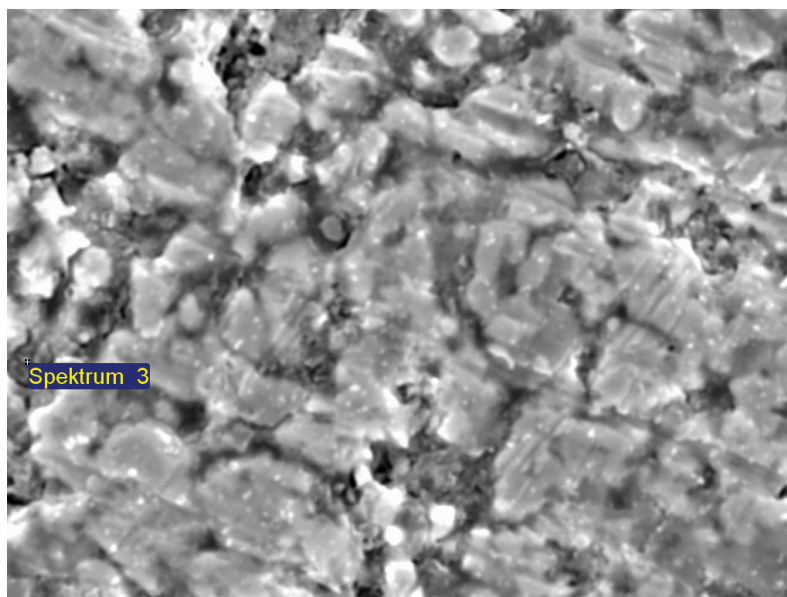
Erzstaub 2

Behandlungstemperatur: 1100 °C,
 Reduktionsgas: H₂ (25-vol%)-Ar
 Reduktionsgasmenge: 6 l/min Ar, 2 l/min H₂
 Behandlungsdauer: 60 min

Projekt: Erzstaub 2
 Besitzer: INCA Operator
 Bereich: Arbeitsbereich 1

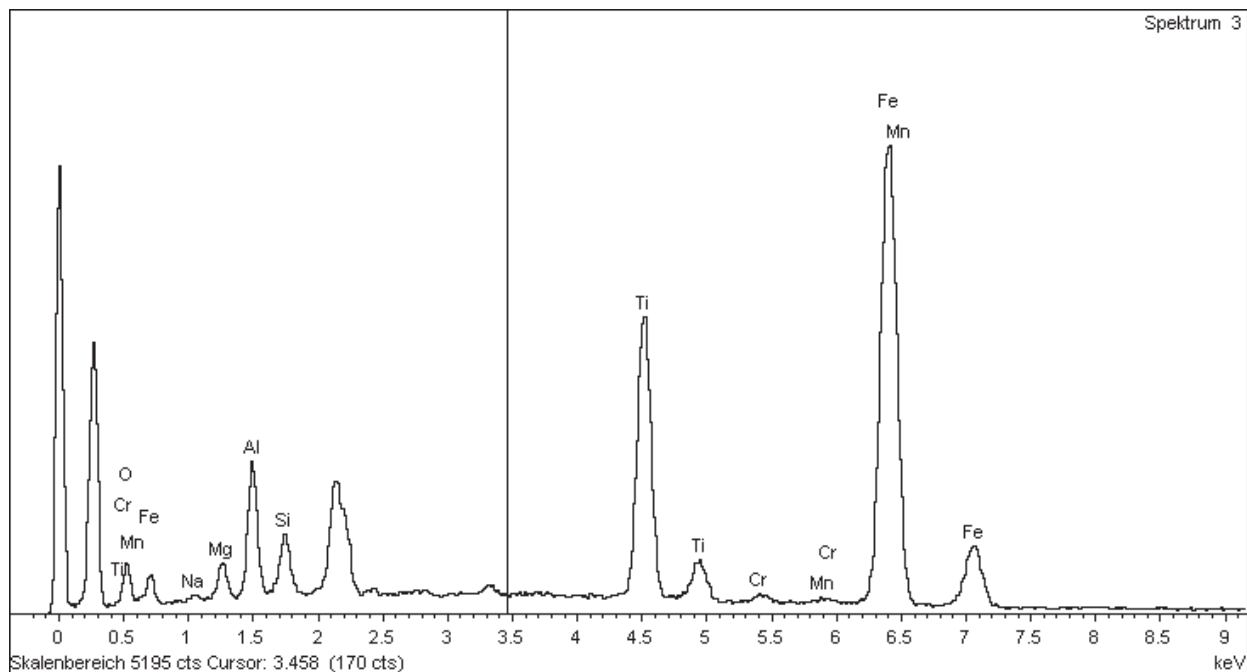
Probennummer: 10
 Typ: Vorgabe

Element	Masse%	Atom%
O K	8.47	21.44
Na K	0.65	1.15
Mg K	2.41	4.01
Al K	6.67	10.01
Si K	2.59	3.74
Ti K	18.22	15.40
Cr K	0.70	0.54
Mn K	0.44	0.33
Fe K	59.85	43.39
Insgesamt	100.00	



20µm

Elektronenbild 1



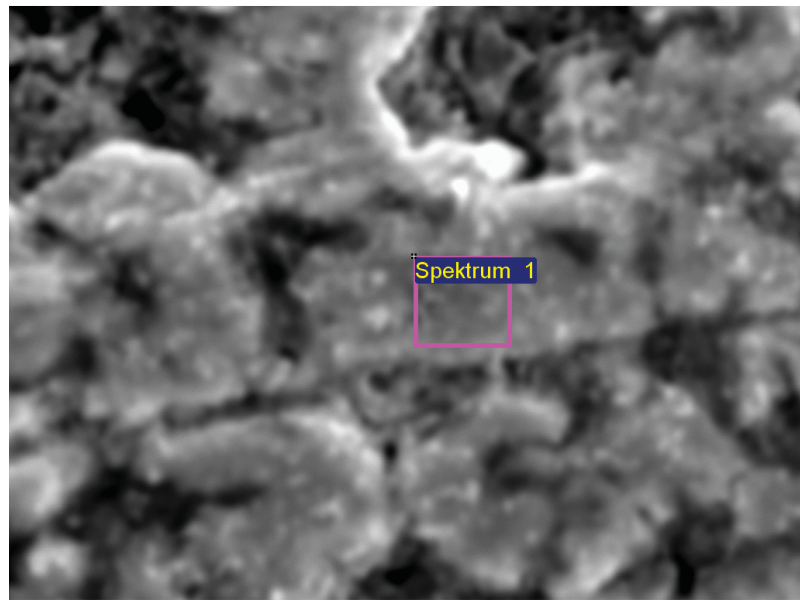
Erzstaub 1

Behandlungstemperatur: 1000 °C,
 Reduktionsgas: H₂ (25-vol%)-Ar
 Reduktionsgasmenge: 6 l/min Ar, 2 l/min H₂
 Behandlungsdauer: 60 min

Projekt: Erzstaub 1
 Besitzer: INCA Operator
 Bereich: Arbeitsbereich 2

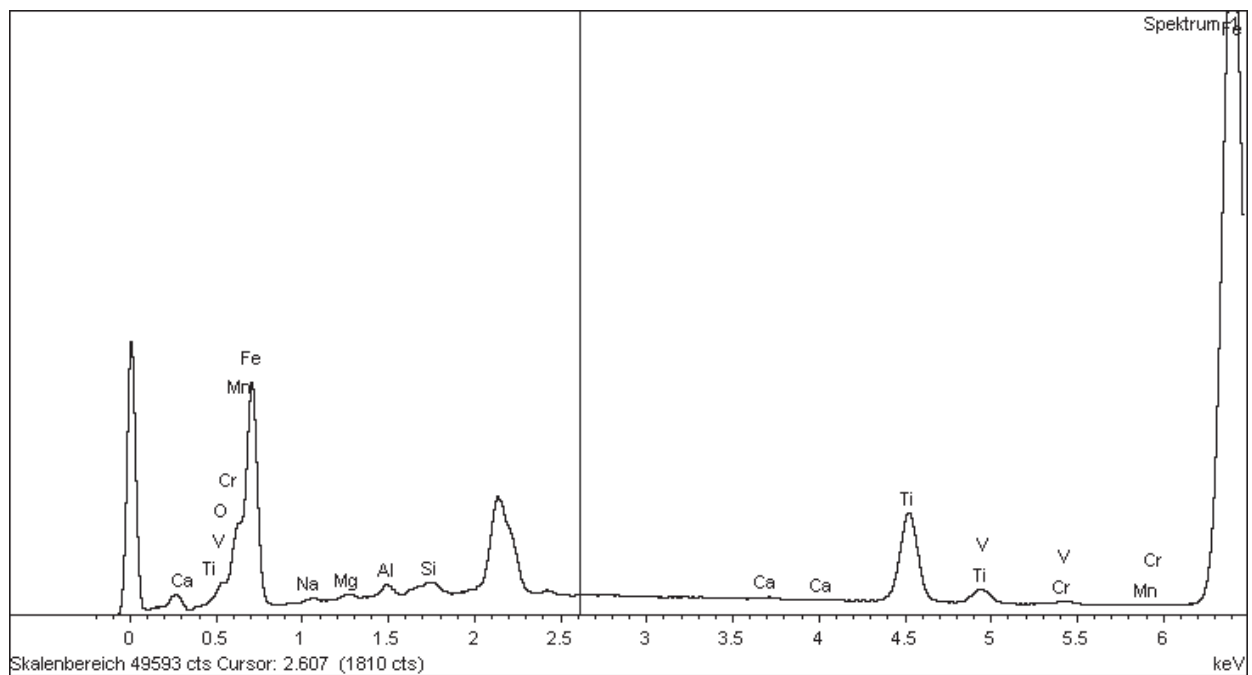
Probennummer: 11
 Typ: Vorgabe

Element	Masse%	Atom%
O K	4.08	12.50
Na K	0.59	1.26
Mg K	0.38	0.77
Al K	0.77	1.40
Si K	0.54	0.93
Ca K	0.09	0.11
Ti K	5.72	5.86
V K	0.23	0.22
Cr K	0.19	0.18
Mn K	0.11	0.10
Fe K	87.30	76.66
Insgesamt	100.00	



10µm

Elektronenbild 1



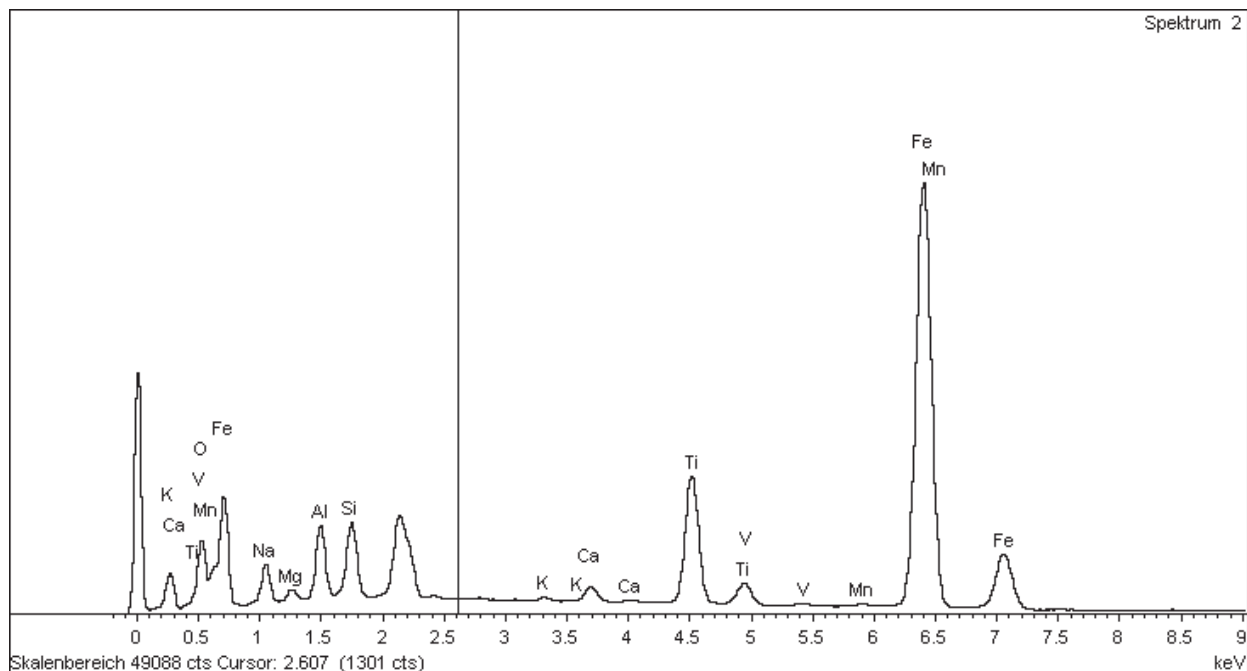
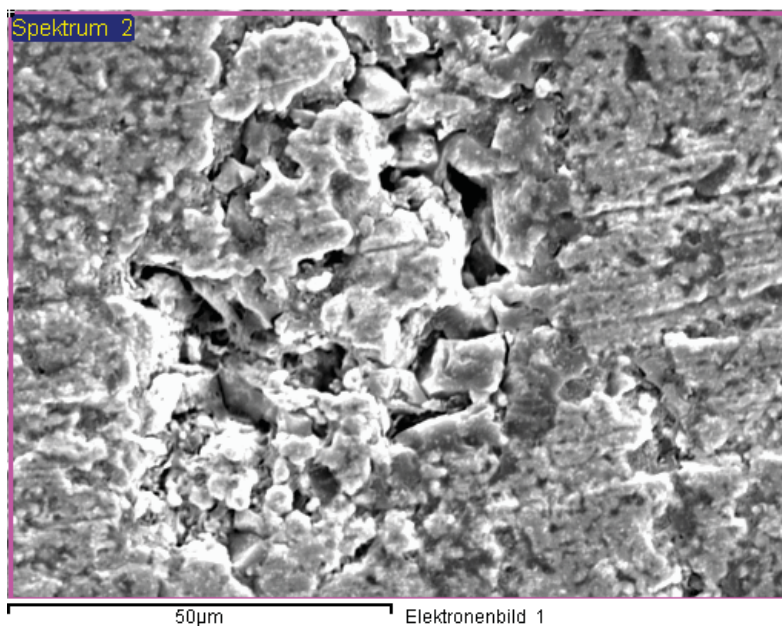
Erzstaub 1

Behandlungstemperatur: 1000 °C,
 Reduktionsgas: H₂ (25-vol%)-Ar
 Reduktionsgasmenge: 6 l/min Ar, 2 l/min H₂
 Behandlungsdauer: 60 min

Projekt: Erzstaub 1
 Besitzer: INCA Operator
 Bereich: Arbeitsbereich 1

Probennummer: 11
 Typ: Vorgabe

Element	Masse%	Atom%
O K	19.02	40.04
Na K	5.11	7.49
Mg K	0.90	1.25
Al K	4.19	5.23
Si K	3.67	4.40
K K	0.15	0.13
Ca K	0.71	0.60
Ti K	8.69	6.11
V K	0.49	0.32
Mn K	0.23	0.14
Fe K	56.84	34.28
Insgesamt	100.00	



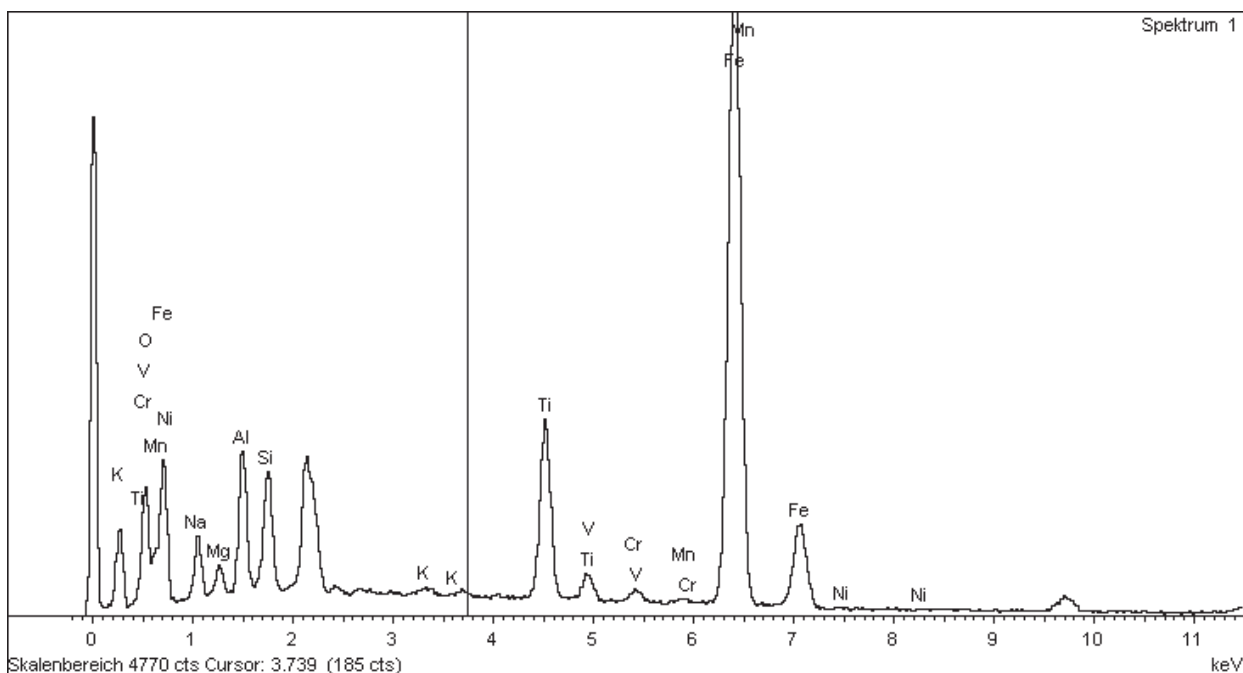
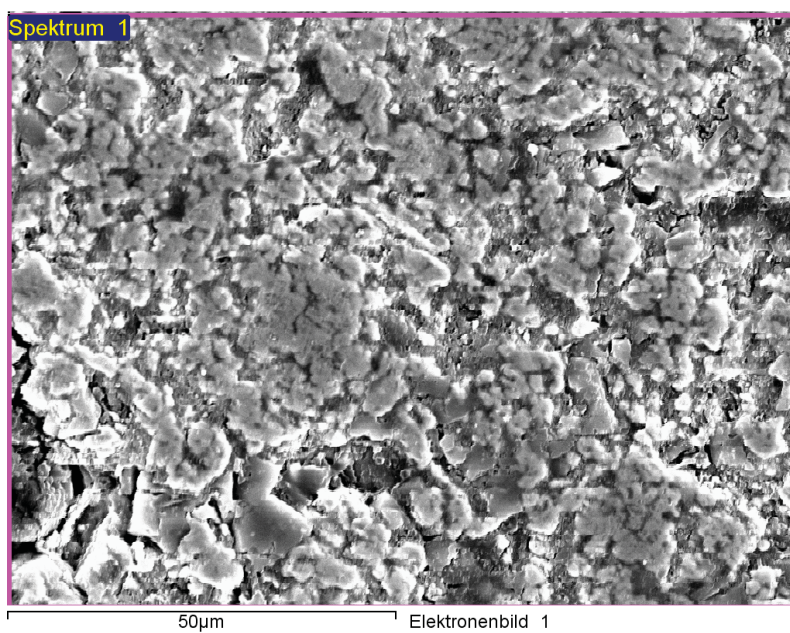
Erzstaub 2

Behandlungstemperatur: 1000 °C,
 Reduktionsgas: H₂ (25-vol%)-Ar
 Reduktionsgasmenge: 6 l/min Ar, 2 l/min H₂
 Behandlungsdauer: 60 min

Projekt: Erzstaub 2
 Besitzer: INCA Operator
 Bereich: Arbeitsbereich 1

Probennummer: 12
 Typ: Vorgabe

Element	Masse%	Atom%
O K	18.20	38.30
Na K	5.21	7.63
Mg K	1.51	2.09
Al K	5.44	6.79
Si K	3.96	4.74
K K	0.13	0.11
Ti K	7.82	5.49
V K	0.23	0.15
Cr K	0.62	0.40
Mn K	0.19	0.12
Fe K	56.69	34.17
Insgesamt	100.00	



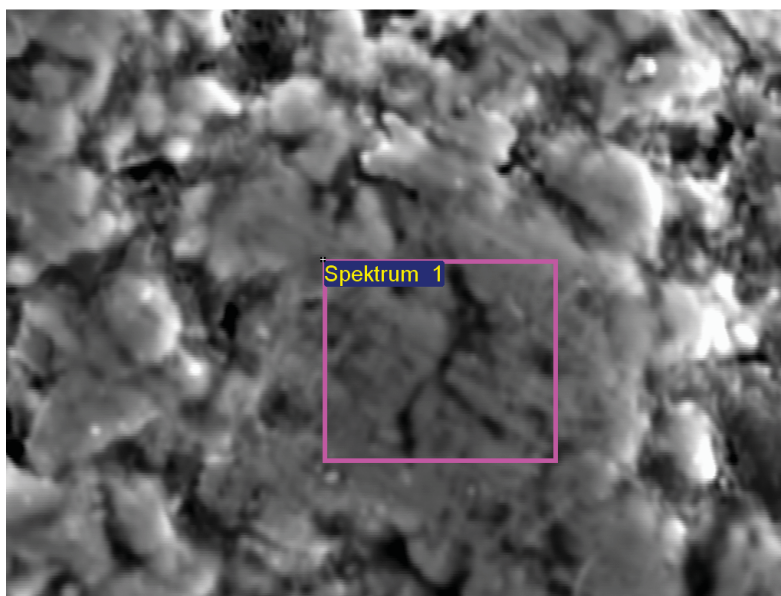
Erzstaub 2

Behandlungstemperatur: 1000 °C,
 Reduktionsgas: H₂ (25-vol%)-Ar
 Reduktionsgasmenge: 6 l/min Ar, 2 l/min H₂
 Behandlungsdauer: 60 min

Projekt: Erzstaub 2
 Besitzer: INCA Operator
 Bereich: Arbeitsbereich 1

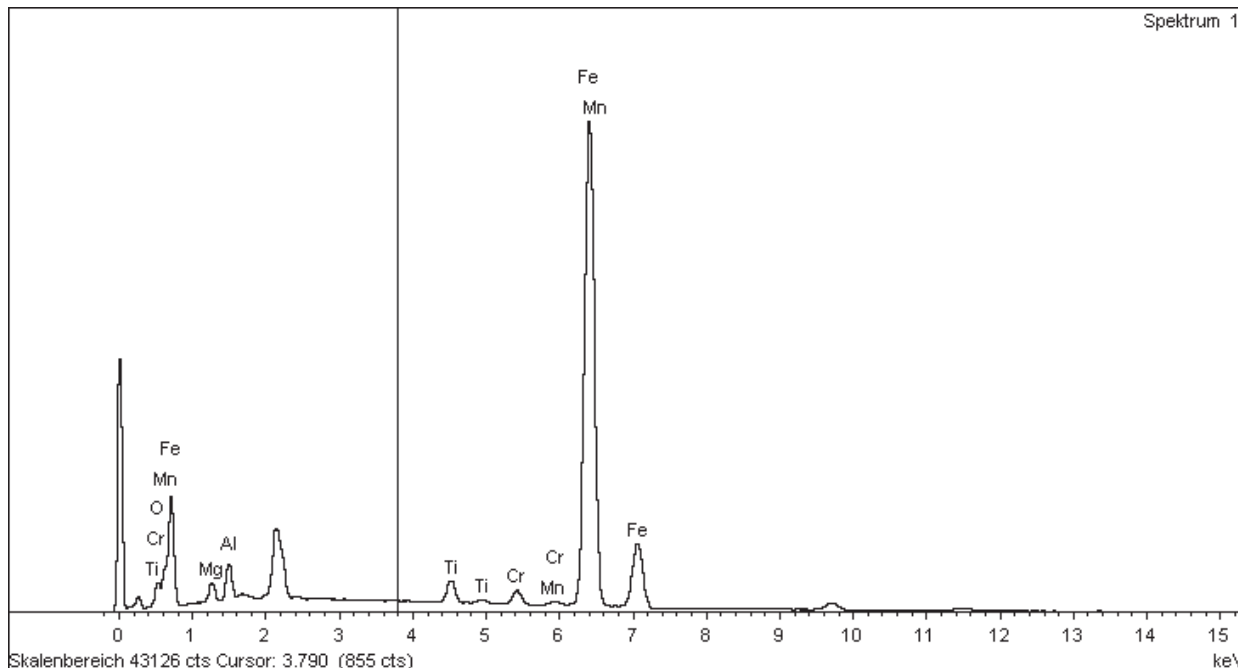
Probennummer: 12
 Typ: Vorgabe

Element	Masse%	Atom%
O K	6.38	18.13
Mg K	2.32	4.35
Al K	3.16	5.33
Ti K	2.01	1.91
Cr K	1.42	1.24
Mn K	0.32	0.26
Fe K	84.40	68.77
Insgesamt	100.00	



10µm

Elektronenbild 1



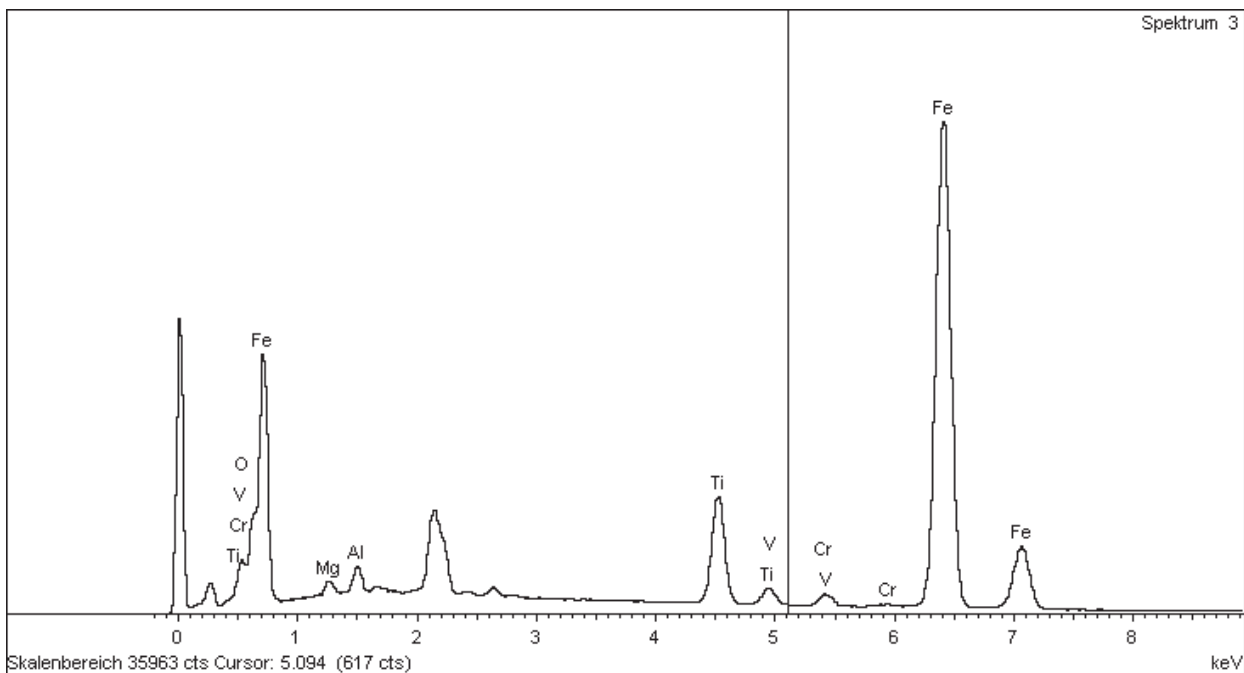
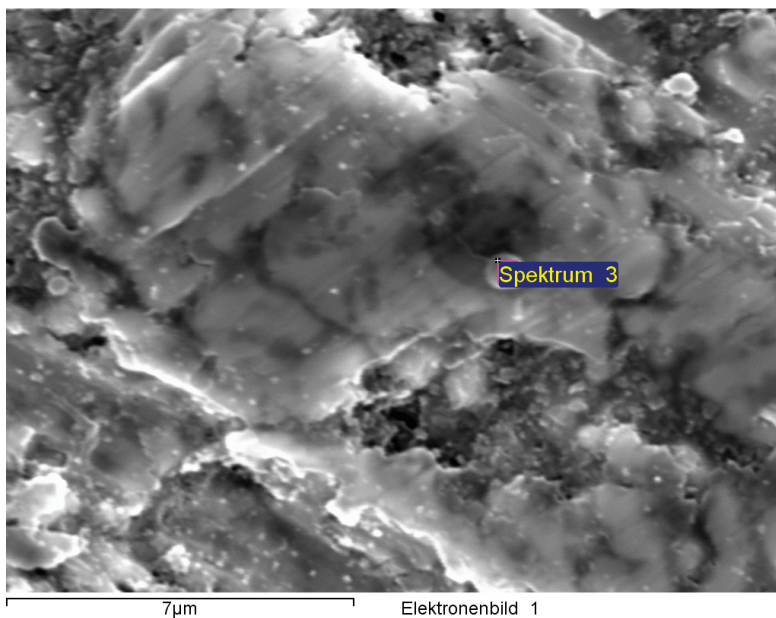
Erzstaub 2

Behandlungstemperatur: 1000 °C,
 Reduktionsgas: H₂ (25-vol%)-Ar
 Reduktionsgasmenge: 6 l/min Ar, 2 l/min H₂
 Behandlungsdauer: 60 min

Projekt: Erzstaub 2
 Besitzer: INCA Operator
 Bereich: Arbeitsbereich 3

Probennummer: 12
 Typ: Vorgabe

Element	Masse%	Atom%
O K	10.87	28.60
Mg K	1.45	2.51
Al K	2.03	3.16
Ti K	8.40	7.38
V K	0.31	0.26
Cr K	1.10	0.89
Fe K	75.85	57.20
Insgesamt	100.00	



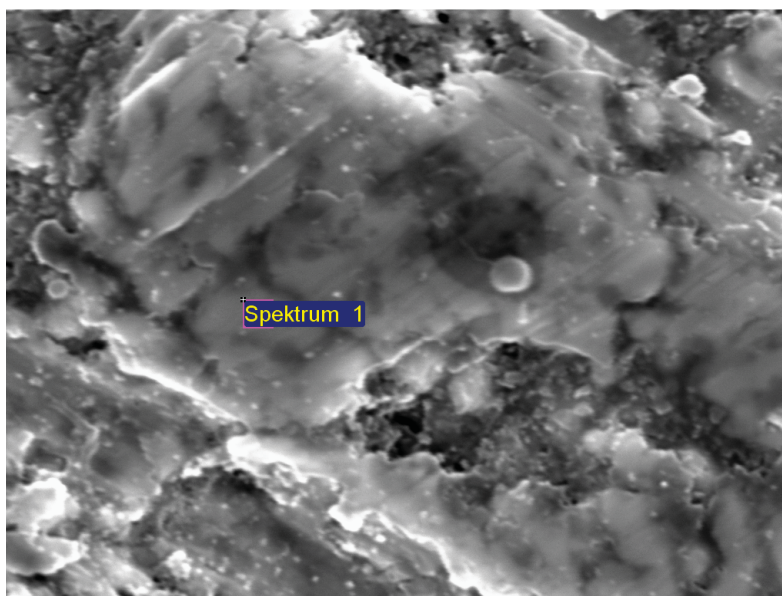
Erzstaub 2

Behandlungstemperatur: 1000 °C,
 Reduktionsgas: H₂ (25-vol%)-Ar
 Reduktionsgasmenge: 6 l/min Ar, 2 l/min H₂
 Behandlungsdauer: 60 min

Projekt: Erzstaub 2
 Besitzer: INCA Operator
 Bereich: Arbeitsbereich 3

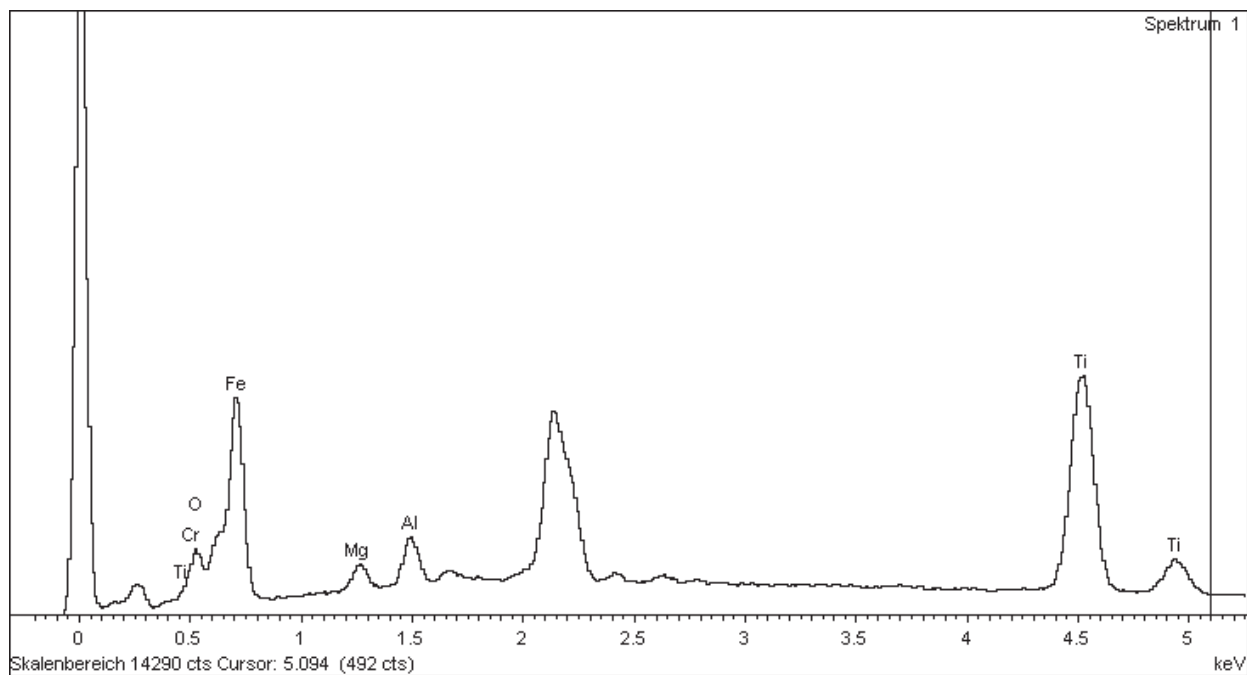
Probennummer: 12
 Typ: Vorgabe

Element	Masse%	Atom%
O K	7.74	21.72
Mg K	1.32	2.44
Al K	1.76	2.92
Ti K	8.35	7.83
Cr K	1.24	1.07
Fe K	79.60	64.02
Insgesamt	100.00	



7μm

Elektronenbild 1



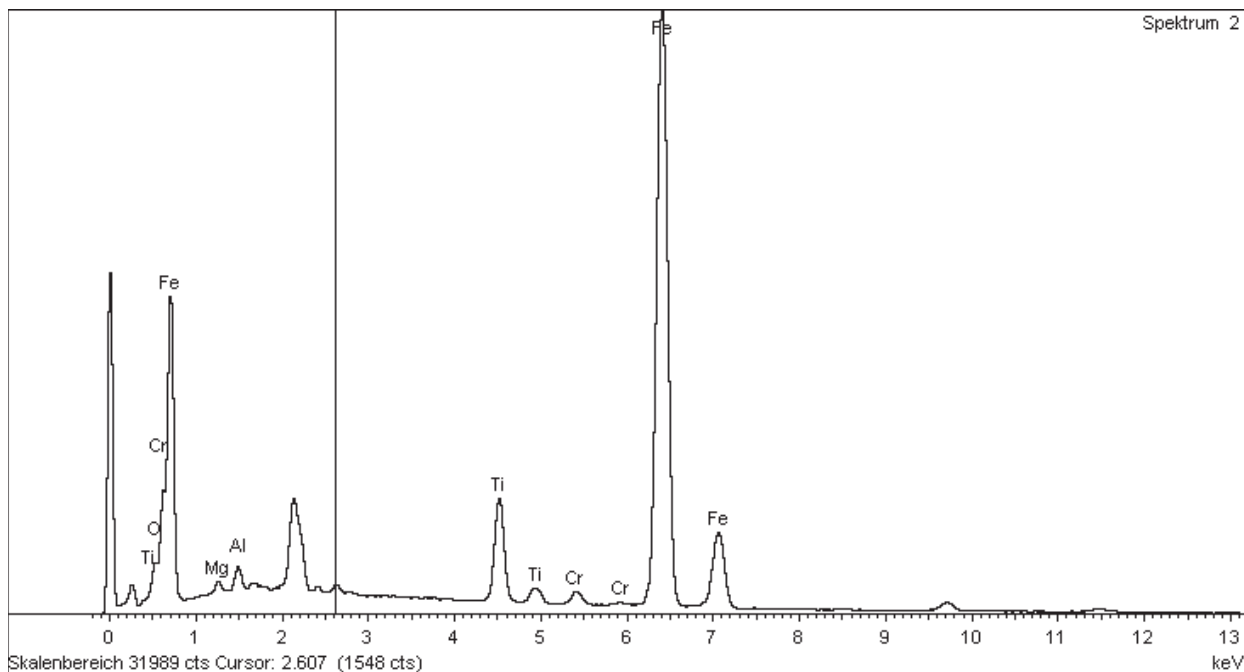
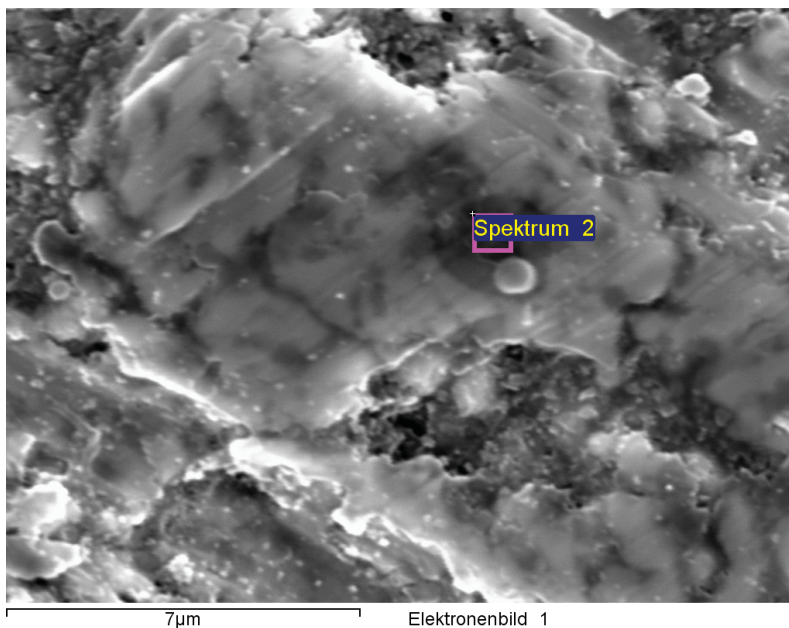
Erzstaub 2

Behandlungstemperatur: 1000 °C,
 Reduktionsgas: H₂ (25-vol%)-Ar
 Reduktionsgasmenge: 6 l/min Ar, 2 l/min H₂
 Behandlungsdauer: 60 min

Projekt: Erzstaub 2
 Besitzer: INCA Operator
 Bereich: Arbeitsbereich 3

Probennummer: 12
 Typ: Vorgabe

Element	Masse%	Atom%
O K	8.81	24.37
Mg K	1.05	1.92
Al K	1.54	2.53
Ti K	7.05	6.51
Cr K	1.06	0.90
Fe K	80.49	63.77
Insgesamt	100.00	



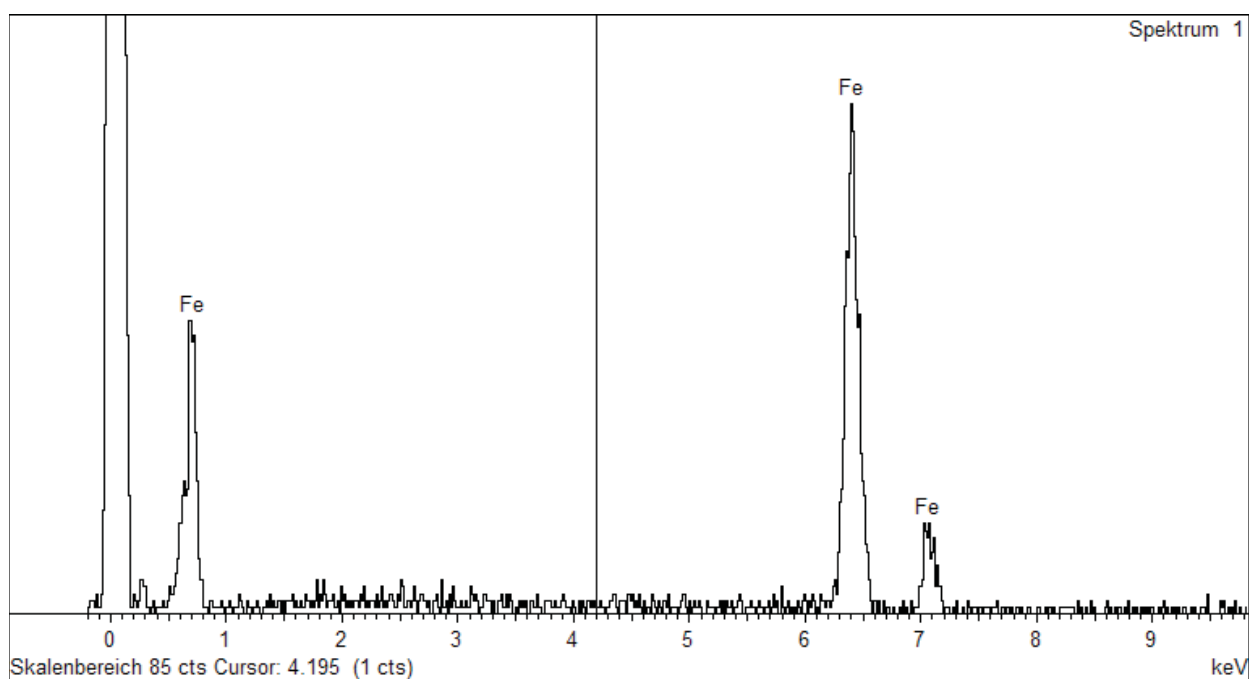
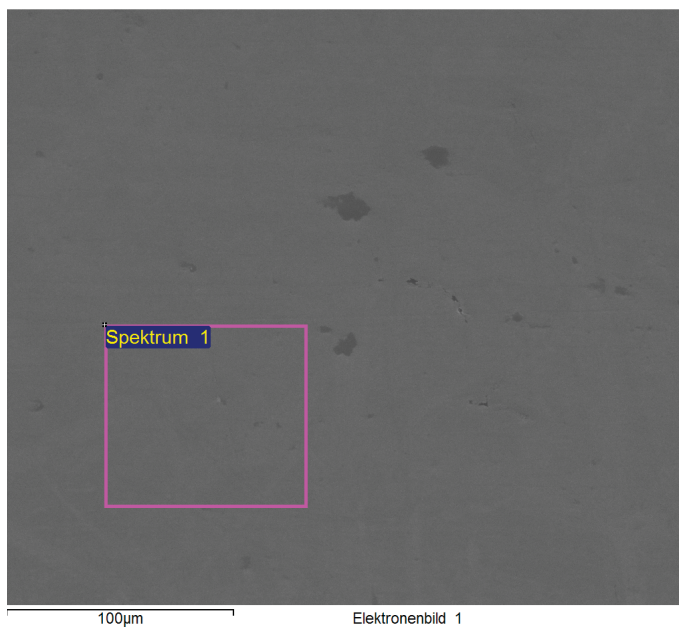
Erzstaub 2

Behandlungstemperatur: 1500 °C
Behandlungsdauer: 30 min
Reduktionsmittel: Kohlestaub
Reduktionsmittelmenge: stöchiometrisch

Projekt: Projekt 1
Besitzer: admin
Bereich: Arbeitsbereich 1

Probe 2 stöch 1500 °C 30 min
Typ: Vorgabe
ID:

Element	Massen%	Atom%
Fe K	100.00	100.00
Insgesamt	100.00	



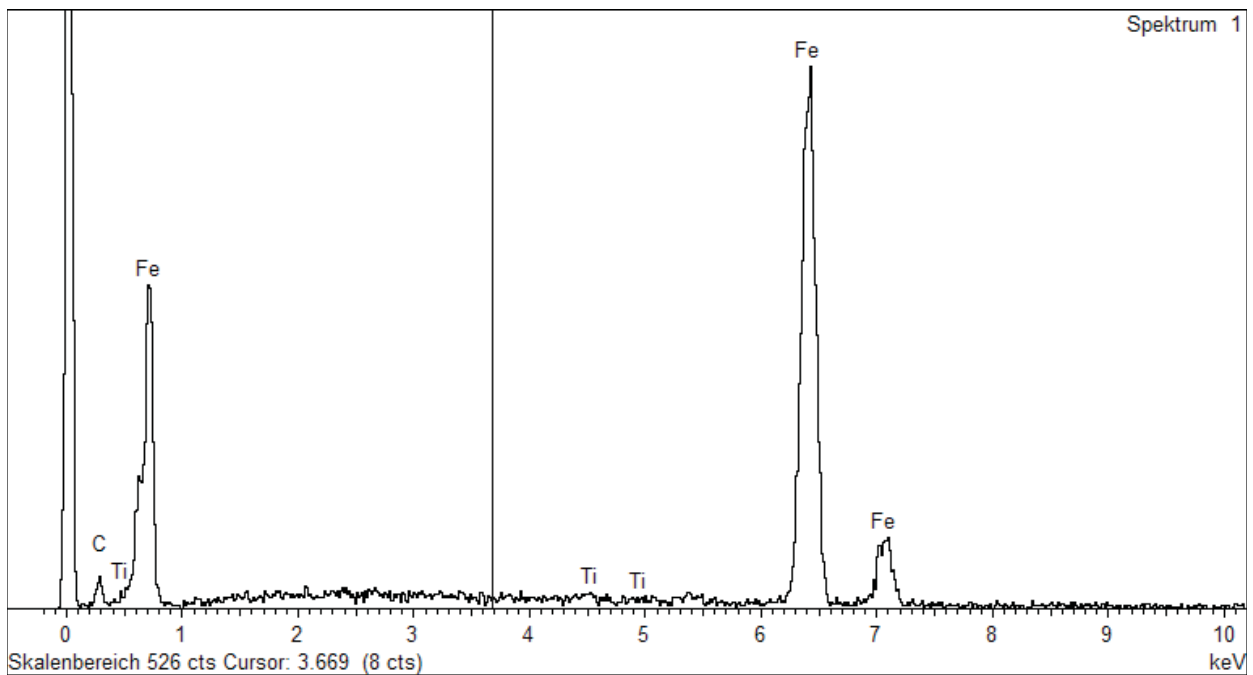
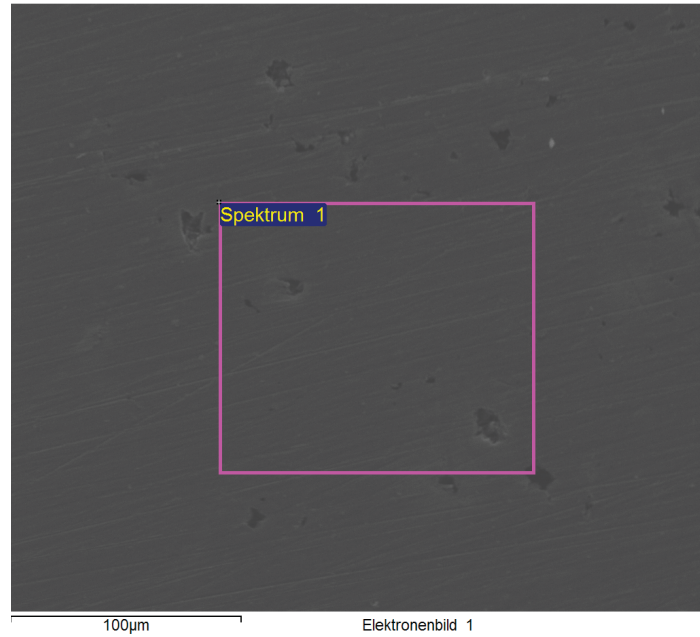
Erzstaub 2

Behandlungstemperatur: 1600 °C
 Behandlungsdauer: 30 min
 Reduktionsmittel: Kohlestaub
 Reduktionsmittelmenge: stöchiometrisch

Projekt: Projekt 1
 Besitzer: admin
 Bereich: Arbeitsbereich 1

Probe 2 stöch 1600 °C 30 min
 Typ: Vorgabe
 ID:

Element	Massen%	Atom%
C K	8.99	31.47
Ti K	0.34	0.29
Fe K	90.67	68.24
Insgesamt	100.00	



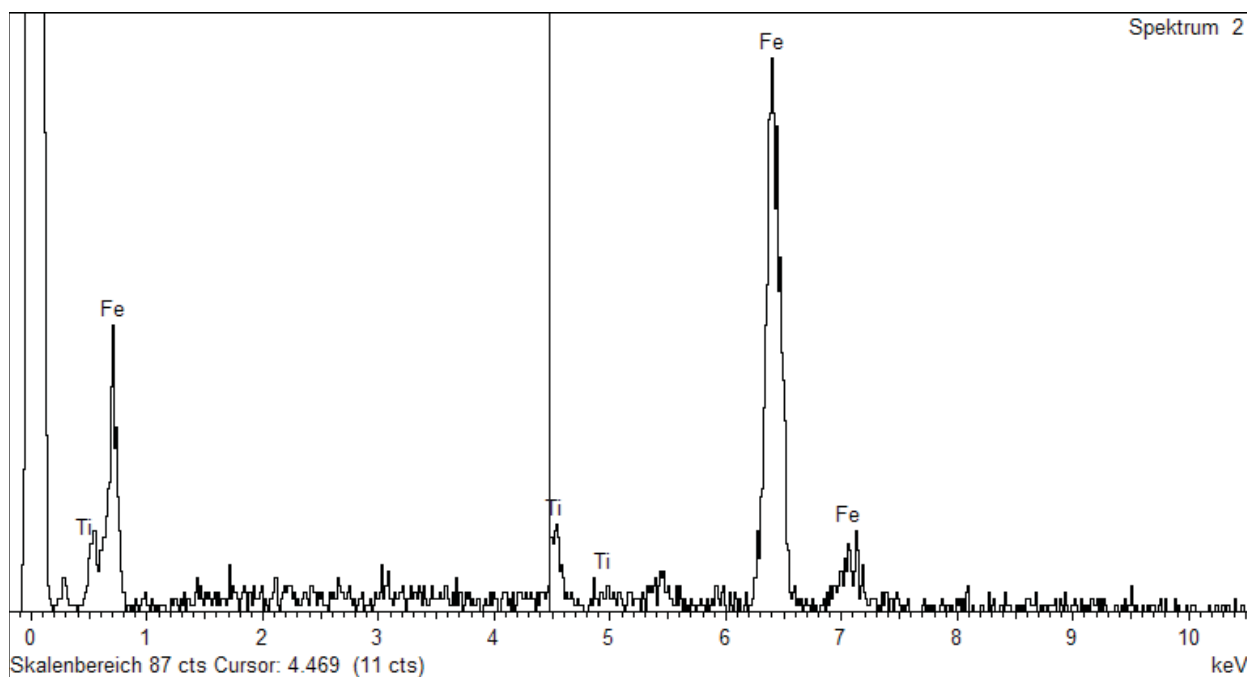
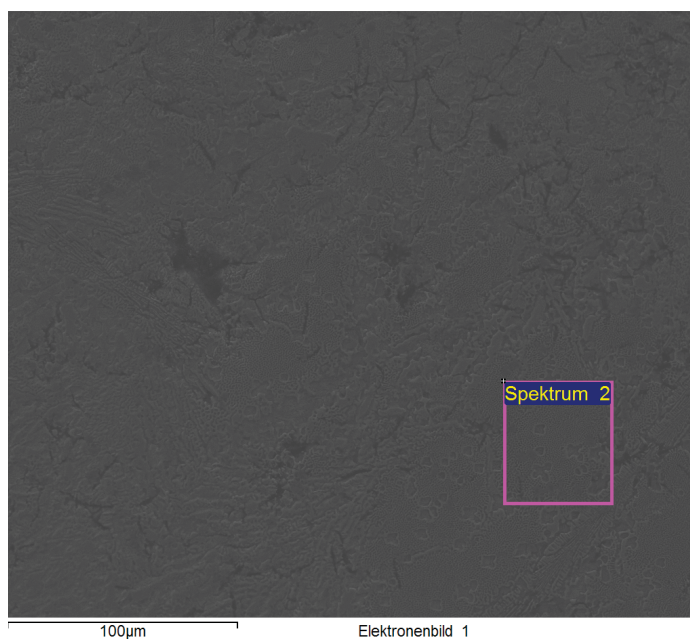
Erzstaub 2

Behandlungstemperatur: 1700 °C
Behandlungsdauer: 30 min
Reduktionsmittel: Kohlestaub
Reduktionsmittelmenge: stöchiometrisch

Projekt: Projekt 1
Besitzer: admin
Bereich: Arbeitsbereich 1

Probe 2 stöch 1700 °C 30 min
Typ: Vorgabe
ID:

Element	Massen%	Atom%
Ti K	6.19	7.14
Fe K	93.81	92.86
Insgesamt	100.00	



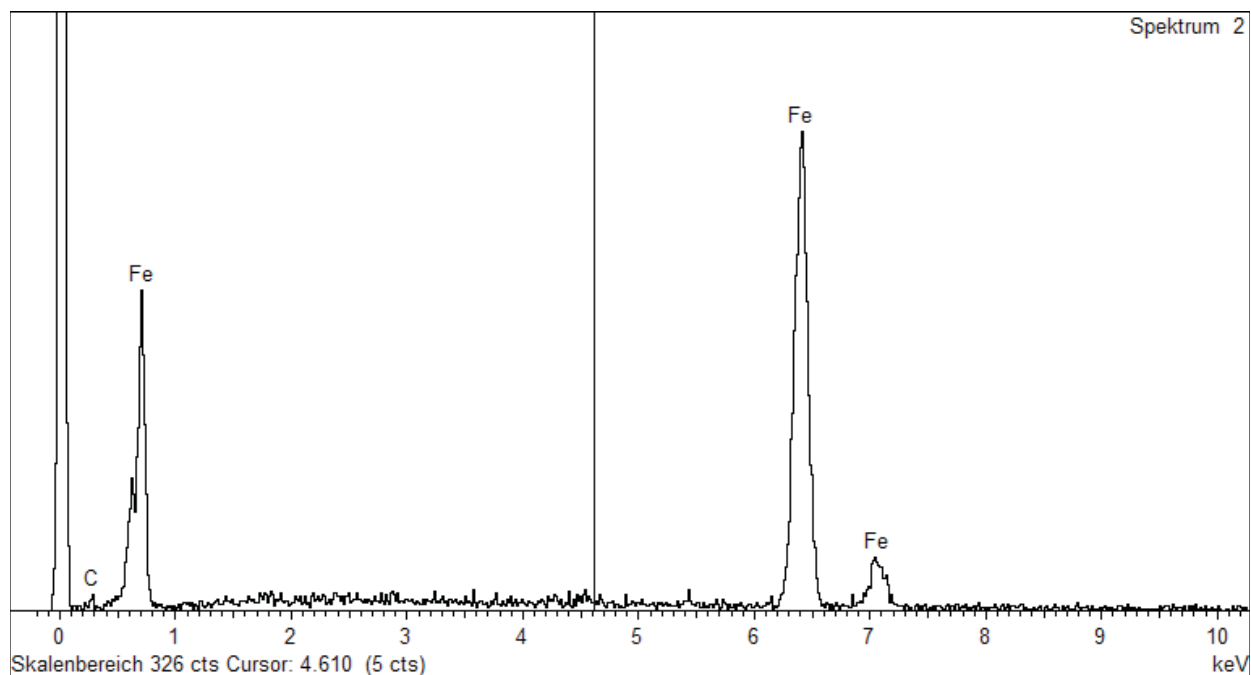
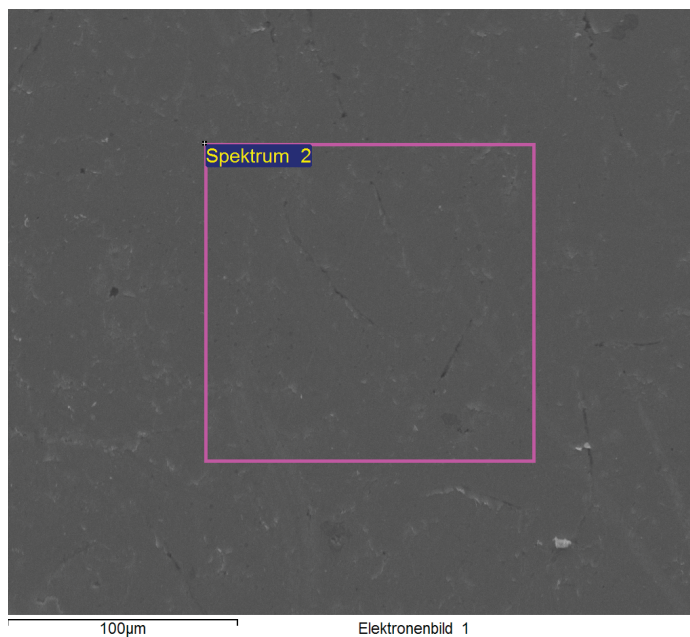
Erzstaub 2

Behandlungstemperatur: 1500 °C
 Behandlungsdauer: 30 min
 Reduktionsmittel: Kohlestaub
 Reduktionsmittelmenge: unterstöchiometrisch

Projekt: Projekt 1
 Besitzer: admin
 Bereich: Arbeitsbereich 1

Probe 2 unterstöch 1500 °C 30 min
 Typ: Vorgabe
 ID:

Element	Massen%	Atom%
C K	5.10	20.01
Fe K	94.90	79.99
Insgesamt	100.00	



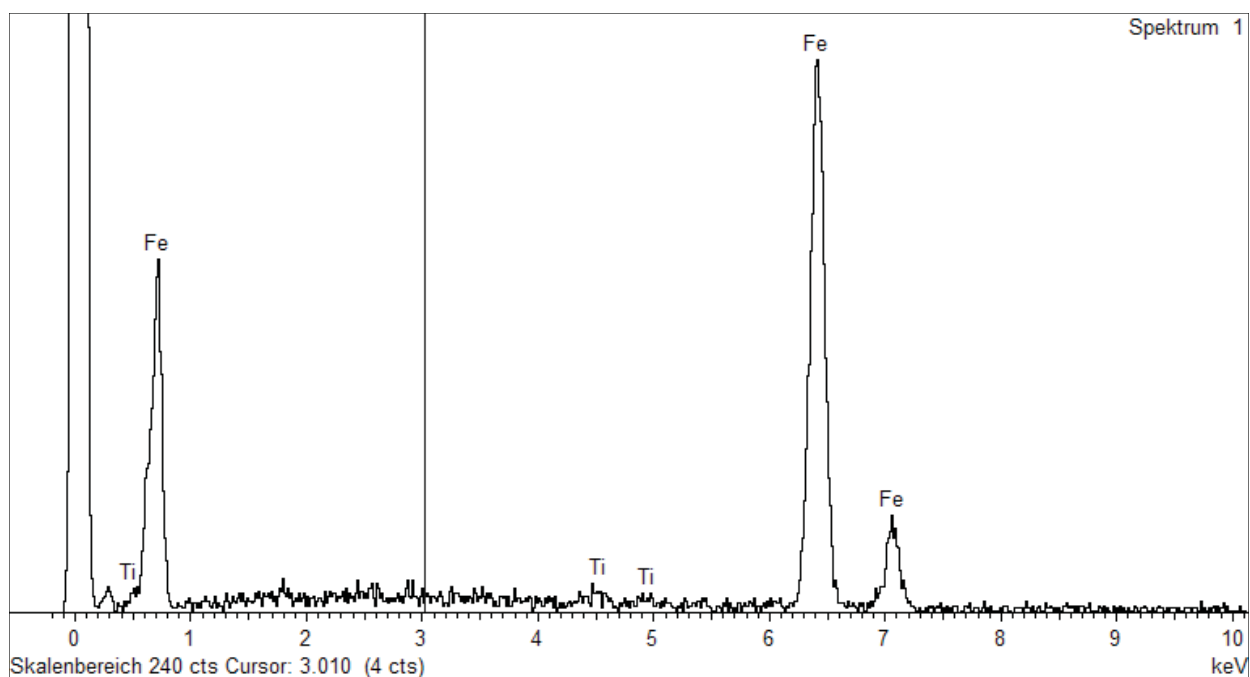
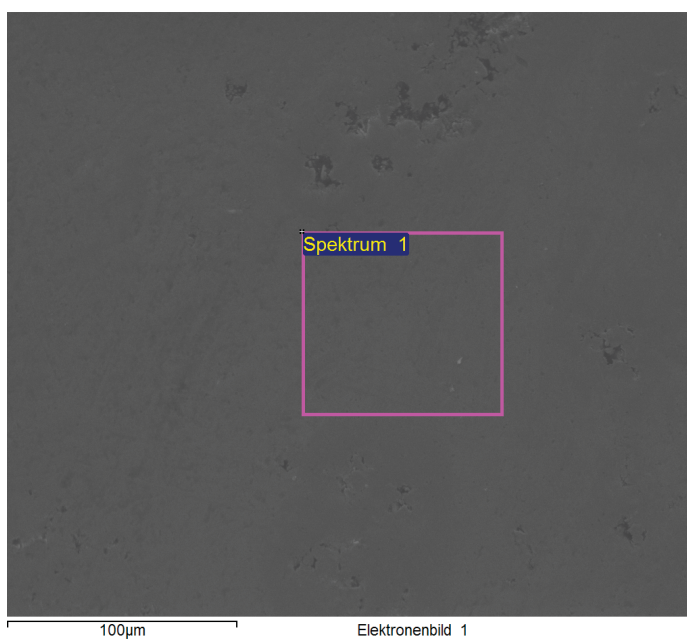
Erzstaub 2

Behandlungstemperatur: 1600 °C
 Behandlungsdauer: 30 min
 Reduktionsmittel: Kohlestaub
 Reduktionsmittelmenge: unterstöchiometrisch

Projekt: Projekt 1
 Besitzer: admin
 Bereich: Arbeitsbereich 1

Probe 2 unterstöch 1600 °C 30 min
 Typ: Vorgabe
 ID:

Element	Massen%	Atom%
Ti K	0.79	0.92
Fe K	99.21	99.08
Insgesamt	100.00	



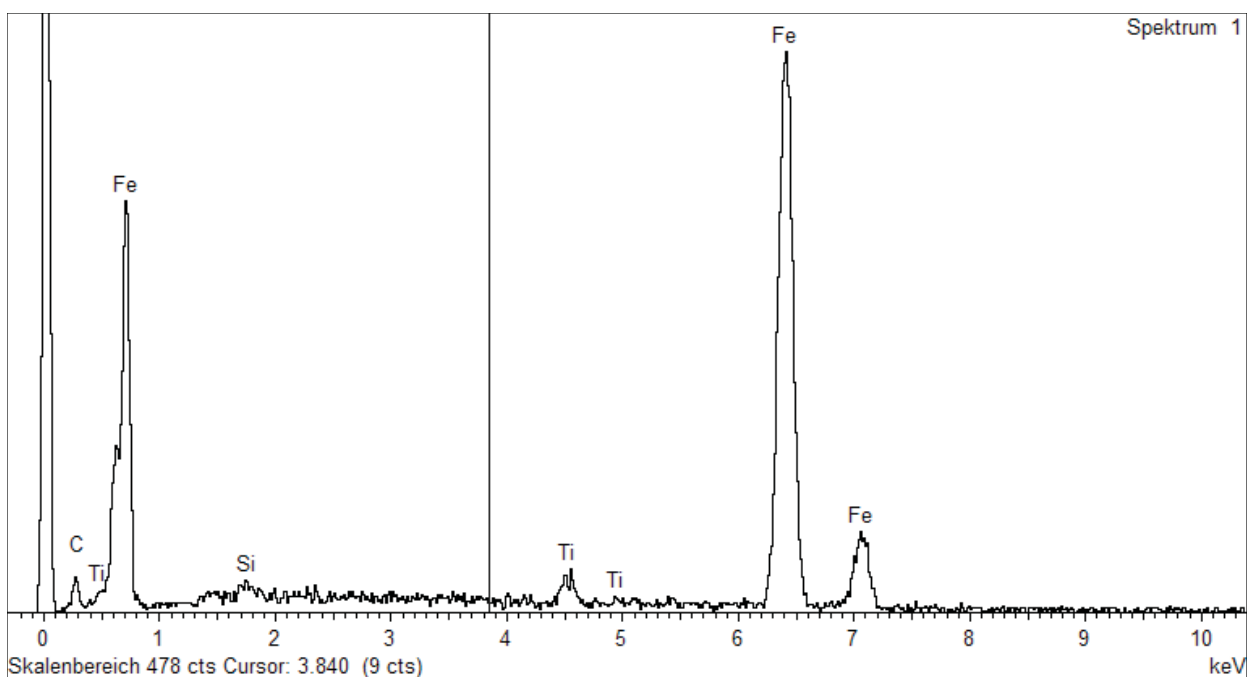
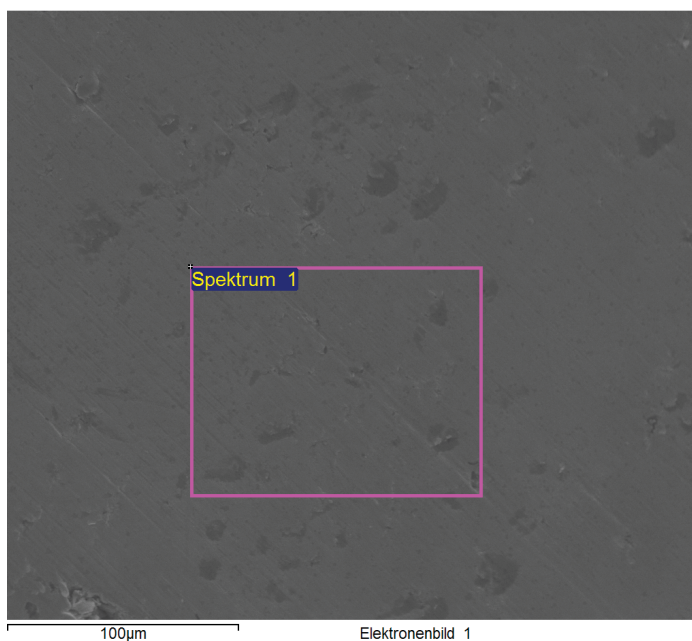
Erzstaub 2

Behandlungstemperatur: 1700 °C
 Behandlungsdauer: 30 min
 Reduktionsmittel: Kohlestaub
 Reduktionsmittelmenge: unterstöchiometrisch

Projekt: Projekt 1
 Besitzer: admin
 Bereich: Arbeitsbereich 1

Probe 2 unterstöch 1700 °C 30 min
 Typ: Vorgabe
 ID:

Element	Massen%	Atom%
C K	9.40	32.34
Si K	0.49	0.72
Ti K	2.04	1.76
Fe K	88.07	65.17
Insgesamt	100.00	



Erzstaub 1

Projekt: Erzstaub 1
 Behandlungsaggregat: Schmelzmikroskop
 Reduktionsmittel: Wasserstoff
 Reduktionsmittelmenge: überstöchiometrisch

Probe: Probe 1
 Typ: Vorgabe
 ID:

Element	Massen %	Atom%
Si K	1.74	3.41
V K	0.70	0.76
Fe K	97.06	95.38
Co K	0.49	0.46
Insgesamt	100.00	

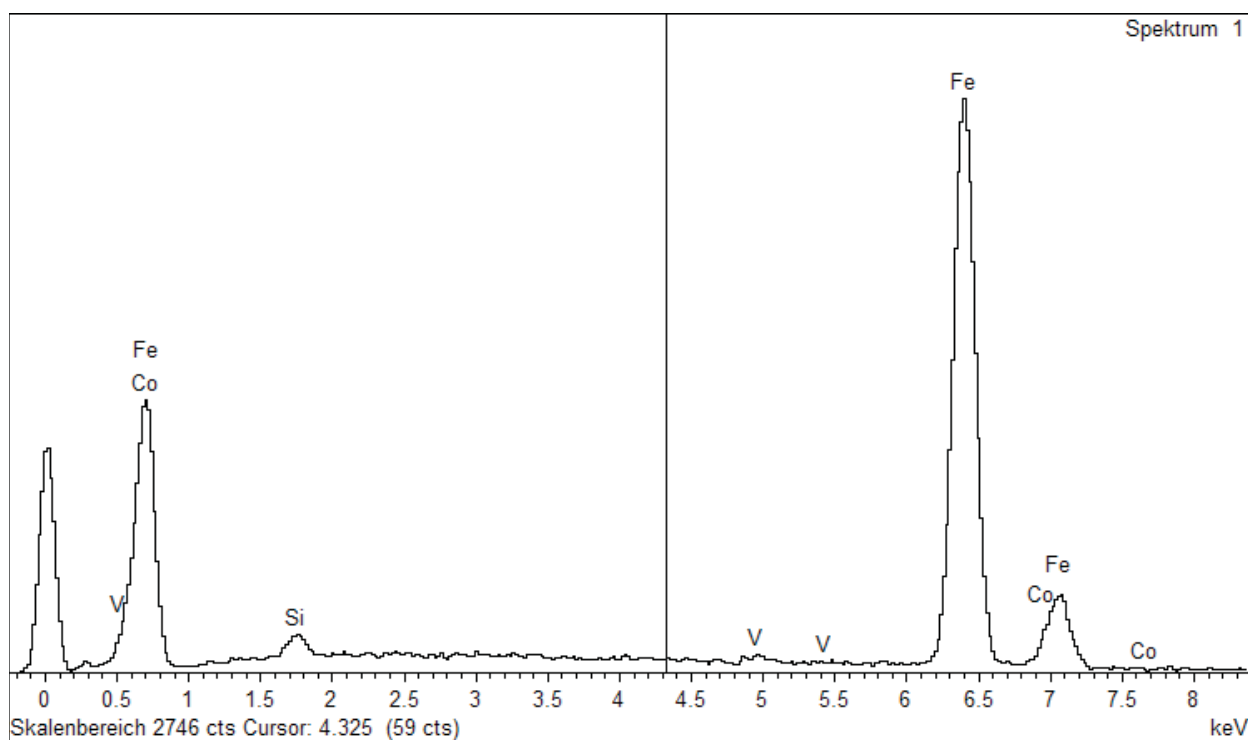
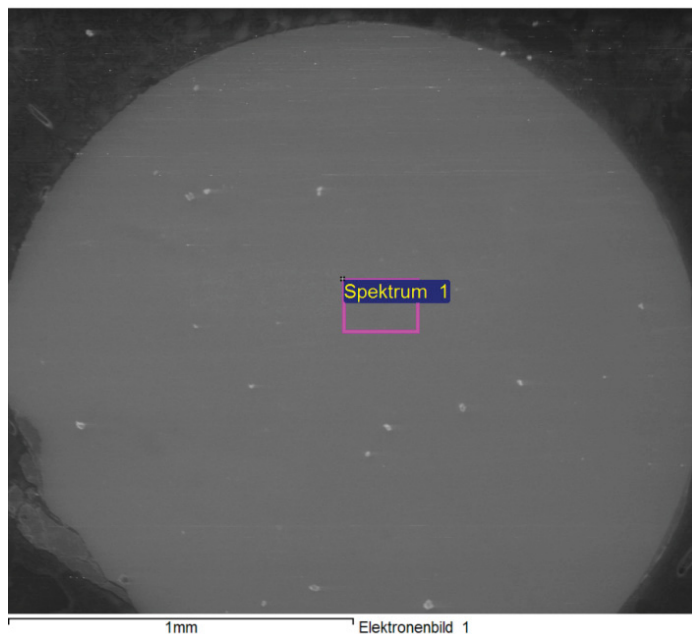


Tabelle 14-19: Zusammensetzung Erzstaub Probe 1

Mess Program : UniQuant

Compound	Wt%	StdErr	El	Weight%	StdErr
Fe2O3	68.05	0.46	Fe	47.60	0.32
TiO2	11.35	0.09	Ti	6.81	0.05
SiO2	6.95	0.28	Si	3.25	0.13
Na2O	5.21	0.24	Na	3.86	0.18
Al2O3	4.72	0.24	Al	2.50	0.12
CaO	0.858	0.091	Ca	0.613	0.065
V2O5	0.743	0.006	V	0.416	0.003
ZnO	0.658	0.007	Zn	0.528	0.006
MgO	0.619	0.068	Mg	0.373	0.041
MnO	0.245	0.004	Mn	0.190	0.003
SO3	0.238	0.026	Sx	0.095	0.011
Cr2O3	0.103	0.004	Cr	0.0702	0.0025
NiO	0.102	0.004	Ni	0.0798	0.0035
Co3O4	0.0371	0.0058	Co	0.0272	0.0042
K2O	0.0314	0.0017	K	0.0261	0.0014
CuO	0.0265	0.0025	Cu	0.0212	0.0020
PbO	0.0158	0.0028	Pb	0.0147	0.0026
Cl	0.0136	0.0010	Cl	0.0136	0.0010
MoO3	0.0128	0.0038	Mo	0.0085	0.0025

Tabelle 14-20: Zusammensetzung Erzstaub Probe 2

Mess Program : UniQuant

Compound	Wt%	StdErr	El	Weight%	StdErr
Fe2O3	70.01	0.45	Fe	48.97	0.31
TiO2	12.42	0.09	Ti	7.45	0.05
SiO2	5.42	0.25	Si	2.53	0.12
Al2O3	5.38	0.25	Al	2.85	0.13
Na2O	4.39	0.22	Na	3.26	0.17
MgO	0.92	0.10	Mg	0.553	0.061
Cr2O3	0.360	0.006	Cr	0.246	0.004
V2O5	0.286	0.004	V	0.160	0.002
MnO	0.221	0.004	Mn	0.171	0.003
CaO	0.180	0.019	Ca	0.129	0.014
SO3	0.171	0.019	Sx	0.0684	0.0076
NiO	0.0715	0.0042	Ni	0.0562	0.0033
Co3O4	0.0455	0.0058	Co	0.0334	0.0043
ZnO	0.0378	0.0026	Zn	0.0304	0.0021
CuO	0.0292	0.0026	Cu	0.0233	0.0021

Tabelle 14-21: Zusammensetzung der Schlacke bei der Reduktion mit einem stöchiometrischen Kohlenstoffgehalt bei 1.500 °C und einer Haltedauer von 10 min (Erzstaub 1)

Mess Program : UniQuant

Compound	wt%	StdErr	El	weight%	StdErr
Fe2O3	53.48	0.49	Fe	37.41	0.34
TiO2	22.10	0.11	Ti	13.25	0.07
SiO2	7.54	0.29	Si	3.53	0.14
Al2O3	6.07	0.26	Al	3.21	0.14
Na2O	3.89	0.21	Na	2.88	0.16
MgO	1.99	0.15	Mg	1.20	0.09
CaO	1.43	0.13	Ca	1.02	0.09
V2O5	1.12	0.01	V	0.627	0.005
ZrO2	0.797	0.008	Zr	0.590	0.006
NiO	0.551	0.009	Ni	0.433	0.007
MnO	0.489	0.008	Mn	0.379	0.006
Cr2O3	0.235	0.006	Cr	0.161	0.004
S	0.107	0.005	S	0.107	0.005
K2O	0.0580	0.0031	K	0.0481	0.0026
Co3O4	0.0402	0.0056	Co	0.0295	0.0041
HfO2	0.0217	0.0088	Hf	0.0184	0.0075

Tabelle 14-22: Zusammensetzung der Schlacke bei der Reduktion mit einem stöchiometrischen Kohlenstoffgehalt bei 1.500 °C und einer Haltedauer von 20 min (Erzstaub 1)

Mess Program : UniQuant

Compound	wt%	StdErr	El	weight%	StdErr
TiO2	39.27	0.13	Ti	23.54	0.08
Fe2O3	23.40	0.41	Fe	16.37	0.29
SiO2	11.54	0.35	Si	5.39	0.17
Al2O3	8.91	0.32	Al	4.72	0.17
Na2O	5.68	0.25	Na	4.22	0.19
MgO	2.92	0.19	Mg	1.76	0.11
ZrO2	2.47	0.01	Zr	1.83	0.01
CaO	2.46	0.17	Ca	1.76	0.12
V2O5	1.46	0.01	V	0.816	0.006
MnO	0.882	0.011	Mn	0.683	0.009
NiO	0.397	0.006	Ni	0.312	0.005
Cr2O3	0.217	0.006	Cr	0.149	0.004
S	0.155	0.008	S	0.155	0.008
K2O	0.0972	0.0051	K	0.0807	0.0043
HfO2	0.0547	0.0063	Hf	0.0464	0.0054

Tabelle 14-23: Zusammensetzung der Schlacke bei der Reduktion mit einem stöchiometrischen Kohlenstoffgehalt bei 1.500 °C und einer Haltedauer von 30 min (Erzstaub 1)

Mess Program : UniQuant

Compound	wt%	StdErr	El	weight%	StdErr
TiO ₂	46.94	0.13	Ti	28.14	0.08
SiO ₂	15.94	0.41	Si	7.45	0.19
Al ₂ O ₃	13.83	0.38	Al	7.32	0.20
Na ₂ O	8.14	0.30	Na	6.04	0.22
Fe ₂ O ₃	4.65	0.21	Fe	3.25	0.14
MgO	4.49	0.23	Mg	2.71	0.14
CaO	3.17	0.19	Ca	2.26	0.13
V ₂ O ₅	0.919	0.012	V	0.515	0.007
MnO	0.852	0.011	Mn	0.660	0.009
ZrO ₂	0.320	0.003	Zr	0.237	0.003
S	0.288	0.014	S	0.288	0.014
NiO	0.147	0.003	Ni	0.116	0.002
K ₂ O	0.123	0.007	K	0.102	0.005
Cr ₂ O ₃	0.109	0.004	Cr	0.0743	0.0030

Tabelle 14-24: Zusammensetzung der Schlacke bei der Reduktion mit einem stöchiometrischen Kohlenstoffgehalt bei 1.600 °C und einer Haltedauer von 10 min (Erzstaub 1)

Mess Program : UniQuant

Compound	wt%	StdErr	El	weight%	StdErr
Fe ₂ O ₃	44.49	0.49	Fe	31.12	0.34
TiO ₂	23.04	0.11	Ti	13.81	0.07
Al ₂ O ₃	9.36	0.32	Al	4.95	0.17
SiO ₂	8.82	0.31	Si	4.12	0.15
Na ₂ O	6.58	0.27	Na	4.88	0.20
MgO	2.49	0.17	Mg	1.50	0.10
CaO	1.97	0.15	Ca	1.41	0.11
V ₂ O ₅	0.920	0.007	V	0.515	0.004
NiO	0.826	0.009	Ni	0.649	0.007
S	0.422	0.021	S	0.422	0.021
MnO	0.421	0.006	Mn	0.326	0.005
Cr ₂ O ₃	0.290	0.005	Cr	0.199	0.004
K ₂ O	0.131	0.007	K	0.109	0.006
ZrO ₂	0.100	0.003	Zr	0.0741	0.0020
Co ₃ O ₄	0.0542	0.0030	Co	0.0398	0.0022

Tabelle 14-25: Zusammensetzung der Schlacke bei der Reduktion mit einem stöchiometrischen Kohlenstoffgehalt bei 1.600 °C und einer Haltedauer von 20 min (Erzstaub 1)

Mess Program : UniQuant

Compound	wt%	StdErr	El	weight%	StdErr
TiO ₂	47.17	0.13	Ti	28.28	0.08
SiO ₂	16.17	0.41	Si	7.56	0.19
Al ₂ O ₃	14.62	0.39	Al	7.74	0.21
Na ₂ O	6.64	0.27	Na	4.92	0.20
MgO	4.13	0.22	Mg	2.49	0.13
CaO	3.73	0.20	Ca	2.67	0.14
Fe ₂ O ₃	3.55	0.18	Fe	2.49	0.13
ZrO ₂	1.57	0.01	Zr	1.16	0.01
MnO	0.790	0.010	Mn	0.612	0.008
V ₂ O ₅	0.548	0.012	V	0.307	0.007
S	0.346	0.017	S	0.346	0.017
NiO	0.328	0.005	Ni	0.258	0.004
Cr ₂ O ₃	0.158	0.005	Cr	0.108	0.003
K ₂ O	0.112	0.006	K	0.0933	0.0049
HfO ₂	0.0395	0.0030	Hf	0.0335	0.0025
SrO	0.0203	0.0013	Sr	0.0172	0.0011

Tabelle 14-26: Zusammensetzung der Schlacke bei der Reduktion mit einem stöchiometrischen Kohlenstoffgehalt bei 1.600 °C und einer Haltedauer von 30 min (Erzstaub 1)

Mess Program : UniQuant

Compound	wt%	StdErr	El	weight%	StdErr
TiO ₂	42.68	0.13	Ti	25.59	0.08
SiO ₂	16.86	0.42	Si	7.88	0.19
Al ₂ O ₃	14.41	0.39	Al	7.63	0.21
Na ₂ O	7.07	0.28	Na	5.25	0.21
ZrO ₂	5.33	0.01	Zr	3.94	0.01
MgO	4.19	0.22	Mg	2.53	0.13
CaO	3.55	0.20	Ca	2.54	0.14
Fe ₂ O ₃	3.41	0.18	Fe	2.38	0.12
MnO	0.665	0.009	Mn	0.515	0.007
V ₂ O ₅	0.529	0.011	V	0.296	0.006
NiO	0.431	0.005	Ni	0.339	0.004
S	0.347	0.017	S	0.347	0.017
Cr ₂ O ₃	0.185	0.005	Cr	0.126	0.004
K ₂ O	0.113	0.006	K	0.0941	0.0050
HfO ₂	0.109	0.005	Hf	0.0928	0.0046
MoO ₃	0.0209	0.0038	Mo	0.0139	0.0025
SrO	0.0204	0.0014	Sr	0.0173	0.0012

Tabelle 14-27: Zusammensetzung der Schlacke bei der Reduktion mit einem stöchiometrischen Kohlenstoffgehalt bei 1.700 °C und einer Haltedauer von 10 min (Erzstaub 1)

Mess Program : UniQuant

Compound	wt%	StdErr	El	weight%	StdErr
TiO ₂	47.85	0.13	Ti	28.68	0.08
SiO ₂	16.38	0.41	Si	7.66	0.19
Al ₂ O ₃	11.61	0.36	Al	6.14	0.19
Fe ₂ O ₃	5.59	0.23	Fe	3.91	0.16
ZrO ₂	5.38	0.02	Zr	3.98	0.01
CaO	4.44	0.22	Ca	3.18	0.16
MgO	3.61	0.21	Mg	2.17	0.12
Na ₂ O	1.97	0.15	Na	1.46	0.11
V ₂ O ₅	0.983	0.013	V	0.551	0.007
MnO	0.742	0.010	Mn	0.575	0.007
S	0.481	0.024	S	0.481	0.024
NiO	0.383	0.006	Ni	0.301	0.004
Cr ₂ O ₃	0.229	0.007	Cr	0.157	0.005
HfO ₂	0.120	0.006	Hf	0.101	0.005
K ₂ O	0.114	0.006	K	0.0949	0.0050
SrO	0.0258	0.0018	Sr	0.0218	0.0016

Tabelle 14-28: Zusammensetzung der Schlacke bei der Reduktion mit einem stöchiometrischen Kohlenstoffgehalt bei 1.700 °C und einer Haltedauer von 20 min (Erzstaub 1)

Mess Program : UniQuant

Compound	wt%	StdErr	El	weight%	StdErr
TiO ₂	44.99	0.13	Ti	26.97	0.08
SiO ₂	14.59	0.39	Si	6.82	0.18
Fe ₂ O ₃	11.41	0.31	Fe	7.98	0.22
Al ₂ O ₃	10.44	0.34	Al	5.53	0.18
ZrO ₂	4.97	0.02	Zr	3.68	0.01
CaO	4.24	0.22	Ca	3.03	0.15
MgO	2.96	0.19	Mg	1.78	0.11
Na ₂ O	2.82	0.18	Na	2.09	0.13
V ₂ O ₅	1.01	0.01	V	0.564	0.007
MnO	0.961	0.012	Mn	0.744	0.010
S	0.530	0.026	S	0.530	0.026
NiO	0.434	0.006	Ni	0.341	0.005
Cr ₂ O ₃	0.258	0.007	Cr	0.177	0.005
K ₂ O	0.158	0.008	K	0.131	0.007
HfO ₂	0.126	0.006	Hf	0.107	0.005
SrO	0.0235	0.0020	Sr	0.0199	0.0017

Tabelle 14-29: Zusammensetzung der Schlacke bei der Reduktion mit einem stöchiometrischen Kohlenstoffgehalt bei 1.700 °C und einer Haltedauer von 30 min (Erzstaub 1)

Mess Program : UniQuant

Compound	wt%	StdErr	El	weight%	StdErr
TiO ₂	50.26	0.13	Ti	30.13	0.08
SiO ₂	17.66	0.42	Si	8.26	0.20
Al ₂ O ₃	11.02	0.35	Al	5.83	0.18
Fe ₂ O ₃	7.99	0.27	Fe	5.59	0.19
CaO	4.79	0.23	Ca	3.43	0.16
MgO	2.91	0.19	Mg	1.75	0.11
Na ₂ O	1.06	0.11	Na	0.788	0.083
ZrO ₂	0.938	0.008	Zr	0.695	0.006
V ₂ O ₅	0.922	0.014	V	0.516	0.008
MnO	0.830	0.011	Mn	0.643	0.008
Cr ₂ O ₃	0.514	0.010	Cr	0.352	0.007
NiO	0.417	0.006	Ni	0.328	0.005
S	0.406	0.020	S	0.406	0.020
K ₂ O	0.0921	0.0049	K	0.0765	0.0041
SrO	0.0359	0.0020	Sr	0.0304	0.0017
BaO	0.0213	0.0083	Ba	0.0191	0.0075

Tabelle 14-30: Zusammensetzung der Schlacke bei der Reduktion mit einem unterstöchiometrischen Kohlenstoffgehalt bei 1.500 °C und einer Haltedauer von 10 min (Erzstaub 1)

Mess Program : UniQuant

Compound	wt%	StdErr	El	weight%	StdErr
Fe ₂ O ₃	39.51	0.48	Fe	27.63	0.34
TiO ₂	32.50	0.13	Ti	19.48	0.08
SiO ₂	8.06	0.30	Si	3.77	0.14
Al ₂ O ₃	6.87	0.28	Al	3.63	0.15
Na ₂ O	5.45	0.25	Na	4.04	0.18
MgO	2.04	0.16	Mg	1.23	0.09
V ₂ O ₅	2.02	0.01	V	1.13	0.01
CaO	1.76	0.14	Ca	1.26	0.10
MnO	0.732	0.009	Mn	0.567	0.007
ZrO ₂	0.365	0.005	Zr	0.270	0.004
Cr ₂ O ₃	0.280	0.006	Cr	0.191	0.004
NiO	0.128	0.004	Ni	0.101	0.003
S	0.126	0.006	S	0.126	0.006
K ₂ O	0.0677	0.0036	K	0.0562	0.0030
Co ₃ O ₄	0.0393	0.0029	Co	0.0289	0.0021

Tabelle 14-31: Zusammensetzung der Schlacke bei der Reduktion mit einem unterstöchiometrischen Kohlenstoffgehalt bei 1.500 °C und einer Haltedauer von 20 min (Erzstaub 1)

Mess Program : UniQuant

Compound	wt%	StdErr	El	weight%	StdErr
TiO ₂	39.83	0.13	Ti	23.88	0.08
Fe ₂ O ₃	24.75	0.42	Fe	17.31	0.30
SiO ₂	10.56	0.34	Si	4.94	0.16
Al ₂ O ₃	8.73	0.31	Al	4.62	0.17
Na ₂ O	5.97	0.26	Na	4.43	0.19
MgO	2.72	0.18	Mg	1.64	0.11
V ₂ O ₅	2.49	0.01	V	1.39	0.01
CaO	2.26	0.16	Ca	1.62	0.11
ZrO ₂	0.954	0.007	Zr	0.706	0.005
MnO	0.951	0.012	Mn	0.737	0.010
Cr ₂ O ₃	0.304	0.007	Cr	0.208	0.005
NiO	0.173	0.004	Ni	0.136	0.003
S	0.130	0.007	S	0.130	0.007
K ₂ O	0.0910	0.0048	K	0.0755	0.0040
Co ₃ O ₄	0.0260	0.0025	Co	0.0191	0.0018

Tabelle 14-32: Zusammensetzung der Schlacke bei der Reduktion mit einem unterstöchiometrischen Kohlenstoffgehalt bei 1.500 °C und einer Haltedauer von 30 min (Erzstaub 1)

Mess Program : UniQuant

Compound	wt%	StdErr	El	weight%	StdErr
TiO ₂	48.99	0.13	Ti	29.37	0.08
SiO ₂	15.27	0.40	Si	7.14	0.19
Al ₂ O ₃	12.96	0.37	Al	6.86	0.20
Na ₂ O	8.10	0.30	Na	6.01	0.22
MgO	3.95	0.22	Mg	2.38	0.13
CaO	3.22	0.19	Ca	2.31	0.14
Fe ₂ O ₃	2.40	0.15	Fe	1.68	0.10
ZrO ₂	2.36	0.01	Zr	1.74	0.01
V ₂ O ₅	1.00	0.01	V	0.561	0.007
MnO	0.977	0.013	Mn	0.756	0.010
S	0.288	0.014	S	0.288	0.014
Cr ₂ O ₃	0.136	0.005	Cr	0.0930	0.0035
K ₂ O	0.132	0.007	K	0.109	0.006
NiO	0.0915	0.0027	Ni	0.0719	0.0021
HfO ₂	0.0498	0.0031	Hf	0.0422	0.0026
ZnO	0.0298	0.0016	Zn	0.0239	0.0013

Tabelle 14-33: Zusammensetzung der Schlacke bei der Reduktion mit einem unterstöchiometrischen Kohlenstoffgehalt bei 1.600 °C und einer Haltedauer von 10 min (Erzstaub 1)

Mess Program : UniQuant

Compound	wt%	StdErr	El	weight%	StdErr
TiO ₂	44.25	0.13	Ti	26.53	0.08
SiO ₂	13.76	0.38	Si	6.43	0.18
Al ₂ O ₃	11.28	0.35	Al	5.97	0.19
Fe ₂ O ₃	9.83	0.29	Fe	6.87	0.20
ZrO ₂	5.96	0.02	Zr	4.41	0.01
Na ₂ O	4.03	0.21	Na	2.99	0.16
CaO	3.79	0.20	Ca	2.71	0.15
MgO	3.33	0.20	Mg	2.01	0.12
V ₂ O ₅	1.06	0.01	V	0.592	0.007
MnO	0.865	0.011	Mn	0.670	0.009
NiO	0.661	0.007	Ni	0.520	0.006
S	0.486	0.024	S	0.486	0.024
Cr ₂ O ₃	0.328	0.007	Cr	0.225	0.005
K ₂ O	0.132	0.007	K	0.110	0.006
HfO ₂	0.117	0.006	Hf	0.0993	0.0050

Tabelle 14-34: Zusammensetzung der Schlacke bei der Reduktion mit einem unterstöchiometrischen Kohlenstoffgehalt bei 1.600 °C und einer Haltedauer von 20 min (Erzstaub 1)

Mess Program : UniQuant

Compound	wt%	StdErr	El	weight%	StdErr
TiO ₂	39.37	0.13	Ti	23.60	0.08
Fe ₂ O ₃	19.49	0.39	Fe	13.63	0.27
ZrO ₂	10.74	0.03	Zr	7.95	0.02
SiO ₂	9.75	0.33	Si	4.56	0.15
Al ₂ O ₃	7.39	0.29	Al	3.91	0.15
CaO	4.40	0.22	Ca	3.15	0.16
Na ₂ O	2.62	0.17	Na	1.94	0.13
MgO	1.94	0.15	Mg	1.17	0.09
V ₂ O ₅	1.08	0.01	V	0.607	0.006
NiO	0.842	0.010	Ni	0.662	0.008
MnO	0.754	0.011	Mn	0.584	0.008
S	0.603	0.030	S	0.603	0.030
Cr ₂ O ₃	0.376	0.009	Cr	0.257	0.006
HfO ₂	0.224	0.011	Hf	0.190	0.009
K ₂ O	0.216	0.011	K	0.179	0.009
Y ₂ O ₃	0.0375	0.0042	Y	0.0295	0.0033
Yb ₂ O ₃	0.035	0.012	Yb	0.030	0.010
SrO	0.0308	0.0029	Sr	0.0260	0.0025
MoO ₃	0.0264	0.0075	Mo	0.0176	0.0050
Cl	0.0210	0.0020	Cl	0.0210	0.0020

Tabelle 14-35: Zusammensetzung der Schlacke bei der Reduktion mit einem unterstöchiometrischen Kohlenstoffgehalt bei 1.600 °C und einer Haltedauer von 30 min (Erzstaub 1)

Mess Program : UniQuant

Compound	wt%	StdErr	El	weight%	StdErr
TiO ₂	44.13	0.13	Ti	26.45	0.08
SiO ₂	13.59	0.38	Si	6.35	0.18
Al ₂ O ₃	11.81	0.36	Al	6.25	0.19
Fe ₂ O ₃	9.58	0.29	Fe	6.70	0.20
ZrO ₂	6.10	0.02	Zr	4.52	0.01
CaO	4.12	0.21	Ca	2.94	0.15
MgO	3.63	0.21	Mg	2.19	0.13
Na ₂ O	2.92	0.18	Na	2.17	0.14
V ₂ O ₅	1.14	0.01	V	0.638	0.007
NiO	1.02	0.01	Ni	0.804	0.009
MnO	0.637	0.009	Mn	0.493	0.007
S	0.524	0.026	S	0.524	0.026
Cr ₂ O ₃	0.412	0.008	Cr	0.282	0.006
HfO ₂	0.134	0.007	Hf	0.114	0.006
K ₂ O	0.112	0.006	K	0.0931	0.0049
Yb ₂ O ₃	0.028	0.010	Yb	0.0242	0.0089
MoO ₃	0.0202	0.0050	Mo	0.0135	0.0033

Tabelle 14-36: Zusammensetzung der Schlacke bei der Reduktion mit einem unterstöchiometrischen Kohlenstoffgehalt bei 1.700 °C und einer Haltedauer von 10 min (Erzstaub 1)

Mess Program : UniQuant

Compound	wt%	StdErr	El	weight%	StdErr
TiO ₂	46.56	0.13	Ti	27.91	0.08
SiO ₂	17.02	0.42	Si	7.96	0.19
Al ₂ O ₃	15.40	0.40	Al	8.15	0.21
Na ₂ O	6.07	0.26	Na	4.50	0.19
MgO	4.60	0.23	Mg	2.77	0.14
CaO	3.38	0.19	Ca	2.42	0.14
Fe ₂ O ₃	2.66	0.16	Fe	1.86	0.11
ZrO ₂	1.29	0.01	Zr	0.953	0.005
V ₂ O ₅	1.15	0.01	V	0.647	0.007
MnO	0.865	0.011	Mn	0.670	0.009
NiO	0.348	0.004	Ni	0.274	0.003
S	0.287	0.014	S	0.287	0.014
Cr ₂ O ₃	0.211	0.006	Cr	0.144	0.004
K ₂ O	0.0718	0.0038	K	0.0596	0.0032
HfO ₂	0.0258	0.0026	Hf	0.0219	0.0022

Tabelle 14-37: Zusammensetzung der Schlacke bei der Reduktion mit einem unterstöchiometrischen Kohlenstoffgehalt bei 1.700 °C und einer Haltedauer von 20 min (Erzstaub 1)

Mess Program : UniQuant

Compound	wt%	StdErr	El	weight%	StdErr
TiO ₂	40.23	0.13	Ti	24.12	0.08
SiO ₂	15.34	0.40	Si	7.17	0.19
Fe ₂ O ₃	14.68	0.35	Fe	10.27	0.24
Al ₂ O ₃	13.87	0.38	Al	7.34	0.20
Na ₂ O	4.94	0.24	Na	3.67	0.18
MgO	4.41	0.23	Mg	2.66	0.14
CaO	2.86	0.18	Ca	2.04	0.13
V ₂ O ₅	1.18	0.01	V	0.664	0.006
ZrO ₂	0.929	0.006	Zr	0.688	0.004
MnO	0.632	0.008	Mn	0.490	0.006
NiO	0.307	0.004	Ni	0.241	0.003
S	0.250	0.012	S	0.250	0.012
Cr ₂ O ₃	0.211	0.005	Cr	0.145	0.004
K ₂ O	0.0572	0.0030	K	0.0475	0.0025
HfO ₂	0.0282	0.0028	Hf	0.0239	0.0024

Tabelle 14-38: Zusammensetzung der Schlacke bei der Reduktion mit einem unterstöchiometrischen Kohlenstoffgehalt bei 1.700 °C und einer Haltedauer von 30 min (Erzstaub 1)

Mess Program : UniQuant

Compound	wt%	StdErr	El	weight%	StdErr
TiO ₂	43.50	0.13	Ti	26.08	0.08
Fe ₂ O ₃	19.32	0.39	Fe	13.51	0.27
SiO ₂	11.90	0.36	Si	5.57	0.17
Al ₂ O ₃	10.76	0.34	Al	5.70	0.18
CaO	3.60	0.20	Ca	2.58	0.14
MgO	3.38	0.20	Mg	2.04	0.12
Na ₂ O	2.14	0.16	Na	1.59	0.12
ZrO ₂	1.93	0.01	Zr	1.43	0.01
V ₂ O ₅	1.31	0.01	V	0.733	0.007
MnO	0.669	0.009	Mn	0.518	0.007
NiO	0.545	0.007	Ni	0.428	0.006
S	0.371	0.019	S	0.371	0.019
Cr ₂ O ₃	0.340	0.008	Cr	0.232	0.005
K ₂ O	0.0694	0.0037	K	0.0576	0.0031
HfO ₂	0.0427	0.0050	Hf	0.0362	0.0042
Co ₃ O ₄	0.0224	0.0029	Co	0.0164	0.0022
SrO	0.0202	0.0018	Sr	0.0171	0.0015

Tabelle 14-39: Zusammensetzung der Schlacke bei der Reduktion mit einem stöchiometrischen Kohlenstoffgehalt bei 1.500 °C und einer Haltedauer von 10 min (Erzstaub 2)

Mess Program : UniQuant

Compound	wt%	StdErr	El	weight%	StdErr
Fe2O3	69.83	0.45	Fe	48.84	0.31
TiO2	13.93	0.09	Ti	8.35	0.06
Al2O3	4.71	0.24	Al	2.49	0.12
SiO2	3.76	0.21	Si	1.76	0.10
Na2O	2.46	0.17	Na	1.82	0.13
MgO	2.00	0.16	Mg	1.21	0.09
ZrO2	1.07	0.01	Zr	0.790	0.006
CaO	0.499	0.053	Ca	0.357	0.038
Cr2O3	0.399	0.007	Cr	0.273	0.005
V2O5	0.340	0.005	V	0.190	0.003
S	0.339	0.017	S	0.339	0.017
MnO	0.279	0.005	Mn	0.216	0.004
NiO	0.132	0.005	Ni	0.103	0.004
K2O	0.0580	0.0031	K	0.0481	0.0026
Co3O4	0.0533	0.0049	Co	0.0391	0.0036
ZnO	0.0299	0.0025	Zn	0.0240	0.0020
CuO	0.0243	0.0025	Cu	0.0194	0.0020
HfO2	0.0236	0.0082	Hf	0.0200	0.0069
Pr6O11	0.0221	0.0089	Pr	0.0183	0.0074

Tabelle 14-40: Zusammensetzung der Schlacke bei der Reduktion mit einem stöchiometrischen Kohlenstoffgehalt bei 1.500 °C und einer Haltedauer von 20 min (Erzstaub 2)

Mess Program : UniQuant

Compound	wt%	StdErr	El	weight%	StdErr
Fe2O3	40.22	0.48	Fe	28.13	0.34
TiO2	34.49	0.13	Ti	20.68	0.08
Al2O3	7.01	0.28	Al	3.71	0.15
SiO2	6.02	0.26	Si	2.82	0.12
Na2O	5.03	0.24	Na	3.73	0.18
MgO	2.82	0.18	Mg	1.70	0.11
V2O5	0.835	0.010	V	0.468	0.006
ZrO2	0.794	0.007	Zr	0.588	0.005
Cr2O3	0.768	0.014	Cr	0.525	0.009
MnO	0.748	0.010	Mn	0.580	0.008
CaO	0.694	0.074	Ca	0.496	0.053
S	0.273	0.014	S	0.273	0.014
NiO	0.100	0.004	Ni	0.0788	0.0031
K2O	0.0728	0.0039	K	0.0604	0.0032
Co3O4	0.0391	0.0030	Co	0.0287	0.0022

Tabelle 14-41: Zusammensetzung der Schlacke bei der Reduktion mit einem stöchiometrischen Kohlenstoffgehalt bei 1.500 °C und einer Haltedauer von 30 min (Erzstaub 2)

Mess Program : UniQuant

Compound	wt%	StdErr	El	weight%	StdErr
TiO ₂	55.75	0.13	Ti	33.42	0.08
Fe ₂ O ₃	13.07	0.33	Fe	9.14	0.23
Al ₂ O ₃	9.46	0.32	Al	5.01	0.17
SiO ₂	6.79	0.28	Si	3.17	0.13
MgO	3.94	0.22	Mg	2.38	0.13
Na ₂ O	3.69	0.21	Na	2.73	0.15
ZrO ₂	2.28	0.01	Zr	1.69	0.01
MnO	1.37	0.02	Mn	1.06	0.01
CaO	1.23	0.12	Ca	0.877	0.084
V ₂ O ₅	1.01	0.01	V	0.566	0.008
Cr ₂ O ₃	0.885	0.016	Cr	0.605	0.011
S	0.222	0.011	S	0.222	0.011
NiO	0.103	0.004	Ni	0.0809	0.0030
K ₂ O	0.0897	0.0047	K	0.0745	0.0039
HfO ₂	0.0463	0.0046	Hf	0.0393	0.0039

Tabelle 14-42: Zusammensetzung der Schlacke bei der Reduktion mit einem stöchiometrischen Kohlenstoffgehalt bei 1.600 °C und einer Haltedauer von 10 min (Erzstaub 2)

Mess Program : UniQuant

Compound	wt%	StdErr	El	weight%	StdErr
TiO ₂	60.96	0.13	Ti	36.54	0.08
Al ₂ O ₃	12.89	0.37	Al	6.82	0.20
SiO ₂	8.62	0.31	Si	4.03	0.15
MgO	5.63	0.26	Mg	3.39	0.15
Na ₂ O	3.39	0.20	Na	2.51	0.15
Fe ₂ O ₃	3.20	0.17	Fe	2.24	0.12
MnO	1.32	0.01	Mn	1.02	0.01
ZrO ₂	1.14	0.01	Zr	0.845	0.005
CaO	1.04	0.11	Ca	0.743	0.078
Cr ₂ O ₃	0.604	0.011	Cr	0.413	0.007
V ₂ O ₅	0.589	0.016	V	0.330	0.009
S	0.257	0.013	S	0.257	0.013
NiO	0.228	0.004	Ni	0.179	0.003
K ₂ O	0.0524	0.0028	K	0.0435	0.0023
HfO ₂	0.0208	0.0034	Hf	0.0176	0.0028

Tabelle 14-43: Zusammensetzung der Schlacke bei der Reduktion mit einem stöchiometrischen Kohlenstoffgehalt bei 1.600 °C und einer Haltedauer von 20 min (Erzstaub 2)

Mess Program : UniQuant

Compound	wt%	StdErr	El	weight%	StdErr
TiO ₂	58.19	0.13	Ti	34.89	0.08
Al ₂ O ₃	12.63	0.37	Al	6.68	0.20
SiO ₂	8.80	0.31	Si	4.11	0.15
MgO	5.51	0.25	Mg	3.33	0.15
Fe ₂ O ₃	4.68	0.21	Fe	3.28	0.14
Na ₂ O	3.06	0.19	Na	2.27	0.14
CaO	1.90	0.15	Ca	1.36	0.10
MnO	1.36	0.02	Mn	1.05	0.01
ZrO ₂	1.21	0.01	Zr	0.896	0.006
Cr ₂ O ₃	0.691	0.012	Cr	0.473	0.008
V ₂ O ₅	0.600	0.015	V	0.336	0.009
NiO	0.564	0.007	Ni	0.443	0.005
S	0.550	0.027	S	0.550	0.027
K ₂ O	0.115	0.006	K	0.0954	0.0051
BaO	0.0205	0.0080	Ba	0.0184	0.0072

Tabelle 14-44: Zusammensetzung der Schlacke bei der Reduktion mit einem stöchiometrischen Kohlenstoffgehalt bei 1.600 °C und einer Haltedauer von 30 min (Erzstaub 2)

Mess Program : UniQuant

Compound	wt%	StdErr	El	weight%	StdErr
TiO ₂	55.68	0.13	Ti	33.38	0.08
Al ₂ O ₃	12.51	0.37	Al	6.62	0.19
SiO ₂	9.01	0.32	Si	4.21	0.15
Fe ₂ O ₃	6.53	0.24	Fe	4.56	0.17
MgO	5.68	0.26	Mg	3.43	0.15
Na ₂ O	2.49	0.17	Na	1.85	0.13
ZrO ₂	2.26	0.01	Zr	1.67	0.01
CaO	1.63	0.14	Ca	1.17	0.10
MnO	1.09	0.01	Mn	0.843	0.010
NiO	0.982	0.011	Ni	0.771	0.008
Cr ₂ O ₃	0.869	0.016	Cr	0.595	0.011
V ₂ O ₅	0.634	0.015	V	0.355	0.008
S	0.429	0.021	S	0.429	0.021
K ₂ O	0.0886	0.0047	K	0.0735	0.0039
HfO ₂	0.0482	0.0045	Hf	0.0409	0.0038

Tabelle 14-45: Zusammensetzung der Schlacke bei der Reduktion mit einem stöchiometrischen Kohlenstoffgehalt bei 1.700 °C und einer Haltedauer von 10 min (Erzstaub 2)

Mess Program : UniQuant

Compound	wt%	StdErr	El	weight%	StdErr
Fe2O3	36.26	0.47	Fe	25.36	0.33
SiO2	19.36	0.44	Si	9.05	0.21
TiO2	14.58	0.10	Ti	8.74	0.06
Al2O3	13.75	0.38	Al	7.28	0.20
ZrO2	4.41	0.01	Zr	3.27	0.01
Na2O	4.36	0.22	Na	3.24	0.17
MgO	3.07	0.19	Mg	1.85	0.12
Cr2O3	1.27	0.02	Cr	0.867	0.014
NiO	0.866	0.009	Ni	0.681	0.007
CaO	0.737	0.079	Ca	0.527	0.056
MnO	0.420	0.005	Mn	0.326	0.004
V2O5	0.407	0.005	V	0.228	0.003
S	0.165	0.008	S	0.165	0.008
HfO2	0.149	0.007	Hf	0.127	0.006
K2O	0.0800	0.0042	K	0.0664	0.0035
Co3O4	0.0450	0.0027	Co	0.0330	0.0020
CuO	0.0223	0.0019	Cu	0.0178	0.0015

Tabelle 14-46: Zusammensetzung der Schlacke bei der Reduktion mit einem stöchiometrischen Kohlenstoffgehalt bei 1.700 °C und einer Haltedauer von 20 min (Erzstaub 2)

Mess Program : UniQuant

Compound	wt%	StdErr	El	weight%	StdErr
Fe2O3	64.50	0.47	Fe	45.11	0.33
TiO2	19.41	0.11	Ti	11.64	0.06
Al2O3	6.43	0.27	Al	3.40	0.14
MgO	3.32	0.20	Mg	2.00	0.12
Cr2O3	1.71	0.02	Cr	1.17	0.02
NiO	1.69	0.01	Ni	1.33	0.01
SiO2	1.47	0.13	Si	0.686	0.062
CaO	0.396	0.042	Ca	0.283	0.030
V2O5	0.353	0.006	V	0.198	0.003
MnO	0.238	0.005	Mn	0.184	0.004
ZrO2	0.160	0.004	Zr	0.119	0.003
S	0.105	0.005	S	0.105	0.005
Co3O4	0.0565	0.0049	Co	0.0415	0.0036
Yb2O3	0.038	0.016	Yb	0.034	0.014
Na2O	0.0327	0.0089	Na	0.0243	0.0066
ZnO	0.0254	0.0024	Zn	0.0204	0.0020
CuO	0.0237	0.0026	Cu	0.0189	0.0021
MoO3	0.0228	0.0042	Mo	0.0152	0.0028

Tabelle 14-47: Zusammensetzung der Schlacke bei der Reduktion mit einem stöchiometrischen Kohlenstoffgehalt bei 1.700 °C und einer Haltedauer von 30 min (Erzstaub 2)

Mess Program : UniQuant

Compound	wt%	StdErr	El	weight%	StdErr
Fe2O3	60.46	0.48	Fe	42.28	0.34
TiO2	18.64	0.11	Ti	11.18	0.06
Al2O3	7.01	0.28	Al	3.71	0.15
NiO	3.11	0.02	Ni	2.44	0.02
MgO	2.76	0.18	Mg	1.66	0.11
CaO	2.20	0.16	Ca	1.57	0.11
SiO2	1.80	0.15	Si	0.842	0.069
Cr2O3	1.71	0.02	Cr	1.17	0.02
ZrO2	0.816	0.010	Zr	0.604	0.007
S	0.524	0.026	S	0.524	0.026
MnO	0.388	0.008	Mn	0.300	0.006
V2O5	0.315	0.007	V	0.176	0.004
Yb2O3	0.071	0.032	Yb	0.062	0.028
CuO	0.0455	0.0049	Cu	0.0363	0.0039
Na2O	0.030	0.010	Na	0.0226	0.0077
K2O	0.0295	0.0022	K	0.0245	0.0018
MoO3	0.0225	0.0076	Mo	0.0150	0.0050

Tabelle 14-48: Zusammensetzung der Schlacke bei der Reduktion mit einem unterstöchiometrischen Kohlenstoffgehalt bei 1.500 °C und einer Haltedauer von 10 min (Erzstaub 2)

Mess Program : UniQuant

Compound	wt%	StdErr	El	weight%	StdErr
Fe2O3	54.74	0.49	Fe	38.29	0.34
TiO2	23.95	0.12	Ti	14.36	0.07
Al2O3	7.26	0.29	Al	3.84	0.15
SiO2	4.45	0.23	Si	2.08	0.11
MgO	3.35	0.20	Mg	2.02	0.12
Na2O	3.28	0.19	Na	2.43	0.14
CaO	0.681	0.073	Ca	0.487	0.052
Cr2O3	0.571	0.010	Cr	0.391	0.007
MnO	0.458	0.006	Mn	0.355	0.005
V2O5	0.457	0.007	V	0.256	0.004
S	0.318	0.016	S	0.318	0.016
NiO	0.252	0.006	Ni	0.198	0.004
K2O	0.0704	0.0037	K	0.0584	0.0031
Co3O4	0.0589	0.0034	Co	0.0432	0.0025
ZrO2	0.0536	0.0023	Zr	0.0397	0.0017

Tabelle 14-49: Zusammensetzung der Schlacke bei der Reduktion mit einem unterstöchiometrischen Kohlenstoffgehalt bei 1.500 °C und einer Haltedauer von 20 min (Erzstaub 2)

Mess Program : UniQuant

Compound	wt%	StdErr	El	weight%	StdErr
TiO ₂	50.97	0.13	Ti	30.56	0.08
Fe ₂ O ₃	15.97	0.36	Fe	11.17	0.25
Al ₂ O ₃	10.68	0.34	Al	5.65	0.18
SiO ₂	7.31	0.29	Si	3.42	0.14
MgO	4.42	0.23	Mg	2.67	0.14
Na ₂ O	4.22	0.22	Na	3.13	0.16
ZrO ₂	2.07	0.01	Zr	1.53	0.01
MnO	1.13	0.01	Mn	0.877	0.011
V ₂ O ₅	1.06	0.01	V	0.595	0.008
Cr ₂ O ₃	1.00	0.02	Cr	0.687	0.012
CaO	0.743	0.079	Ca	0.532	0.057
NiO	0.149	0.004	Ni	0.117	0.003
S	0.106	0.005	S	0.106	0.005
K ₂ O	0.0603	0.0032	K	0.0501	0.0027
HfO ₂	0.0387	0.0036	Hf	0.0328	0.0031

Tabelle 14-50: Zusammensetzung der Schlacke bei der Reduktion mit einem unterstöchiometrischen Kohlenstoffgehalt bei 1.500 °C und einer Haltedauer von 30 min (Erzstaub 2)

Mess Program : UniQuant

Compound	wt%	StdErr	El	weight%	StdErr
TiO ₂	50.96	0.13	Ti	30.55	0.08
Al ₂ O ₃	15.42	0.40	Al	8.16	0.21
SiO ₂	11.42	0.35	Si	5.34	0.17
MgO	6.77	0.28	Mg	4.08	0.17
Na ₂ O	6.06	0.26	Na	4.50	0.19
Fe ₂ O ₃	3.44	0.18	Fe	2.40	0.12
ZrO ₂	2.08	0.01	Zr	1.54	0.01
MnO	1.24	0.01	Mn	0.961	0.011
CaO	1.12	0.11	Ca	0.799	0.080
Cr ₂ O ₃	0.510	0.009	Cr	0.349	0.006
V ₂ O ₅	0.416	0.013	V	0.233	0.007
S	0.271	0.014	S	0.271	0.014
NiO	0.100	0.003	Ni	0.0789	0.0022
K ₂ O	0.0827	0.0044	K	0.0686	0.0036
HfO ₂	0.0416	0.0029	Hf	0.0353	0.0025

Tabelle 14-51: Zusammensetzung der Schlacke bei der Reduktion mit einem unterstöchiometrischen Kohlenstoffgehalt bei 1.600 °C und einer Haltedauer von 10 min (Erzstaub 2)

Mess Program : UniQuant

Compound	wt%	StdErr	El	weight%	StdErr
TiO ₂	46.51	0.13	Ti	27.88	0.08
Fe ₂ O ₃	19.16	0.39	Fe	13.40	0.27
Al ₂ O ₃	13.29	0.38	Al	7.03	0.20
SiO ₂	7.64	0.29	Si	3.57	0.14
MgO	6.17	0.27	Mg	3.72	0.16
Na ₂ O	3.10	0.19	Na	2.30	0.14
CaO	0.935	0.100	Ca	0.669	0.071
MnO	0.737	0.010	Mn	0.571	0.007
Cr ₂ O ₃	0.591	0.011	Cr	0.404	0.007
NiO	0.503	0.006	Ni	0.395	0.005
V ₂ O ₅	0.485	0.012	V	0.271	0.007
ZrO ₂	0.483	0.005	Zr	0.358	0.004
S	0.276	0.014	S	0.276	0.014
K ₂ O	0.0385	0.0020	K	0.0320	0.0017
Co ₃ O ₄	0.0244	0.0023	Co	0.0179	0.0017

Tabelle 14-52: Zusammensetzung der Schlacke bei der Reduktion mit einem unterstöchiometrischen Kohlenstoffgehalt bei 1.600 °C und einer Haltedauer von 20 min (Erzstaub 2)

Mess Program : UniQuant

Compound	wt%	StdErr	El	weight%	StdErr
TiO ₂	55.02	0.13	Ti	32.99	0.08
SiO ₂	13.16	0.38	Si	6.15	0.18
Al ₂ O ₃	11.30	0.35	Al	5.98	0.19
Fe ₂ O ₃	6.87	0.25	Fe	4.80	0.17
MgO	5.11	0.24	Mg	3.08	0.15
Na ₂ O	2.55	0.17	Na	1.89	0.13
ZrO ₂	1.76	0.01	Zr	1.31	0.01
CaO	1.16	0.11	Ca	0.829	0.082
MnO	1.03	0.01	Mn	0.799	0.010
Cr ₂ O ₃	0.695	0.012	Cr	0.476	0.009
V ₂ O ₅	0.523	0.015	V	0.293	0.008
NiO	0.343	0.005	Ni	0.270	0.004
S	0.270	0.013	S	0.270	0.013
K ₂ O	0.0570	0.0030	K	0.0473	0.0025
HfO ₂	0.0391	0.0038	Hf	0.0332	0.0032
ZnO	0.0229	0.0019	Zn	0.0184	0.0015

Tabelle 14-53: Zusammensetzung der Schlacke bei der Reduktion mit einem unterstöchiometrischen Kohlenstoffgehalt bei 1.600 °C und einer Haltedauer von 30 min (Erzstaub 2)

Mess Program : UniQuant

Compound	wt%	StdErr	El	weight%	StdErr
TiO ₂	53.71	0.13	Ti	32.20	0.08
Al ₂ O ₃	15.41	0.40	Al	8.15	0.21
SiO ₂	9.34	0.32	Si	4.37	0.15
MgO	7.43	0.29	Mg	4.48	0.18
Fe ₂ O ₃	6.04	0.23	Fe	4.22	0.16
Na ₂ O	2.75	0.18	Na	2.04	0.13
ZrO ₂	1.43	0.01	Zr	1.06	0.01
CaO	0.99	0.11	Ca	0.709	0.075
MnO	0.811	0.011	Mn	0.628	0.008
Cr ₂ O ₃	0.606	0.011	Cr	0.415	0.007
V ₂ O ₅	0.540	0.014	V	0.303	0.008
NiO	0.515	0.006	Ni	0.405	0.004
S	0.274	0.014	S	0.274	0.014
K ₂ O	0.0363	0.0019	K	0.0301	0.0016
HfO ₂	0.0296	0.0028	Hf	0.0251	0.0024

Tabelle 14-54: Zusammensetzung der Schlacke bei der Reduktion mit einem unterstöchiometrischen Kohlenstoffgehalt bei 1.700 °C und einer Haltedauer von 10 min (Erzstaub 2)

Mess Program : UniQuant

Compound	wt%	StdErr	El	weight%	StdErr
TiO ₂	42.22	0.13	Ti	25.31	0.08
Fe ₂ O ₃	27.78	0.44	Fe	19.43	0.31
Al ₂ O ₃	9.94	0.33	Al	5.26	0.18
SiO ₂	8.45	0.31	Si	3.95	0.14
MgO	4.37	0.23	Mg	2.64	0.14
CaO	2.11	0.15	Ca	1.51	0.11
Cr ₂ O ₃	0.892	0.016	Cr	0.610	0.011
MnO	0.855	0.011	Mn	0.662	0.009
NiO	0.799	0.009	Ni	0.628	0.007
Na ₂ O	0.709	0.077	Na	0.526	0.057
ZrO ₂	0.681	0.007	Zr	0.504	0.005
S	0.545	0.027	S	0.545	0.027
V ₂ O ₅	0.421	0.012	V	0.236	0.007
K ₂ O	0.0745	0.0039	K	0.0618	0.0033
Co ₃ O ₄	0.0309	0.0033	Co	0.0227	0.0024
HfO ₂	0.0212	0.0057	Hf	0.0180	0.0049

Tabelle 14-55: Zusammensetzung der Schlacke bei der Reduktion mit einem unterstöchiometrischen Kohlenstoffgehalt bei 1.700 °C und einer Haltedauer von 20 min (Erzstaub 2)

Mess Program : UniQuant

Compound	wt%	StdErr	El	weight%	StdErr
TiO ₂	51.33	0.13	Ti	30.78	0.08
Fe ₂ O ₃	17.38	0.37	Fe	12.15	0.26
Al ₂ O ₃	11.26	0.35	Al	5.96	0.19
SiO ₂	5.47	0.25	Si	2.56	0.12
MgO	5.41	0.25	Mg	3.27	0.15
CaO	2.69	0.17	Ca	1.93	0.12
ZrO ₂	1.81	0.01	Zr	1.34	0.01
MnO	0.862	0.011	Mn	0.668	0.009
NiO	0.825	0.009	Ni	0.648	0.007
Cr ₂ O ₃	0.781	0.014	Cr	0.534	0.010
Na ₂ O	0.752	0.082	Na	0.558	0.061
S	0.663	0.033	S	0.663	0.033
V ₂ O ₅	0.478	0.014	V	0.268	0.008
K ₂ O	0.0899	0.0048	K	0.0746	0.0040
HfO ₂	0.0340	0.0060	Hf	0.0288	0.0051
BaO	0.0262	0.0092	Ba	0.0235	0.0082
Yb ₂ O ₃	0.023	0.010	Yb	0.0200	0.0090
SrO	0.0214	0.0022	Sr	0.0181	0.0018

Tabelle 14-56: Zusammensetzung der Schlacke bei der Reduktion mit einem unterstöchiometrischen Kohlenstoffgehalt bei 1.700 °C und einer Haltedauer von 30 min (Erzstaub 2)

Mess Program : UniQuant

Compound	wt%	StdErr	El	weight%	StdErr
TiO ₂	42.89	0.13	Ti	25.71	0.08
Fe ₂ O ₃	30.21	0.45	Fe	21.13	0.31
Al ₂ O ₃	10.44	0.34	Al	5.53	0.18
MgO	5.23	0.25	Mg	3.16	0.15
SiO ₂	5.15	0.25	Si	2.41	0.11
ZrO ₂	1.74	0.01	Zr	1.29	0.01
CaO	1.26	0.12	Ca	0.902	0.085
Cr ₂ O ₃	0.685	0.012	Cr	0.469	0.008
NiO	0.632	0.008	Ni	0.497	0.006
MnO	0.502	0.008	Mn	0.389	0.006
V ₂ O ₅	0.499	0.012	V	0.279	0.007
S	0.275	0.014	S	0.275	0.014
Na ₂ O	0.272	0.030	Na	0.202	0.022
HfO ₂	0.0612	0.0051	Hf	0.0519	0.0044
K ₂ O	0.0297	0.0016	K	0.0247	0.0013
Co ₃ O ₄	0.0294	0.0033	Co	0.0216	0.0024