




Lehrstuhl für Thermoprozesstechnik

Masterarbeit



Staubexplosionscharakteristiken des
Eisens und seiner Oxide

Florian Neumeister, BSc

Juli 2023

Masterarbeit

Staubexplosionscharakteristiken des Eisens und seiner Oxide

erstellt am

Lehrstuhl für Thermoprozesstechnik

Vorgelegt von:

Florian NEUMEISTER

01601225

Betreuer:

Dipl.-Ing. Michael Hohenberger

Univ.-Prof. Dipl.-Ing. Dr.techn. Harald Raupenstrauch

Leoben, Juli 2023



EIDESSTÄTLICHE ERKLÄRUNG

Ich erkläre an Eides statt, dass ich diese Arbeit selbständig verfasst, andere als die angegebenen Quellen und Hilfsmittel nicht benutzt, und mich auch sonst keiner unerlaubten Hilfsmittel bedient habe.

Ich erkläre, dass ich die Richtlinien des Senats der Montanuniversität Leoben zu "Gute wissenschaftliche Praxis" gelesen, verstanden und befolgt habe.

Weiters erkläre ich, dass die elektronische und gedruckte Version der eingereichten wissenschaftlichen Abschlussarbeit formal und inhaltlich identisch sind.

Datum 20.07.2023

Unterschrift Verfasser/in
Florian Neumeister

Kurzfassung

Eisenstaub gehört zu den weniger reaktiven Metallstäuben, trotzdem ist eine Eisenstaubexplosion möglich. Durch die fortschreitende Entwicklung von DRI (*Direct Reduced Iron*) Verfahren in der Stahlindustrie steigt das Interesse an der Erforschung des Staubexplosionsverhaltens des Produktes, dem Eisenschwamm. Staubexplosionen unterliegen einer Vielzahl von Einflussparametern, welche naturgemäß bei weniger reaktiven Stäuben mehr zu tragen kommen.

In dieser Arbeit wurden Staubmischungen verwendet, um den Einfluss von Korngrößenverteilung, Eisenoxidgehalt und Zündenergie auf den Explosionsüberdruck, die Druckanstiegsgeschwindigkeit und auf die Ausprägung der sekundären Beschleunigung experimentell zu untersuchen. Diese Untersuchungen wurden in der 20l-Apparatur unter Verwendung von geeigneten chemischen Zündern und einer Staubkonzentration von $1250\text{g} \cdot \text{m}^{-3}$ durchgeführt. Die Auswertung erfolgte mittels Korrelationsanalyse, es wurden die Messdaten und die, mittels selbst erstelltem *python*-Skript berechneten, Ergebnisse analysiert.

Festgestellt werden konnte ein starker positiver Zusammenhang zwischen der Korngrößenverteilung und dem Explosionsdruck. Der Einfluss der Eisenoxidgehalte (Fe_2O_3 und Fe_3O_4) auf den Explosionsüberdruck, die Druckanstiegsgeschwindigkeit und auf die Ausprägung der sekundären Beschleunigung waren unterschiedlich groß. Zudem wurde festgestellt, dass die Beimischung von Eisenoxid aufgrund lokaler Konzentrationsschwankungen nicht unbedingt die Explosionskenngrößen senken.

Abstract

Iron dust belongs to the less reactive metal dusts, but an iron dust explosion is still possible. With the advancing development of Direct Reduced Iron (DRI) processes in the steel industry, there is an increasing interest in studying the dust explosion behaviour of the product. Dust explosions are influenced by various parameters, which naturally have a greater impact on less reactive dusts.

In this study, dust mixtures were used to experimentally investigate the influence of particle size distribution, iron oxide content, and ignition energy on the explosion overpressure, the rate of pressure rise, and the occurrence of secondary acceleration. These investigations were conducted in a 20-liter apparatus using suitable chemical igniters and a dust concentration of $1250\text{g} * \text{m}^{-3}$. The evaluation was performed using correlation analysis, analysing the measurement data and the results calculated using a self-developed python script.

The following findings were obtained: a strong positive correlation between particle size distribution and explosion overpressure was observed. The influence of iron oxide content (Fe_2O_3 and Fe_3O_4) on explosion overpressure, rate of pressure rise, and the occurrence of secondary acceleration varied significantly. Furthermore, it was found that the addition of iron oxides does not necessarily reduce the explosion characteristics due to local concentration fluctuations.

Inhaltsverzeichnis

Inhaltsverzeichnis	I
Abbildungsverzeichnis	III
Tabellenverzeichnis	VI
Abkürzungen	VII
1 Einleitung	1
2 Theorie	3
2.1 Staubexplosionen	3
2.1.1 Staub	3
2.1.2 Explosion, Deflagration, Detonation	6
2.1.3 Voraussetzung für eine (Staub-) Explosion	8
2.1.4 Allgemeine Staubexplosion	9
2.1.5 Allgemeine Metallstaubexplosion	12
2.1.6 Eisenstaub	13
2.2 Sicherheitstechnische Kenngrößen für Staub	15
2.2.1 Explosionsgrenzen	16
2.2.2 Mindestzündenergie	16
2.2.3 Sauerstoffgrenzkonzentration	16
2.2.4 Maximaler Explosionsdruck und maximale Druckanstiegs-geschwindigkeit.....	17
2.2.5 Sekundäre Beschleunigung	19
2.3 20-Liter Apparatur	21
2.3.1 Chemischer Zünder	23
2.3.2 Alternative Zündung	24

2.4	Korrelationsanalyse	25
2.4.1	Skalen	25
2.4.2	Korrelationskoeffizienten	26
3	Versuchsdurchführung	28
3.1	Proben	30
3.1.1	Herstellung der verwendeten Staubarten	38
3.1.2	Eisenoxidgehalte	42
3.1.3	Versuchsumfang	43
3.2	Versuchsablauf	44
4	Auswertungsmethodik	45
4.1	<i>Python</i> -Programme	45
4.1.1	Programm für die Messwertauswertung	45
4.1.2	Programm für die Korrelationsanalyse	48
4.2	Ergebnisse	50
4.2.1	Druckverlauf	51
4.2.2	Korrelationskoeffizienten	52
5	Ergebnisdiskussion	57
5.1	Starke Einflüsse	57
5.2	Mittlere Einflüsse	61
5.3	Schwache Einflüsse	63
5.4	Sonstige Beobachtungen	65
5.5	Fehlerquellen	69
6	Schlussfolgerungen und Ausblick	73
	Literaturverzeichnis	i

Abbildungsverzeichnis

Abbildung 1: Verbrennungsdreieck, Bedingungen für einen Brand	8
Abbildung 2: Explosionspentagon, Voraussetzungen für eine Staubexplosion	9
Abbildung 3: Anteile der verschiedenen Zündquellen beteiligt an den weltweiten Staubexplosionen im industriellen Umfeld [9]	10
Abbildung 4: Anteile der verschiedenen Materialien an den weltweiten Staubexplosionen[9]	11
Abbildung 5: Aufbau der oxidischen Oberfläche eines verbrennenden Eisenpartikels (angelehnt an [9])	14
Abbildung 6: Beispiel für einen Druckverlauf, beschränkt auf den, für die Auswertung relevanten, positiven gemessenen Druck, Druckverlauf der Probe A1002.....	18
Abbildung 7: Beispiel für einen Druckverlauf mit sekundärer Beschleunigung, eingeteilt in Phasen, Druckverlauf der Probe A1051	19
Abbildung 8: Schematischer Aufbau der 20l Apparatur [1].....	22
Abbildung 9: Ergebnis der Partikelanalyse Eisenstaub "CUT"	31
Abbildung 10: Ergebnis der Partikelanalyse Eisenstaub "S30"	31
Abbildung 11: Ergebnis der Partikelanalyse Eisenoxid "Rot"	32
Abbildung 12: Ergebnis der Partikelanalyse Eisenoxid "Schwarz"	32
Abbildung 13: REM-Aufnahme "CUT" 1mm.....	34
Abbildung 14: REM-Aufnahme "CUT" 400µm.....	34

Abbildung 15: REM-Aufnahme "S30" 1mm.....	35
Abbildung 16: REM-Aufnahme "S30" 400µm.....	35
Abbildung 17: REM-Aufnahme "Eisenoxid Rot" 1mm	36
Abbildung 18: REM-Aufnahme "Eisenoxid Rot" 400µm	36
Abbildung 19: REM-Aufnahme "Eisenoxid Schwarz" 1mm	37
Abbildung 20: REM-Aufnahme "Eisenoxid Schwarz" 400µm	37
Abbildung 21: Vergleich der Druckverläufe ausgewählter Proben der Versuche mit Staub B und 2kJ und dem Druckverlauf des 2kJ Zünders	50
Abbildung 22: Beispiel für die Bewertung der Ausprägung der sekundären Beschleunigung	51
Abbildung 23: Streudiagramm Druckanstiegsgeschwindigkeit vs. Druck	53
Abbildung 24: Streudiagramm Ausprägung der sekundären Beschleunigung vs. Staubart...55	55
Abbildung 25: Streudiagramm Druckanstiegsgeschwindigkeit vs. Staubart	55
Abbildung 26: Einfluss der Korngrößenverteilung und Zündenergie auf den Druckverlauf. ...58	58
Abbildung 27: Einfluss der lokalen Bedingungen auf den Druckverlauf	59
Abbildung 28: Vergleich von Druckverläufen mit unterschiedlichen Druckanstiegsgeschwindigkeiten im Hinblick auf den maximalen Druck.....	60
Abbildung 29: Einfluss der Druckanstiegsgeschwindigkeit auf die Ausprägung der sekundären Beschleunigung.....	61
Abbildung 30: Einfluss des Fe3O4-Gehalts auf die Ausprägung der sekundären Beschleunigung.....	62
Abbildung 31: Einfluss des Fe2O3 –Gehalts auf die Ausprägung der sekundären Beschleunigung und den maximalen Druck, gemessen mit 10kJ.....	63
Abbildung 32: Einfluss des Fe2O3 –Gehalts auf die Ausprägung der sekundären Beschleunigung und den maximalen Druck, gemessen mit 2kJ.....	64
Abbildung 33: Einfluss der verschiedenen Eisenoxidgehalte auf die Ausprägung der sekundären Beschleunigung.....	65
Abbildung 34: Vergleich unterschiedlich schnell ablaufender Reaktionen.....	66
Abbildung 35: Vergleich der Druckverläufe von reinem Eisenstaub mit einer Probe mit hohem Eisenoxidanteil	67

Abbildung 36: Druckverlauf A0240, zusätzliche Phase im Druckverlauf, Phase IV68

Abbildung 37: Innenansicht der gereinigten Apparatur70

Abbildung 38: Probe mit 10m% "Eisenoxid Rot" Klümpchen72

Abbildung 39: Das Innere der Apparatur nach einem Versuch mit 10m% "Eisenoxid Rot" ...72

Tabellenverzeichnis

Tabelle 2-1: Allgemeine Partikeleigenschaften und Einflüsse auf die Explosion	4
Tabelle 2-2: Definition der Explosionsarten [11].....	7
Tabelle 2-3: Adiabatische Flammentemperaturen einiger Metallstäube [16]	13
Tabelle 2-4: Auszug von Sicherheitskennzahlen für Eisen und Eisenschwamm aus der GESTIS-Staub-Ex Datenbank	15
Tabelle 2-5: Einteilung der Staubexplosionsklassen mittels KSt-Wert [8]	17
Tabelle 2-6: Zusammenfassung der Eigenschaften der verschiedenen Skalenarten [26]	26
Tabelle 2-7: Überblick der Korrelationsberechnungsarten bei unterschiedlich skalierten Parametern [29].....	27
Tabelle 3-1: Ergebnisse der Feuchtemessung bei 100°C und 220Torr	33
Tabelle 3-2: Elementverteilungs-Summenspektrum "CUT".....	34
Tabelle 3-3: Elementverteilungs-Summenspektrum "S30".....	35
Tabelle 3-4: Elementverteilungs-Summenspektrum „Eisenoxid Rot“	36
Tabelle 3-5: Elementverteilungs-Summenspektrum „Eisenoxid Schwarz“	37
Tabelle 3-6: Verfügbare Massen der Stäube für die Mischung des Staubes A	40
Tabelle 3-7: Korngrößenzusammensetzung Staub A	40
Tabelle 3-8 Korngrößenzusammensetzung Staub B	41
Tabelle 3-9: Auszug zu den einzelnen Staubprobenzusammensetzungen	42

Tabelle 3-10: Überblick über den Versuchsumfang	43
Tabelle 3-11: Überblick über den Umfang der Vorversuche.....	43
Tabelle 4-1: Übersicht der Funktionen im Programm "Test_Analyses.py"	46
Tabelle 4-2 Übersicht der Funktionen im Programm "Korrelationen.py"	48
Tabelle 4-3: Bewertung der Ausprägung der sekundären Beschleunigung am Beispiel dreier Versuche in Abbildung 22.....	51
Tabelle 4-4: Ergebnisse der Skalenniveaubestimmung und der Überprüfung der Verteilung der Parameter	52
Tabelle 4-5: Theoretische Bewertung der Zusammenhänge.....	54
Tabelle 4-6: Ergebnis der Berechnung des Korrelationskoeffizienten	56

Abkürzungen

z.B.	zum Beispiel
usw.	und so weiter
ggf.	gegebenenfalls
<i>bara</i>	Absolutdruck (<i>absolute</i>)
<i>bar_g</i>	Überdruck (<i>gauge</i>)
<i>m%</i>	Massenprozent

1 Einleitung

Die Energiewende stellt die Industrie vor große Herausforderungen, insbesondere in Bezug auf die Reduktion von fossilen Kohlenstoffträgern. Die Stahlindustrie spielt dabei eine entscheidende Rolle, da sie für 10% der weltweiten CO_2 -Emissionen verantwortlich ist [1]. Über die Hochofenroute werden rund 90% des weltweiten Primärstahls produziert, 10% des Primärstahls werden heute mittels direkter Reduktion hergestellt [2]. Bei der heutigen Direktreduktion wird meist fossiles Erdgas eingesetzt. Um die, bei der Rohstahlproduktion entstehenden, Emissionen zu reduzieren, wird die direkte Reduktion von Eisenerz mit grünem Wasserstoff als vielversprechende Möglichkeit angesehen. Der Umbau von einem der vier Hochöfen im Hüttenwerk der *Thyssenkrupp Steel Europe AG* in Duisburg in eine Direktreduktionsanlage wird von der EU mit 2Mdr€ gefördert [3]. Allerdings stellt die Herstellung großer Mengen an grünem Wasserstoff über erneuerbare Quellen eine Herausforderung dar. Für die Herstellung 1t Rohstahl werden rund 1900kWh Wasserstoff benötigt [2], das würde einen Bedarf für die Rohstahlproduktion in Österreich (7,884Mio t 2021 [4]) von rund 15TWh Wasserstoff ergeben. Die Elektrolyse von grünem Wasserstoff benötigt grüne elektrische Energie, diese müsste daher aus erneuerbaren Quellen stammen, welche jedoch im einigermaßen politisch stabilen Europa begrenzt sind. Das entstehende Produkt, der sogenannte Eisenschwamm, wird mittels z.B. Elektrolichtbogenofen zu Stahl weiterverarbeitet.

Der Transport von Eisenschwamm findet meist in Form von Pellets statt, um eine gute Förderfähigkeit zu gewährleisten. Durch den Transport und die Handhabung der Briketts kommt es unweigerlich zu Abrieb, was zwangsläufig zu einer erhöhten Menge an eisenbasiertem Feinstaub führt. Eisenstaub kann eine erhebliche Explosionsgefahr darstellen, wie die *Flash Fires* in der Hoeganaes Corporation in Tennessee gezeigt haben. In dieser Produktionsstätte werden Stahl- und Eisenpulver hergestellt, dabei kam es zu zwei Zwischenfällen mit Eisenstaub die zu einem *Flash Fire* geführt haben, sowie zu einem weiteren Störfall, bei dem eine Wasserstoffexplosion zu einem Eisen *Flash Fire* führte [5].

Grundsätzlich zählt Eisenstaub jedoch zu den weniger reaktiven Metallstäuben, deshalb ergibt sich der Umstand, dass die im Labor ermittelten sicherheitstechnischen Kenngrößen im unteren Bereich liegen z.B. Staubexplosionsklasse 1. Da Eisenschwamm immer gewisse Anteile an Oxiden aufweist, liegt die Annahme nahe, dass er eine noch geringere Reaktivität aufweist.

Im Rahmen des FFG geförderten Forschungsprojektes „DRI-Ver“, zur Bestimmung von Sicherheitskennwerten für Eisenschwamm am Lehrstuhl für Thermoprozesstechnik der Montanuniversität Leoben, sind zwei Phänomene aufgefallen. Das erste Phänomen betrifft die maximale Druckanstiegsgeschwindigkeit, welche jedenfalls zu Beginn, der des chemischen Zünders in der 20-Liter-Apparatur entspricht (Theorie dazu siehe Kapitel 2.3). Auf dieses Phänomen soll in dieser Arbeit nicht weiter eingegangen werden, vermutlich ist jedoch der Druckanstieg des Staubes dermaßen gering, dass jene des Zünders überwiegt. Das zweite Phänomen betrifft den untypisch ansteigenden Explosionsdruck im Versuch, der eine weitere Druckanstiegsphase aufweist, die bei anderen Stäuben nicht zu beobachten ist. Im Zuge der Literaturrecherche zu diesen Beobachtungen ist die die Arbeit von Guo, Y., et al. [6] aufgefallen, in der reiner Eisenstaub und Mischungen von Eisen und Eisenoxiden untersucht worden sind, dabei konnten die gleichen Beobachtungen zum zweiten Phänomen gemacht werden.

Daraus ergibt sich die Problemstellung dieser Arbeit: Welche Parameter beeinflussen den untypischen Explosionsdruckverlauf und in welchem Maße hängen diese Parameter miteinander zusammen? Das Ziel dieser Arbeit ist es, die Zusammenhänge zwischen den festgelegten Parametern zu untersuchen. Diese Parameter sind:

1. Korngrößenverteilung
2. Explosionsüberdruck
3. Druckanstiegsgeschwindigkeit
4. Oxidgehalt (Fe_2O_3 , Fe_3O_4)
5. Ausprägung der sekundären Beschleunigung
6. Zündenergie

Nach der Herstellung der Proben wird der jeweilige Staub in der 20l-Apparatur untersucht und die aufgezeichneten Messwerte in einem *python*-Programm ausgewertet. Anschließend werden die Zusammenhänge der Parameter zunächst mittels Streudiagrammen und einer Korrelationsanalyse rechnerisch beurteilt. Die Plausibilität und die Wirkrichtung werden anschließend diskutiert, um aussagekräftige Ergebnisse zu erhalten.

2 Theorie

In diesem Kapitel wird, das für die Bearbeitung der Problemstellung benötigte, theoretische Wissen erarbeitet und zusammengefasst. Zunächst wird ein Überblick über die Grundlagen zu Staubexplosionen gegeben, danach werden die wichtigsten sicherheitstechnischen Kennzahlen erörtert. Anschließend wird die 20l-Apparatur betrachtet und Grundlegendes zur Korrelationsanalyse vorgestellt.

2.1 Staubexplosionen

Im folgenden Unterkapitel werden unter anderem allgemeine Definitionen getätigt, sowie physikalische und chemische Voraussetzungen für Explosionen und bedeutende Vorgänge innerhalb der Eisenstaubexplosion beschrieben.

2.1.1 Staub

Die AUVA (Allgemeine Unfall und Versicherung Anstalt) definiert Staub und beschreibt dabei seine Eigenschaften wie folgt:

„Als Staub bezeichnet man feste Teilchen, die abhängig von ihrer Größe in Grob- und Feinstaub unterteilt werden.

Während die Grobstäube nur für kurze Zeit in der Luft verbleiben, können Feinstäube auch längere Zeit in der Atmosphäre verweilen und dort auch über große Strecken transportiert werden. Staub stammt sowohl aus natürlichen als auch aus industriellen Quellen.“ (AUVA, 2014)

Stäube können gezielt hergestellt werden oder entstehen als ungewünschtes Nebenprodukt. In der Industrie kommen Stäube daher sehr oft vor. Typische Industrien in denen Staub anfällt sind die Holz-, Kohle-, Lebensmittel-, Chemie-, Kunststoff- und Metallindustrie [8].

Die nachfolgenden Einflüsse auf die Explosion sind im Hinblick auf die Staubexplosion zu sehen. Staubexplosionen und Brände können in Dispersionen, genauer in einem Aerosol bestehend aus Staub und z.B. Luft, oder in Staubschichten auftreten. Neben den Eigenschaften des einzelnen Partikels wirken die Eigenschaften des Staubes als allgemeine Faktoren auf die Explosion. Ebenfalls ist die Atmosphäre, die den Staub umgibt, von Bedeutung. Wichtige Eigenschaften laut Lees' Loss Prevention [8] sind in der nachstehenden Tabelle 2-1 zusammengefasst.

Tabelle 2-1: Allgemeine Partikeleigenschaften und Einflüsse auf die Explosion

Allgemeine Eigenschaften der Partikel:	Allgemeine Einflussgrößen auf die Explosion:
Zusammensetzung des einzelnen Partikels	Chemische Zusammensetzung
Dichte	Korngröße
Partikelgeometrie	Feuchtegehalt
Oberflächenbeschaffenheit	Sauerstoffkonzentration
Feuchte	Anwesenheit inerter Gase
Schüttdichte/Konzentration	fester inerter Anteil im Staub
Strömungseigenschaften	

Zur genauen Beschreibung des einzelnen Partikels sind Merkmale wie Größe und Form nötig. Für die Beschreibung der Größe sind geometrische Abmessungen, statistische Längen, geometrische, sowie physikalische Äquivalenzdurchmesser und die spezifische Oberfläche zu verwenden. Es reicht meistens aus, die Form der Partikel in einer Verteilung als homogen anzunehmen, weiters ist es oft möglich die Partikel mit vereinfachten Formen wie z.B. Kugeln zu beschreiben. Für eine genauere Beschreibung bieten sich Formfaktoren an [9], dies ist aber im Zuge dieser Arbeit nicht notwendig.

Die Beschreibung der Korngrößenverteilung findet im Allgemeinen durch die, nach Größe mit den jeweils zugehörigen Mengen geordneten Mengenanteile, statt. Die Mengenart kann entweder die Partikelanzahl, die Anzahlverteilung, die Fläche oder das Volumen bzw. die Masse sein. Bei Partikelkollektiven, bei der die Stoffdichte unabhängig ihrer Größe und des Ortes ist, entspricht der Massenanteil dem Volumenanteil. Um die Verteilung einfach beschreiben zu können ist es möglich, Mittelwerte und spezielle Kennwerte der Verteilung anzugeben. Angegeben werden der Modalwert, die mittlere Partikelgröße, die spezifische Oberfläche, der Sauter Durchmesser, sowie der Medianwert (=50% Quantil). Der Medianwert wird am häufigsten verwendet, um die Verteilung anzugeben. Als Medianwert ist die Partikelgröße, die unterhalb der 50% der Partikelmenge liegt, definiert, zusätzlich muss die Mengenart angegeben werden. Der Medianwert sagt aber nichts über die restliche Verteilung und deren Form aus [9]. Die einzelnen Körner können körnig, flach, fasrig usw. sein. Das heißt, selbst innerhalb einer Staubprobe kann das geometrische Aussehen der Körner unterschiedlich sein. Staub ist damit meist keineswegs homogen, aber in der Praxis wird dieser Punkt durch Annahme einer Form vereinfacht. Auch wird oft, als Kennwert für den Vergleich von Korngrößenverteilungen verschiedener Stäube, in Bezug auf die Sicherheitskennzahlen, nur der Medianwert der Verteilung herangezogen [10].

Die Verteilung kann als Verteilungssumme und als Verteilungsdichtekurve dargestellt werden. Die Abszisse bildet in beiden Fällen die Partikelgröße. Die Verteilungssumme beschreibt jenen Mengenanteil, der unter einer bestimmten Partikelgröße liegt. Häufig wird als Formelzeichen Q verwendet. Die Verteilungsdichte entspricht der Gesamtmenge, bezogen auf die Massendifferenz je Intervallbreite (Klassenbreite) und wird meist als q geschrieben. Die Verteilungsdichte kann aus der Verteilungssumme durch Differentiation als stetige Funktion dargestellt werden, oder direkt aus der Messung als Histogramm [9]. Oft werden beide Arten in einer Abbildung dargestellt, wie es z.B. in Abbildung 9 bis Abbildung 12 in Kapitel 3.1 der Fall ist.

Der Medianwert ist z.B. mittels einer Siebanalyse bestimmbar. Aus dieser kann der Verlauf der Verteilung, und mit ihm der Medianwert bestimmt werden. Nach den einzelnen Siebdurchgängen wird das Grobkorn z.B. in $m\%$ auf der Ordinate gegen den Korndurchmesser z.B. in μm auf der Abszisse aufgetragen. Bei direkter Auftragung dieser einzelnen Massenanteile in den Sieben handelt es sich um die Verteilungsdichtekurve. Dabei entspricht das Sieb der Klassenbreite. Aus jeder der Verteilungskurven lässt sich der Medianwert bestimmen. Ebenfalls können zur genaueren Beschreibung das 10% bzw. das 90% Quantil verwendet werden.

2.1.2 Explosion, Deflagration, Detonation

Lees' Loss Prevention definiert eine Explosion als eine plötzliche Freisetzung großer Energiemengen. Die Heftigkeit hängt von der Freisetzungsrates ab. Es können unterschiedliche Energieformen beteiligt sein, diese werden in physikalische Energie, chemische Energie und Kernenergie eingeteilt. Eine wichtige Aussage ist, dass die Bedingungen für eine Explosion wichtiger sind als die Form der Energie, die ihr zugrunde liegt.

Bei einer Explosion kann weiter zwischen Deflagration und Detonation unterschieden werden. Bei einer Deflagration liegen die Verbrennungsgeschwindigkeiten unter der Schallgeschwindigkeit in den verbrannten Gemischen. Im Gegensatz dazu breitet sich bei einer Detonation die Flammenfront in Form einer Schockwelle aus. Die Verbrennungszone befindet sich knapp hinter der Schockwelle und stellt die Energie für deren Erhalt zur Verfügung. Die Fortpflanzungsgeschwindigkeit der Schockwelle gleicht in etwa der Schallgeschwindigkeit in den verbrannten Gemischen, diese ist um vieles größer als die Schallgeschwindigkeit in den unverbrannten Gemischen. Daraus resultieren höhere Drücke und damit ein destruktiverer Umstand. Eine Deflagration kann sich jedoch unter bestimmten Umständen in eine Detonation verwandeln, vor allem wenn die Deflagration in langen Rohrleitungen stattfindet. Dieses Phänomen ist in Verbindung mit gasförmigen Medien wahrscheinlicher, deshalb für Stäube weniger relevant. In der Rohrleitung breitet sich die Deflagration mit der Summe aus Flammengeschwindigkeit und Geschwindigkeit der verbrannten Gase aus. Ist die Flammengeschwindigkeit klein, verbrennt das Gemisch bei konstantem Druck. Ist die Flammengeschwindigkeit groß, kommt es zu Druckschwankungen. Diese haben eine Beschleunigung der Flammenfront zur Folge. Bei weiterer Beschleunigung befindet sich die Flammenfront knapp hinter der Schockwelle, jetzt handelt es sich um eine Detonation.[8].

In *Brand- und Explosionsschutz von A-Z [11]* wird der Druck als weiteres Merkmal für die Definition der Deflagration bzw. Detonation herangezogen. Für Explosionen mit Geschwindigkeiten unter der Schallgeschwindigkeit wird bis 14bara von einer Deflagration gesprochen. Bei Flammengeschwindigkeiten größer der Schallgeschwindigkeit in Luft und einem Druck ab 10bara handelt es sich um eine Detonation. Weiters wird in dieser Quelle die Verpuffung als Explosion mit einer Flammengeschwindigkeit kleiner $1m * s^{-1}$ und Drücken kleiner als 1bara definiert.

Tabelle 2-2: Definition der Explosionsarten [11]

Explosionsart	Druck [bara]	Flammengeschwindigkeit in Luft $\left[\frac{m}{s}\right]$
Detonation	≥ 10	> 330
Deflagration	≤ 14	≤ 330
Verpuffung	≤ 1	< 1

2.1.3 Voraussetzung für eine (Staub-) Explosion

Die Voraussetzungen für eine Verbrennung sind ein, mit dem Brennstoff in brandfähigem Verhältnis stehendes, Oxidationsmittel (z.B. O_2 aus der Luft). Die Bedingungen sind im Verbrennungsdreieck Abbildung 1 dargestellt.

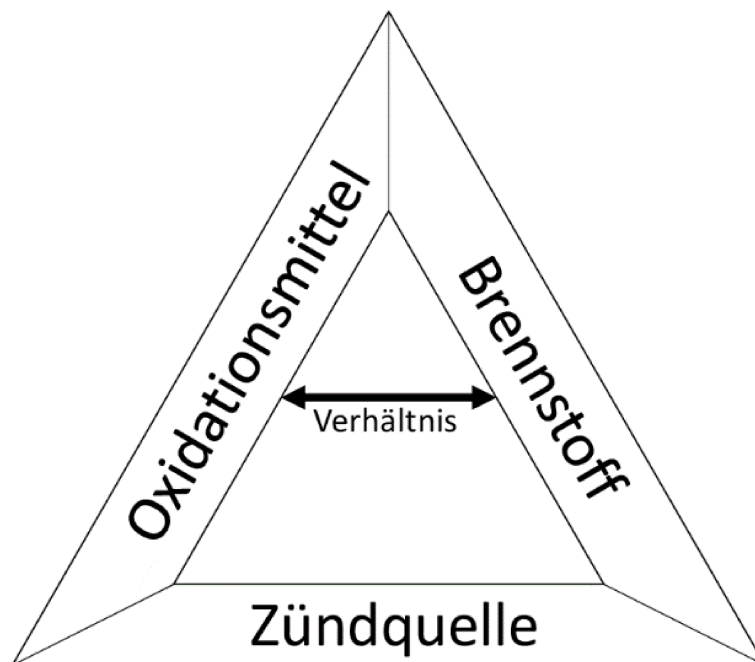


Abbildung 1: Verbrennungsdreieck, Bedingungen für einen Brand

Das Explosionspentagon in Abbildung 2 ist eine Erweiterung des Verbrennungsdreiecks um die Faktoren der Begrenzung des Raumes und der Staubkonzentration. Es stellt die Bedingungen für eine Staubexplosion dar. Die 20l Apparatur (siehe Kapitel 2.3) ist ein geschlossener Behälter, in welchem Luftsauerstoff das Oxidationsmittel darstellt. Die eingebrachte Staubprobe ist brennbar, der Staub liegt gleichmäßig verteilt und in explosionsfähiger Konzentration vor, wodurch alle Voraussetzungen für eine Staubexplosion erfüllt sind.

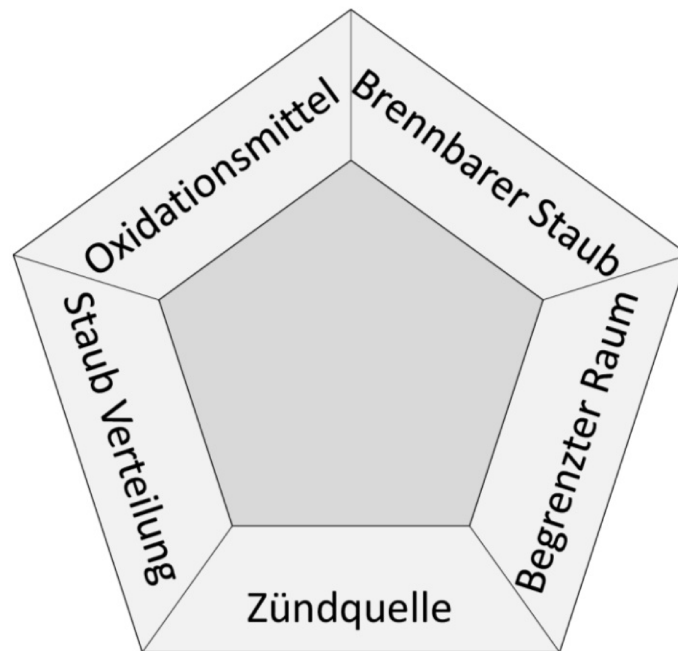


Abbildung 2: Explosionspentagon, Voraussetzungen für eine Staubexplosion

2.1.4 Allgemeine Staubexplosion

Die Gefahr einer Staubexplosion besteht überall dort, wo brennbare Stäube vorkommen. Die Explosion selbst findet immer in einer Dispersion von Staub in Gas (z.B. aufgewirbelter Staub in Luft) statt. Ein Feuer kann zu einer Explosion führen, gleichermaßen ist es möglich, dass eine Staubexplosion einen Brand auslöst. Die Explosion selbst beruht auf der schlagartigen Freisetzung von Energie, einer schlagartigen Verbrennung mit hohen Flammengeschwindigkeiten. Im Allgemeinen handelt es sich bei der freiwerdenden Energie um Reaktionswärme und den Druckanstieg durch die expandierenden Gase. Bei Explosionen im industriellen Umfeld handelt es sich überwiegend um Deflagrationen.

Es ist unklar, ob es in diesem Umfeld zu Detonationen kommen kann, da die industriellen Zündquellen nicht die nötige Energie zur Auslösung einer Detonation bereitstellen können [12]. In Abbildung 3 sind die typischen Zündquellen der Industrie dargestellt.

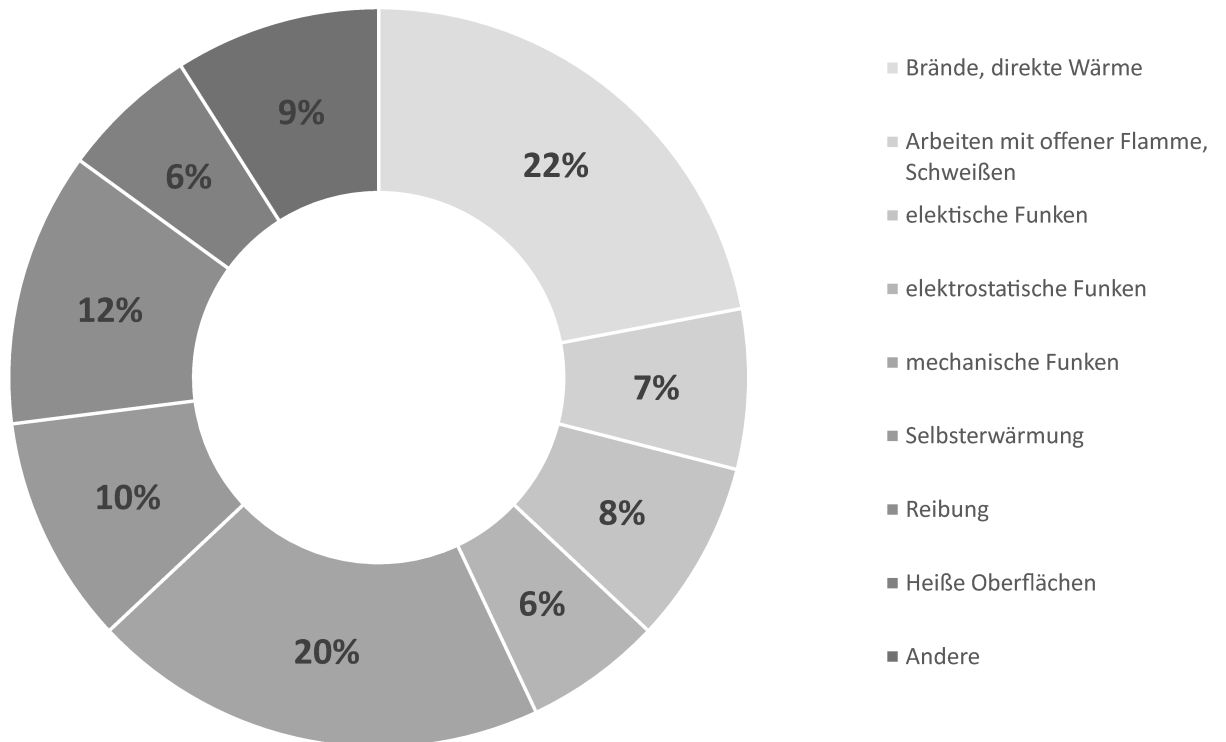


Abbildung 3: Anteile der verschiedenen Zündquellen beteiligt an den weltweiten Staubexplosionen im industriellen Umfeld [9]

Sind die Bedingungen für eine Explosion erfüllt, ist der allgemeine Ablauf eines Unglücks, dass eine primäre Explosion stattfindet. Durch fehlende Sicherheitseinrichtungen führt die Luftverwirbelung der primären Explosion zur Aufwirbelung von weiterem Staub, dies führt zu einer sekundären Explosion. Meist ist die sekundäre Explosion verhängnisvoller als die primäre. Somit ist klar, dass in Bezug auf den Explosionsschutz auch die Fortpflanzung eines primären Ereignissen verhindert werden muss [8].

In Abbildung 4 wird ein Überblick der beteiligten Materialien an den weltweiten Staubexplosionen ersichtlich. Organische Stäube unterscheiden sich von metallischen Stäuben. Wie die Namen suggerieren, bestehen die Stäube aus unterschiedlichen Stoffen. Organische Stäube sind für den Großteil der weltweiten Staubexplosionen verantwortlich. Organisches Material umfasst die meisten Verbindungen, die auf Kohlenstoff basieren. Ausgenommen aus der Organik sind unter anderem die elementaren Kohlenstoffformen Grafit und Diamant. Weiters werden Verbindungen, in denen keine elementare Kohlenstoff-Wasserstoff Verbindung vorkommt, ebenfalls nicht der Organik zugerechnet. Typische Vertreter der organischen Stäube sind Stärke, Mehl, Zucker, Holzstaub oder Kunststoffe. Bei der Zündung organischen Staubes sind nicht nur die Verbrennungsreaktion des Staubes selbst zu berücksichtigen, sondern auch Vorgänge wie die Erwärmung des Partikels und ggf. die mögliche Reaktion der Pyrolyseprodukte. Diese Vorgänge der Zündung und weiters Vorgänge der Flammausbreitung werden unter anderem in der Arbeit von Kern, H. [13] zusammengefasst. Metallische Stäube werden im nächsten Unterkapitel genauer erläutert.

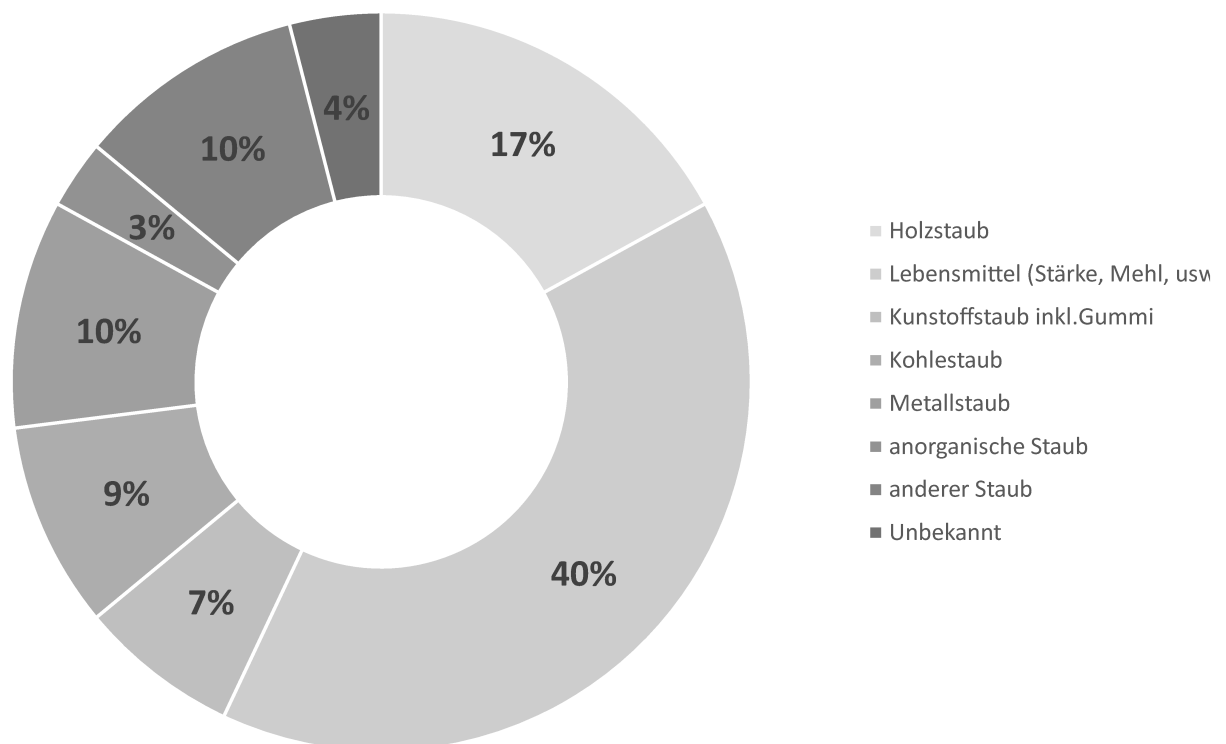


Abbildung 4: Anteile der verschiedenen Materialien an den weltweiten Staubexplosionen[9]

2.1.5 Allgemeine Metallstaubexplosion

Metallstaubexplosionen unterscheiden sich in ihrem zugrundeliegenden Mechanismus von Explosionen mit organischem Staub. Der Metallstaub reagiert nach der Zündung in Luft mit dem darin enthaltenen O_2 zu seinem Oxid, es handelt sich um eine exotherme Reaktion. Die Wirkung der Explosion ist hier auf die schlagartige Expansion des Luftstickstoffs zurückzuführen. Einige Metalle können auch mit dem Luftstickstoff selbst zu ihren Nitriden reagieren [8].

Die allgemeinen Einflussfaktoren auf die Explosion sind in Tabelle 2-1 ersichtlich. Sie sind von den einzelnen Partikeln und dem Partikelkollektiv abhängig. Zusätzlich sind für Metallstäube folgende Eigenschaften ausschlaggebend [14]:

1. Verbrennungswärme
2. Flammentemperatur¹
3. Wärmeübertragung aufgrund von Strahlung
4. Reaktion mit Wasser

Bei organischen Stäuben kann der Staub selbst, bis zu einem gewissen Anteil, Sauerstoff aus seinen Molekülen bei der Verbrennung beisteuern. Eine weitere Besonderheit von Metallstaubexplosionen ist, dass der Luftsauerstoff eine Limitation der Reaktion darstellt. Die Reaktionswärme kann für Metallstäube daher mittels der Menge des verfügbaren Sauerstoffs in der Luft errechnet werden. Die freigesetzte Verbrennungswärme korreliert direkt mit der adiabatischen Flammentemperatur [14]. Da Metalle eine hohe adiabatische Flammentemperatur haben und die Temperatur über die ideale Gasgleichung direkt positiv mit dem Druck korreliert, ist ein hoher Explosionsdruck wahrscheinlich. Weiters bedingt eine höhere Flammentemperatur eine gesteigerte Beweglichkeit der Partikel und fördert die Mechanismen der Flammenübertragung [14]. Je kleiner die Partikelgröße, desto näher liegt die vorherrschende Flammentemperatur bei der adiabatischen Flammentemperatur [15].

¹ In der angeführten Literaturquelle wird die Eigenschaft als Flammtemperatur bezeichnet, häufiger ist jedoch die Bezeichnung Flammentemperatur.

In Tabelle 2-3 sind die adiabatischen Flammentemperaturen für einige häufig vorkommende Metallstäube ersichtlich. Diese Temperaturen sind berechnete Werte bei konstantem Druck von 1 bar und 25°C bei der Verbrennung mit reiner Luft [16].

Tabelle 2-3: Adiabatische Flammentemperaturen einiger Metallstäube [16]

Staub	adiabatische Flammentemperatur [K]
Eisen	2250
Kupfer	1510
Aluminium	3550
Titan	3450
Magnesium	3100

Bei Wärmeübertragung in einer Metallstaubexplosion dominiert meist der Wärmetransport durch Strahlung, diese folgt dem Stefan-Bolzmanngesetz. Die Temperatur fließt mit der vierten Potenz ein, die emittierte Wärmestrahlung steigt damit exponentiell mit der Temperatur. Dies gilt für viele Metalle, da diese mit einer hohen Temperatur verbrennen. Allerdings sind Metalle mit einer niedrigen Flammentemperatur, wie im speziellen Eisenstaub, abhängiger vom konduktiven Wärmetransport [14].

2.1.6 Eisenstaub

Die Besonderheit des Eisens wird verständlich, wenn die adiabate Flammentemperatur und der Schmelztemperatur von Eisen betrachtet werden. Die adiabate Flammentemperatur liegt bei 2250K , die Schmelztemperatur bei 3023K . Daraus folgt, dass Eisen nicht gasförmig vorliegen kann, wenn reines Eisen oxidiert wird. Daher reagiert Eisen heterogen, die Oberfläche des festen Partikels reagiert mit der gasförmigen Atmosphäre. Die Flammentemperatur ist eine Funktion der Staubkonzentration. Das Volumen der verbrannten Partikel ist größer als das der unverbrannten Eisenpartikel. Das ist auf den Dichteunterschied von Eisen und seinen Oxiden zurückzuführen.

Das *shrinking unreacted core model* kann zur Beschreibung der Reaktion herangezogen werden. Laut Sun, J.-H., et al. [17] kann es herangezogen werden, um die heterogene Verbrennung von Eisen zu beschreiben. Die Gas-Feststoff Reaktion kann in drei wesentliche Schritte unterteilt werden, wobei davon ausgegangen werden kann, dass der erste Schritt der Limitierende ist [18]:

1. Reaktion an der Grenzschicht der Luft und der Oberfläche des Eisenoxids
 - a. Diffusion durch die das Partikel umgebende Gasschicht
 - b. Adsorption des Sauerstoffs an der Oxidoberfläche
 - c. Dissoziation des Sauerstoffs in das Oxidmolekül
2. Diffusion des Sauerstoffatoms durch die Oxidschicht
3. Reaktion an der Grenzfläche zwischen geschmolzenen Eisen und der des Oxides

Beim Abkühlen des oxidierten Partikels unter 840K findet eine Umwandlung statt. Kühlt das flüssige $\text{FeO} (l)$ ab, wandelt es sich in Fe_2O_3 und Fe_3O_4 um. Die Oxidschicht des verbrennenden Eisenpartikels ist wie in Abbildung 5 geschichtet. Die Schicht ist abhängig von der Temperatur [18]. Die Schichtung ergibt sich aufgrund der Dichteunterschiede.

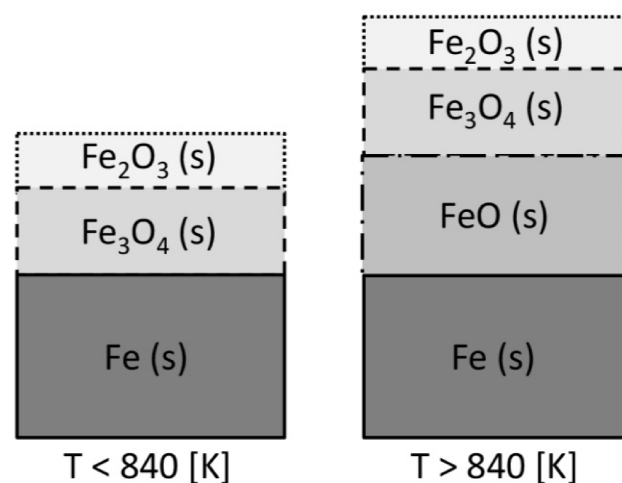


Abbildung 5: Aufbau der oxidischen Oberfläche eines verbrennenden Eisenpartikels (angelehnt an [9])

2.2 Sicherheitstechnische Kenngrößen für Staub

In folgendem Kapitel wird ein Überblick über die sicherheitstechnischen Kenngrößen für Staub gegeben. Es werden nur die Kennzahlen für aufgewirbelten Staub behandelt, jedoch nicht auf die Kennwerte für abgelagerten Staub eingegangen. Der Überblick basiert auf Hauptmanns Prozess und Anlagensicherheit [19]. Folgende Kennwerte für eine aufgewirbelte Staubdispersion sind wichtig:

- Untere Explosionsgrenze UEG
- Mindestzündenergie MZE
- Sauerstoffgrenzkonzentration SGK
- Maximaler Explosionsdruck p_{max}
- Maximale Druckanstiegsgeschwindigkeit $\left(\frac{dp}{dt}\right)_{max}$ bzw. K_{St} -Wert

In der Tabelle 2-4 ist ein Auszug aus der GESTIS-Staub-Ex Datenbank aufgelistet. Es sind ausschließlich sehr feine Stäube in der Datenbank zu finden, diese Werte sind daher nur bedingt vergleichbar mit den Ergebnissen dieser Arbeit. Die SGK ist bei keinem Staub erhoben worden.

Tabelle 2-4: Auszug von Sicherheitskennzahlen für Eisen und Eisenschwamm aus der GESTIS-Staub-Ex Datenbank

Staub	Nr. in GESTIS- Staub-EX ²	Median [μm]	UEG [$\frac{g}{m^3}$]	MZE [mJ]	p_{max} [bar]	K_{St} -Wert [$\frac{m \cdot bar}{s}$]
Eisen	3236	58	-	>10 ⁶	-	-
Eisen	7000	19	125	100/300	3.7	69
Eisen	10335	7.2	125	-	4	103
Eisen	2466	32	500	-	5.1	41
Eisen	2465	12	500	-	5.2	50
Eisenschwamm	704	12	-	-	5.7	61
Eisenschwamm	7142	11	125	>1000	3.6	63

² <https://staubex.ifa.dguv.de/>, aufgerufen am 27.07.2023

2.2.1 Explosionsgrenzen

Bei Stäuben ist vor allem die untere Explosionsgrenze interessant. Die UEG gibt an, wie viel g Staub mindestens in $1m^3$ enthalten sein müssen, um zur Explosion bei Normalbedingungen gebracht werden zu können. Die obere Explosionsgrenze (OEG) ist bei Stäuben nicht praxisrelevant. Jedoch sei erwähnt, dass Stäube, deren Konzentration in einem Staub/Luft Gemisch über der OEG liegen, nicht zur Explosion gebracht werden können. Diese Grenzen stecken den Bereich der Explosionsfähigkeit ab. Die UEG ist weitgehendst unabhängig von der Zündenergie. Die Temperaturabhängigkeit der UEG kann mittels einer Funktion beschrieben werden. Allerdings liegt, bei einer Erhöhung der Anfangstemperatur von 20 auf $25^\circ C$, die UEG ($25^\circ C$) bei 96.5% der UEG ($20^\circ C$). Dieser Umstand kann bei der Anfangstemperatur des Versuches in der $20l$ Apparatur vernachlässigt werden, da der Einfluss der Turbulenz, und mit ihr die Konzentrationsverteilung in der Apparatur, mit einem größeren Einfluss zu werten ist.

2.2.2 Mindestzündenergie

Die Mindestzündenergie MZE ist jene in einem Kondensator gespeicherte elektrische Energie, die das zündwilligste Staub/Luftgemisch zu Zünden vermag. Die Energie wird über einen elektrischen Funken zur Verfügung gestellt. Die Versuchsbedingungen sind standardisiert, die Stäube werden je nach benötigter Energie als normal, besonders oder extrem zündempfindlich klassifiziert. Eine Apparatur zur Bestimmung der MZE ist die *MIKE3*-Apparatur. Es wird ein modifiziertes Hartmannrohr verwendet. Die *MIKE3*-Apparatur ist in der Lage verschiedene Zündenergie bereitzustellen, das Ziel des Versuches ist die Mindestzündenergie zu finden.

2.2.3 Sauerstoffgrenzkonzentration

Die Sauerstoffgrenzkonzentration ist die maximale O_2 Konzentration in einem brennbaren Staub/Inertgas/Luftgemisch bei der sich die Flamme nicht mehr von selbst ausbreitet. Sie wird unter standardisierten Versuchsbedingungen ermittelt und in $vol\% O_2$ angegeben.

2.2.4 Maximaler Explosionsdruck und maximale Druckanstiegsgeschwindigkeit

Der maximale Explosions(über)druck p_{max} (=Druck) und die maximale Druckanstiegsgeschwindigkeit $\left(\frac{dp}{dt}\right)_{max}$ (=maximaler zeitlicher Druckanstieg) geben Aufschluss über die Heftigkeit der Staubexplosion in einem geschlossenen Behälter. Die Versuchsbedingungen sind standardisiert und die Versuche werden üblicherweise in der 20l oder 1m³ Apparatur durchgeführt.

Es gilt, dass der maximale Explosionsdruck vom Volumen kugelförmiger Behälter praktisch unabhängig ist, wenn das Volumen größer als 20l ist. Voraussetzung dafür ist die mittig platzierte Zündquelle.

Die maximale Druckanstiegsgeschwindigkeit ist allerdings nicht volumenunabhängig. Der Umstand, dass bei steigendem Volumen der maximale zeitliche Druckanstieg sinkt, kann mit dem kubischen Gesetz, siehe Gleichung (2-1), beschrieben werden. Mittels dieser Umrechnung ist es möglich, die verschiedene Prüfbehältergrößen zu vergleichen. Das Ergebnis dieser Berechnung ist der K_{St} -Wert. Mittels dieses Wertes wird der Staub einer der drei Staubexplosionsklassen zugerechnet (St1, St2, St3). Wobei die St3 die am heftigsten reagierenden Stäube repräsentiert.

Tabelle 2-5: Einteilung der Staubexplosionsklassen mittels K_{St} -Wert [8]

Staubexplosionsklasse ³	K_{St} -Wert $\left[\frac{m \cdot bar}{s}\right]$
St1	$0 < K_{St} \leq 200$
St2	$200 < K_{St} \leq 300$
St3	$300 < K_{St}$

Das kubische Gesetz lautet:

$$\left(\frac{dp}{dt}\right)_{max} * V^{\frac{1}{3}} = konst = K_{St} \quad (2-1)$$

³ In der angegebenen Quelle wird auch eine St0 mit $K_{St} = 0$ definiert, allerdings wird diese nicht mehr verwendet [20].

Der Versuch wird z.B. in der 20l Apparatur durchgeführt. Die maximalen Werte werden bei optimal vorliegenden Reaktionsbedingungen, besonders der optimalen Verteilung des Staubes, beobachtet. Die Normversuche finden über einen breiten Konzentrationsbereich statt, um so die maximalen Werte zu finden. Der Versuch findet unter Standardbedingungen (1bara, 20°C) statt. Während des Versuches wird der Druckverlauf über die Zeit aufgezeichnet. Die Druckanstiegsgeschwindigkeit wird berechnet, sie ist das Maximum der Ableitung des Druckverlaufes [21]. Die analytische Funktion steht in den meisten Fällen nicht zur Verfügung. Aus den Messdaten wird die Druckanstiegsgeschwindigkeit errechnet, indem das Maximum der Druckzunahme pro Abtastrate gesucht wird. Der Versuch wird mit verschiedenen Konzentrationen durchgeführt. Aus den Ergebnissen wird anschließend die maximale Druckanstiegsgeschwindigkeit aus den Geschwindigkeiten der einzelnen Versuche ermittelt. Diese maximale Geschwindigkeit kann nun mittels Gleichung (2-1) in den K_{St} umgerechnet werden. In Abbildung 6 ist ein typischer Verlauf eines einzelnen Versuches abgebildet, der Verlauf ist ab dem Zeitpunkt der positiven Druckzunahme abgebildet. Es sind der p_{max} und die Verbrenndauer zu erkennen, weiters ist die ungefähre Lage der maximalen Druckanstiegsgeschwindigkeit für diesen Versuch eingezeichnet. Nochmal zu erwähnen ist, dass das globale Maximum für die Kennwerte aus der gesamten Versuchsreihe bestimmt wird. Das gilt nicht nur für die Druckanstiegsgeschwindigkeit, sondern auch für den Explosionsdruck.

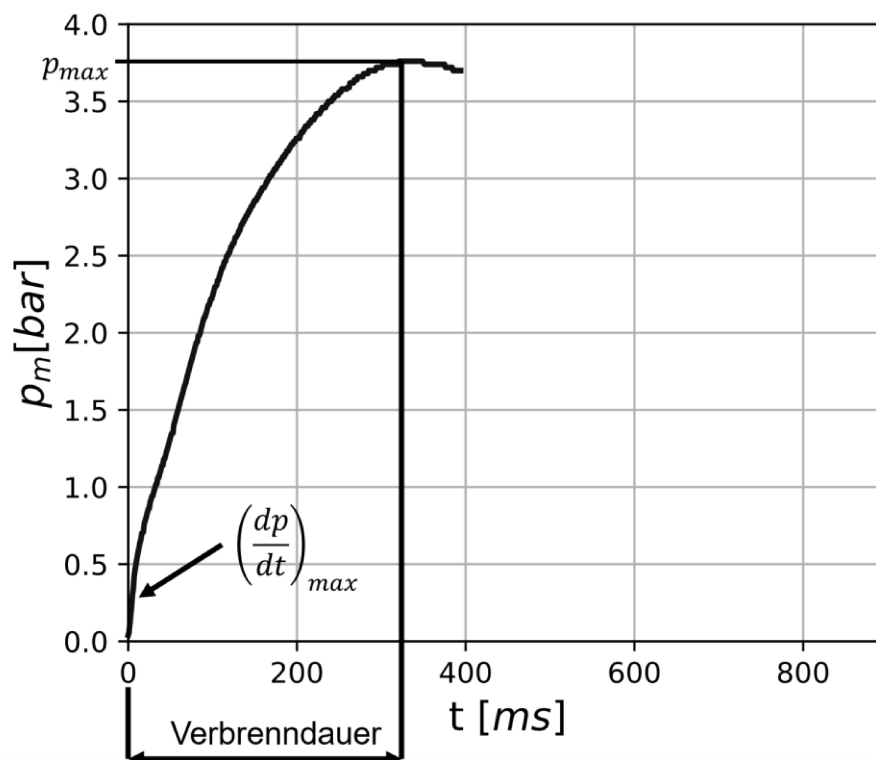


Abbildung 6: Beispiel für einen Druckverlauf, beschränkt auf den, für die Auswertung relevanten, positiven gemessenen Druck, Druckverlauf der Probe A1002

2.2.5 Sekundäre Beschleunigung

In Abbildung 7 ist erkennbar, was mit sekundärer Beschleunigung gemeint ist. Hier ist es sinnvoll, den Verlauf in Phasen aufzuteilen. Zunächst steigt der Druck in Phase *I* wie erwartet, dann beginnt der Verlauf jedoch abzuweichen. Phase *II* beginnt, hier beschleunigt die Reaktionsgeschwindigkeit erneut. Im Anschluss der Phase *II* wird in Phase *III* der maximale Explosionsüberdruck erreicht. Im Vergleich mit Abbildung 6 wird deutlich, dass es mit Phase *II* eine zusätzliche Phase gibt. Dieses Phänomen wurde unter anderem im Zuge der Untersuchung des DRI-Staubes am Lehrstuhl für Thermoprozesstechnik, sowie in der Arbeit von Guo, Y., et al. [6] beobachtet.

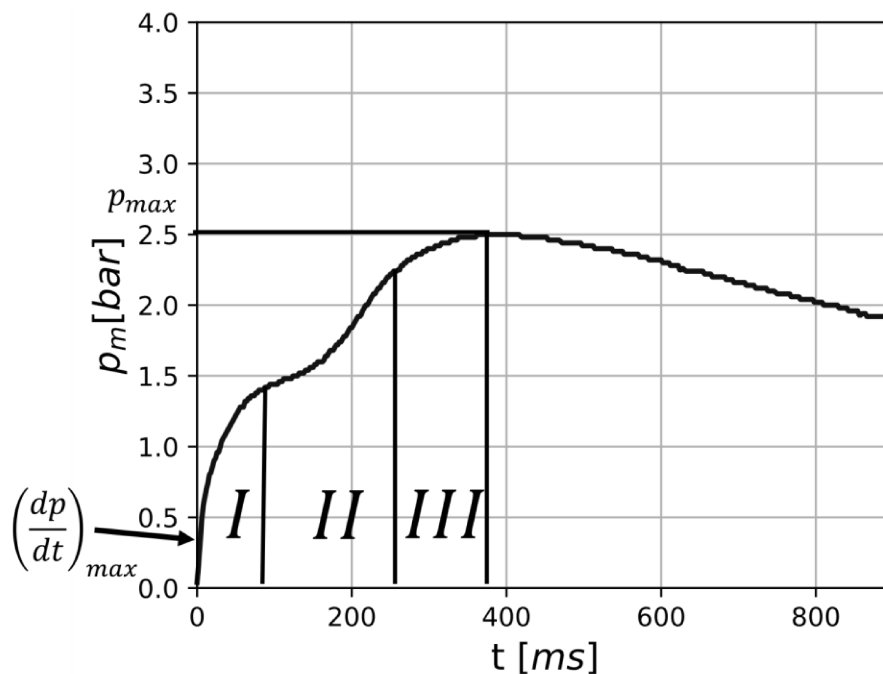


Abbildung 7: Beispiel für einen Druckverlauf mit sekundärer Beschleunigung, eingeteilt in Phasen, Druckverlauf der Probe A1051

In der Arbeit von Guo, Y., et al. [6] wird der Einfluss der Beimengung von „Nano-Eisenoxidpartikeln“, bestehend aus Fe_2O_3 bzw. Fe_3O_4 untersucht, mit dem Ziel, durch die Beimengung inerte Metalloxide, Staubexplosionen zu verhindern. Ausgangslage der Arbeit ist, dass die häufigste Methode zur Inertisierung entweder durch ein inertes Gas (z.B. N_2 , CO_2) geschieht. Dies ist jedoch nur in geschlossenen Anlagen, oder mittels Feststoffen (z.B. KCl , $CaCO_3$) möglich, aber die Inertisierung mittels Feststoffen kann teilweise die Staubexplosion nicht verhindern. Daraus ergibt sich der Ansatz, die Inertisierung mit dem eigenen Oxid des betreffenden Metalls durchzuführen. Ein Vorteil dieser Herangehensweise ist, dass die Zugabe des eigenen Oxides die restliche Zusammensetzung des Metalls nicht verändert. Eines der Ergebnisse der Arbeit ist, dass beide Eisenoxide die Fähigkeit besitzen, die Explosionsauswirkungen zu senken, aber auch, dass das Fe_3O_4 einen stärkeren Effekt hat. Eine weitere Aussage der Arbeit ist, dass der Explosionsdruckverlauf des Eisenstaubes zunehmende sekundäre Beschleunigung bei Erhöhung der Konzentrationen aufweist [6]. Einschätzung dieser Aussagen siehe Kapitel 5.4.

2.3 20-Liter Apparatur

Die zusammengefassten Angaben zur 20l Apparatur und zur Vorgehensweise stammen aus dem Handbuch der 20l Apparatur [21]. Bei der 20l Apparatur von Siwek handelt es sich um ein Labormessgerät, welches verwendet wird, um bestimmte sicherheitstechnische Kenngrößen zu bestimmen. Mit ihr können Gase und Lösungsmitteldämpfe, Stäube sowie hybride Gemische (Mischung aus Gasen oder Dämpfen mit Staub) analysiert werden. Die Versuchsdurchführung für die Kennwerte sind in internationalen Normen vorgegeben. Folgend sind die messbaren bzw. ableitbaren Kennzahlen aufgelistet:

1. der maximale Explosionsdruck p_{max}
2. die maximale Druckanstiegsgeschwindigkeit $\left(\frac{dp}{dt}\right)_{max}$ und der daraus errechnete K_{St}^0 -Wert (Staubspezifische Konstante)
3. die untere Explosionsgrenze UEG
4. Sauerstoffgrenzkonzentration SGK
5. Explosionsfähigkeit

Die Apparatur selbst besteht aus einer Hohlkugel aus rostfreiem Stahl, mit einem Innenvolumen von 20l, einem Staub-Vorratsbehälter mit einem Volumen von 0.6l, einem gesteuerten Auslassventil, einem manuellen Auslass, einer Wasser-Mantelkühlung, einem Sichtfenster, einem Deckel mit dem Zünderhalter, der Pralldüse (auch Prallblech) und mehreren Piezodruckaufnehmern. Zusätzlich sind eine externe Verstärker-/Steuereinheit für die Aufzeichnung und Steuerung, ein PC für die Messwertverarbeitung, eine Druckluftquelle für die Ventilsteuerung und eine Druckluftquelle für den Vorratsbehälter notwendig. Es können am Auslassventil der Apparatur bei Bedarf z.B. Gasanalysegeräte angeschlossen werden. Der Aufbau des Druckbehälters und die Anbauten sind in Abbildung 8 ersichtlich.

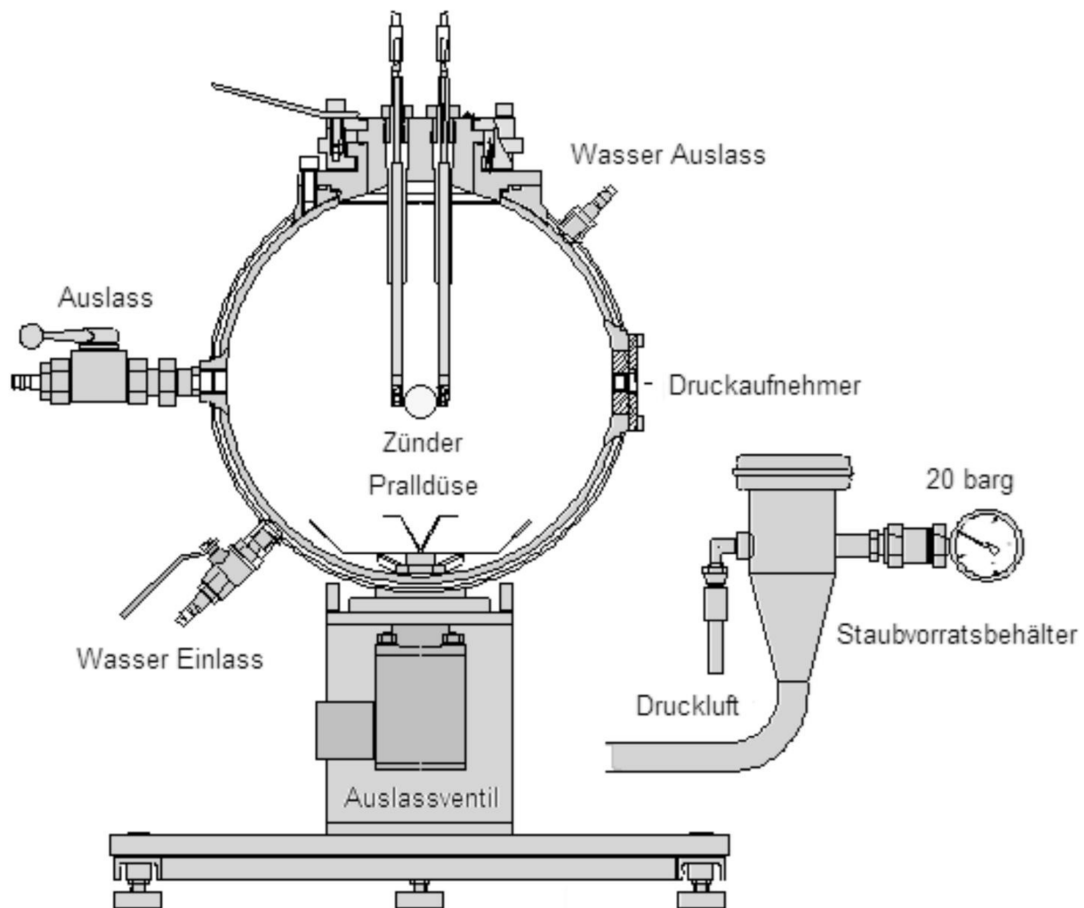


Abbildung 8: Schematischer Aufbau der 20l Apparatur [1]

Die Druckaufnehmer sind redundant ausgeführt. Es handelt sich um piezoelektrische Druckaufnehmer. Der piezoelektrische Effekt beschreibt, dass durch die Verformung bestimmter Kristalle, in diesem Fall eine Verformung durch den Druck, eine Spannung an den Kristallflächen abgegriffen werden kann. Mit dieser Art von Druckaufnehmern können nur Druckdifferenzen gemessen werden. Durch diverse Verluste (Widerstände, usw.) kann es zu einem Abdriften des Messsignales kommen, obwohl ein statischer Druck anliegt. Da die Aufzeichnung der Explosion rasch geschieht, ist dieser Fehler hier aber vernachlässigbar. Bei der Versuchsdurchführung wurde festgestellt, dass einer der Sensoren nicht ordnungsgemäß funktioniert hat, dazu mehr in Kapitel 5.5.

2.3.1 Chemischer Zünder

Diese Art der Zündung wird derzeit von den Normen für die Prüfung von Stäuben vorgeschrieben. Es ist allerdings bekannt, dass chemische Zünder, auch pyrotechnische Zünder genannt, einen Einfluss auf das Ergebnis der Prüfungen haben, welcher bei der Interpretation der Versuchsergebnisse zu berücksichtigen ist. Pyrotechnische Zünder stellen ggf. eine multiple Zündquelle mit hoher Temperatur dar. Aus diesem Umstand ergibt sich eine Erhöhung der maximalen Druckanstiegsgeschwindigkeit und die damit verbundenen Folgen für daraus abgeleiteten Größen. Die Erhöhung ist abhängig vom Energieeintrag und von der Reaktivität der Staubdispersion. Am Anfang der Explosion sind diese Effekte deutlicher und werden durch kleine Behältervolumen begünstigt. Ein weiterer wichtiger Punkt ist, dass die pyrotechnischen Zünder erheblichen Einfluss auf die Strömungsverhältnisse in der Messapparatur haben und somit großen Einfluss auf die Versuchsergebnisse ausüben [22].

Die am gängigsten verwendeten Zünder weisen eine Zündenergie von 1, 2.5 und 5kJ auf. Der chemische Zünder besteht aus einer Kunststoffhülle, in der sich die pyrotechnische Ladung und eine Zündpille befindet. Die Ladung ist chemisch so zusammengesetzt, dass bei ihrer Zündung genau die entsprechende Energie frei wird. Die Zünder werden gepaart eingesetzt, die gängigsten Zündenergien betragen damit 2, 5 und 10kJ. Die Zündpille wird elektrisch gezündet.

2.3.2 Alternative Zündung

Zu den genannten chemischen Zündern gibt es Alternativen, diese werden allerdings nicht bei Normversuchen verwendet. Unter anderem gibt es die Möglichkeit, die Dispersion mittels *exploding wire* zu zünden. Hier wird durch einen genau definierten metallischen Draht schlagartig Strom geleitet, sodass der metallische Draht verdampft und ionisiert. Dabei brennt ein Lichtbogen in diesem Plasma, da dieses elektrisch leitend ist. So können sehr hohe Zündtemperaturen erreicht werden [23].

Weiters ist es möglich, durch einen Lichtbogen zwischen zwei Elektroden zu zünden. Die dafür benötigte Energie stellt ein Kondensator zur Verfügung. Der Kondensator wird je nach benötigter Zündenergie aufgeladen und bei der Zündung über eine bestimmte Zeitspanne entladen, dabei brennt der Lichtbogen zwischen den Elektroden [24]. Bei der 20l-Apparatur ist eine elektrische Zündung nur mit 10J möglich. Auf Nachfrage bei dem Hersteller der *Cesana AG* zur Funktionsweise der Dauerfunkenstrecke, stellte dieser folgende Informationen zur Verfügung:

1. die Dauerfunkenstrecke *KSEP320* darf nur für Gase und Lösungsmitteldämpfe verwendet werden.
2. Die Angabe der 10J Zündenergie des Lichtbogens wurde mittels Vergleich mit Mindestzündenergien grob abgeschätzt.

2.4 Korrelationsanalyse

In diesem Unterkapitel soll die Basis für die Korrelationsanalyse kurz dargestellt werden. Weiterführende Informationen sind in der Projektarbeit zur Digitalisierung: „Datenaufbereitung und -Analyse von realen Daten aus einem Stahl- und Walzwerk“ [25] welche durch den Lehrstuhl für Energieverbundtechnik an der Montanuniversität Leoben betreut wurde, zu finden.

2.4.1 Skalen

Daten können verschieden skaliert sein, die Skalierung definiert eine Maßeinteilung bzw. eine Reihung. Die verschiedenen Skalenarten und ihre Eigenschaften sind in der Tabelle 2-6 aufgelistet.

Nominal skalierte Daten unterscheiden sich nur durch Merkmale, es gibt keine natürliche Reihenfolge. Die Werte müssen einer Kategorie eindeutig zugeordnet werden können. Es kann nur zwischen Übereinstimmung und keiner Übereinstimmung unterschieden werden, arithmetische Operationen führen zu keinem sinnvollen Ergebnis, die Häufigkeit eines Wertes hingegen ist bestimmbar. Beispiel für die Nominalskala in dieser Arbeit ist die Staubart.

Ordinal skalierte Daten weisen eine natürliche Reihenfolge auf. Arithmetische Operationen sind auch nicht zielführend, jedoch kann zusätzlich zwischen „größer oder kleiner“ unterschieden werden. Es können Häufigkeit und Rangfolge bestimmt werden. Beispiele für ordinal skalierte Daten in dieser Arbeit sind Oxidmassenanteile, Ausprägung der sekundären Beschleunigung und Zündenergie.

Metrisch skalierte Daten können der Intervallskala oder der Verhältnisskala zugerechnet werden. Der Unterschied liegt darin, dass die Intervallskala keinen natürlichen Nullpunkt aufweist, die Verhältnisskala jedoch einen solchen besitzt. Arithmetische Operationen können durchgeführt werden, es können Häufigkeit, Reihenfolge und Abstand bestimmt werden. Meist handelt es sich bei numerischen Werten um metrisch skalierte Daten, aber dies trifft nicht immer zu, z.B. sind Postleitzahlen keine metrisch skalierten Daten. Beispiele für metrisch skalierte Daten in dieser Arbeit sind Druck und Druckanstiegsgeschwindigkeit.

Tabelle 2-6: Zusammenfassung der Eigenschaften der verschiedenen Skalenarten [26]

Skalen	Mathematische/logische Operationen	Messbare Eigenschaften
Nominalskala	\neq	Häufigkeit
Ordinalskala	$\neq, >, <$	Häufigkeit, Rangfolge
Metrische Skala	Intervallskala $\neq, >, <, +, -$	Häufigkeit, Rangfolge, Abstand
	Verhältnisskala $\neq, >, <, +, -, \div, *$	Häufigkeit, Rangfolge, Abstand, natürlicher Nullpunkt

2.4.2 Korrelationskoeffizienten

In dieser Arbeit wird unter Korrelation der lineare oder nicht lineare Zusammenhang zwischen genau zwei Variablen verstanden, es handelt sich daher ausschließlich um eine bivariate Korrelation. Der Zusammenhang wird durch seine Richtung (positiv/negativ) und seine Stärke (0 bis 1) beschrieben. Es ist jedoch nicht möglich, eine Aussage über die Wirkungsrichtung zu treffen, es ist nicht bekannt ob Variable A die Variable B beeinflusst oder umgekehrt [27].

Die Richtung der Variable gibt die Richtung der Veränderung einer Variable an, wenn die andere Variable variiert wird. Eine positive Richtung bedeutet, dass sich die Variablen in die gleiche Richtung verändern, z.B. bei einer höheren Druckanstiegsgeschwindigkeit ergibt sich ein höherer Druck. Bei einer negativen Richtung verändern sich die Variablen gegensätzlich, z.B. wird bei einer Zunahme von Fe_2O_3 der maximale Druck kleiner.

Die Stärke gibt das Ausmaß der Veränderung an. Bei einem schwachen Zusammenhang führt die Veränderung der einen Variablen nur zu einer schwachen oder unregelmäßig veränderten anderen Variable. Bei einem starken Zusammenhang verändern sich die Variablen im gleichen Ausmaß. Es wird bei Werten ab ± 0.1 von einem schwachen, bei Werten ab ± 0.3 von einem mittleren und ab Werten von ± 0.5 von einem starken Zusammenhang gesprochen, diese sprachliche Abgrenzung schlägt Jacob Cohen vor. [28]

Unterschiedlich skalierte Daten erfordern unterschiedliche Methoden zur Berechnung der Korrelation. In der Tabelle 2-7 sind die Methoden für die jeweiligen Skalenkombinationen aufgeführt.

Tabelle 2-7: Überblick der Korrelationsberechnungsarten bei unterschiedlich skalierten Parametern [29]

		Variable B		
		metrisch skaliert	nominal skaliert	ordinal skaliert
Variable A	metrisch skaliert	Pearson-Korrelationskoeffizient	Punktbiserale Korrelation/ Biseriale Rangkorrelation	Spearmans ρ , Kendall τ
	nominal skaliert		φ -Korrelation	Punktbiserale Korrelation/ Biseriale Rangkorrelation
	ordinal skaliert			Spearmans ρ , Kendall

An dieser Stelle ist anzumerken, dass der Pearson-Korrelationskoeffizient nur für lineare Zusammenhänge sinnvoll berechnet werden kann. Ist der Zusammenhang nicht linear, kann er alternativ mit Spearmans ρ berechnet werden [30].

Wichtig ist, dass Korrelationen kein Beweis dafür sind, dass die Merkmale sich ursächlich beeinflussen. Sie können einen statistischen Zusammenhang haben, ohne dass eine Wirkungs-Ursache-Beziehung besteht. Es ist bei der Interpretation der Koeffizienten daher immer auf die Plausibilität zu achten.

3 Versuchsdurchführung

In diesem Kapitel soll zunächst erläutert werden, welche in der Einleitung erwähnten Parameter ausgewählt worden sind. Anschließend soll ein Überblick über die Proben und deren Zusammensetzung gegeben werden. Das Ende des Kapitels bilden Informationen zum Versuchsablauf.

Die in der Einleitung erwähnten Parameter sind:

1. Korngrößenverteilung
2. Explosionsüberdruck
3. Druckerhöhungsgeschwindigkeit
4. Oxidgehalt (Fe_2O_3 , Fe_3O_4)
5. Ausprägung der sekundären Beschleunigung
6. Zündenergie

Im Kapitel 2.1.1 in der Tabelle 2-1 sind die allgemeinen Einflussgrößen auf die Explosion ersichtlich. Von diesen genannten Parametern sind die Korngröße bzw. die Verteilung und der Anteil der inerten Feststoffe im Staub leicht beeinflussbar. Die Variation der restlichen Parameter wie Feuchte, Sauerstoffkonzentration, anwesende inerte Gase und chemische Zusammensetzung wird als nicht sinnvoll erachtet. Die Feuchte hat einen Einfluss auf die Explosion, aber sie oxidiert das Eisen schon vor dem eigentlichen Versuch, somit kann keine Reproduzierbarkeit gewährleistet werden. Einleitend wurde erwähnt, dass mehr Eisenstaub in der Stahlindustrie anfallen könnte. Dort wird er vermehrt an der Luft vorzufinden sein, deshalb ist eine Variation des Sauerstoffs bzw. der inerten Gase nicht sinnvoll.

Die sicherheitstechnischen Kenngrößen UEG, MZE und SGK wurden nicht verwendet, da diese für die Beantwortung der Fragestellung nicht geeignet sind. Der K_{st} -Wert wurde ebenfalls nicht verwendet, da er aus der maximalen Druckanstiegsgeschwindigkeit abgeleitet wird und so keinen Mehrwert für die Beantwortung liefert. Es ist anzumerken, dass die Versuche nur bei einer Konzentration durchgeführt wurden und somit kein globaler „maximaler“ Explosionsüberdruck und keine globale „maximale“ Druckanstiegsgeschwindigkeit bestimmt werden können. Es handelt sich bei der Auswertung des Explosionsüberdruckes bzw. bei der Druckanstiegsgeschwindigkeit um das Maximum des jeweiligen Versuches. Die Zündenergie wurde variiert, da der Unterschied zwischen der Ausprägung der sekundären Beschleunigung mit unterschiedlichen Zündenergien in den Vorversuchen festgestellt werden konnte.

Damit ergibt sich, dass die Anzahl der variierenden Eingangsparameter auf die Staubart, welche der Korngrößenverteilung entspricht, auf die Zündenergie und den Eisenoxidgehalt beschränkt wurde, um auch mit überschaubarem Versuchsaufwand die Fragestellungen ausreichend beantworten zu können. Um den Einfluss der Eisenoxide zu bestimmen, wurden die Versuche mit reinen Eisenstaubproben und weiteren Proben, bestehend aus bestimmten Mischungen aus Eisenstaub und Eisenoxidstaub, durchgeführt (siehe Kapitel 3.1.2). Die Basis für die reinen Eisenstaubproben und die Mischungen werden in Kapitel 3.1.1 erläutert. Die jeweilige Basis wurde aus bestimmten Korngrößenfraktionen gemischt.

Weiters wurde die Konzentration mit $1250g * m^{-3}$ fixiert und nicht variiert. Diese Konzentration wurde ausgewählt, da bei dieser Konzentration die Versuche mit DRI-Staub und die Versuche in der Arbeit von Guo, Y., et al. [6] hohe Werte für den Explosionsüberdruck liefern und somit deutlichere Druckverläufe zu erwarten waren. Auch sollte so die Aussage der Arbeit von Guo, Y., et al. überprüft werden, dass die Konzentrationszunahme eine Zunahme der sekundären Beschleunigung nach sich zieht. Ist diese Aussage zutreffend, dürfte keine Änderung der sekundären Beschleunigung in den Versuchsergebnissen zu erkennen sein.

Die Vorversuche führten zum Ergebnis, dass kleinere Zündenergien als $2kJ$ keine Druckverläufe lieferten, welche deutlich vom Zünder abwichen. Hierbei ist, ähnlich wie in Abbildung 21 zu sehen, der Vergleich des Druckverlaufes einiger Proben mit dem Zünder dargestellt. Um deutliche Abweichungen der Druckverläufe der Proben und des Zünders zu erkennen wurden einheitlich $2kJ$ und $10kJ$ als Zündenergien festgelegt. Diese Energien wurden ausgewählt, da die Normversuche mit diesen Energien durchgeführt werden und somit ggf. eine leichtere Vergleichbarkeit für zukünftige Versuche gegeben ist. Der Umfang der Vorversuche ist in Kapitel 3.1.3 angegeben.

Um die Feuchte konstant zu halten, wurde darauf geachtet, dass die Probenbehälter möglichst immer verschlossen waren. Die gleichbleibende Atmosphäre während der Versuche wurde mittels synthetischer Luft sichergestellt. Das bedeutet, dass die Sauerstoffkonzentration und die restlichen Gasanteile gleichbleibend sind. Zu erwähnen sind jedoch die auftretenden Druckdifferenzen (siehe Kapitel 5.5), deren Einfluss auf die Konzentration jedoch zu vernachlässigen ist.

3.1 Proben

Die Grundlage für die Proben sind Eisenstäube. Es wurden die Stäube mit den Herstellerbezeichnung „CUT“, „S30“, „Eisenoxid Rot“ und „Eisenoxid Schwarz“ im Handel⁴ erworben. Da keine genauen Daten zur Zusammensetzung und zur Korngröße angegeben waren, wurden diese Stäube an der Universität untersucht. Die Etiketten der gekauften Stäube sind im Anhang VI zu finden.

Die Korngrößenverteilungen der erworbenen Stäube wurden mittels einer Laserbeugungs-Partikelgrößenanalyse untersucht. Bei diesem Verfahren wird die Partikelgröße mittels Messung der Lichtbeugung bestimmt. Die einzelnen Ergebnisse sind in Abbildung 9 und Abbildung 10 bzw. Abbildung 11 und Abbildung 12 dargestellt, es wurde der Versuch jeweils dreimal wiederholt und die jeweiligen Kurven abgebildet. In diesen Abbildungen ist die Verteilungssumme Q [%] auf der primären Ordinate, die Verteilungsdichtefunktion q [-] auf der sekundären Ordinate und auf der Abszisse der Korngrößendurchmesser dargestellt. Die Ergebnisse der Analyse waren die Grundlage für das Mischen der verschiedenen Staubprobenarten für die Versuche.

In Abbildung 9 ist zu erkennen, dass beim Staub „CUT“ zwischen den drei durchgeführten Versuchen das gemittelte 10% Quantil $43\mu m$ und das 90% Quantil $185\mu m$, sowie der Median $102\mu m$ betragen. In der Abbildung 10 ist zu erkennen, dass der Staub „S30“ zwischen den drei durchgeführten Versuchen das gemittelte 10% Quantil $17\mu m$ und das 90% Quantil $58\mu m$, sowie der Median $32\mu m$ betragen.

⁴ Website des Vertriebs: <https://www.metallpulver24.de/de/>, aufgerufen am 26.7.2023.

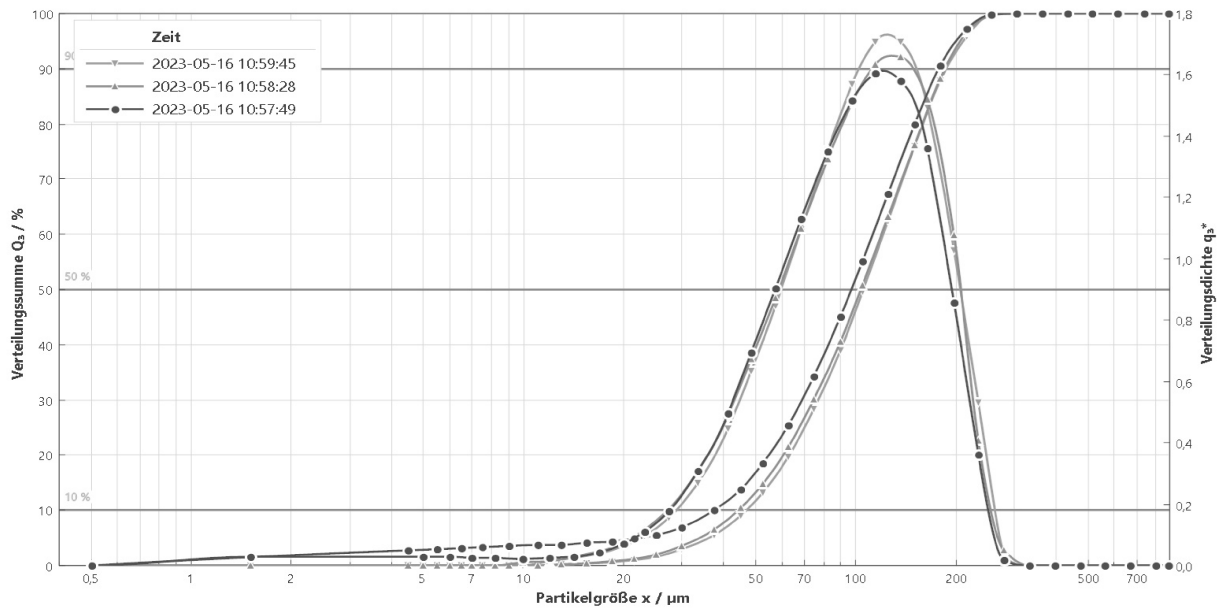


Abbildung 9: Ergebnis der Partikelanalyse Eisenstaub "CUT"

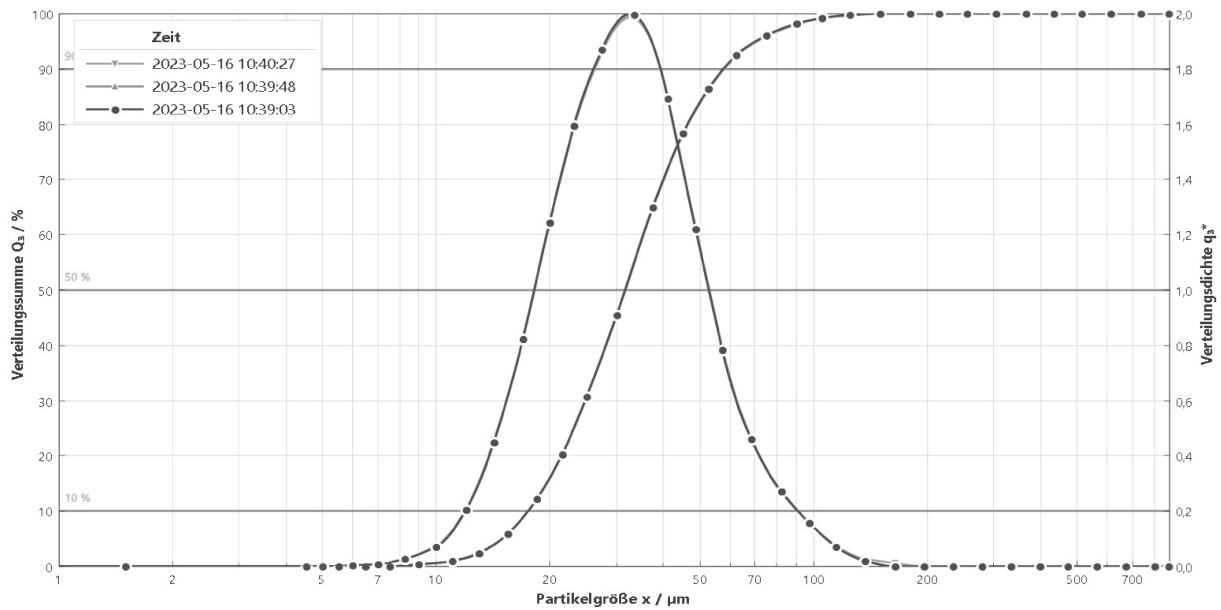


Abbildung 10: Ergebnis der Partikelanalyse Eisenstaub "S30"

Die Eisenoxide wurden auch analysiert, jedoch sind die Ergebnisse, die in Abbildung 11 und Abbildung 12 dargestellt sind, mit Vorsicht zu genießen. Es ist erkennbar, dass die Eisenoxidstäube sehr feine Partikel enthalten, welche Klumpen bilden. Daher ist anzunehmen, dass die Verteilung bei den großen Korngrößendurchmessern, die in der Analyse aufgeführt sind, nicht stimmt und die gesamte Verteilung im Bereich kleinerer Durchmesser liegt. Daher ist es hier nicht sinnvoll, die expliziten Werte für die Quantile und den Median zu bestimmen.

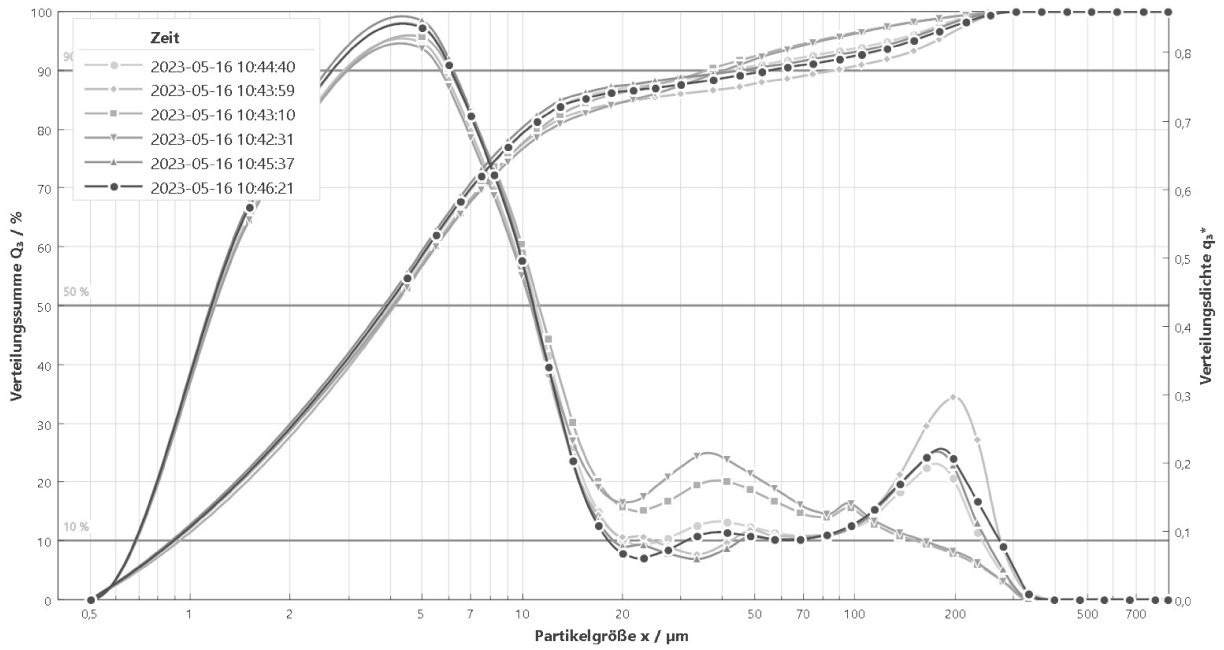


Abbildung 11: Ergebnis der Partikelanalyse Eisenoxid "Rot"

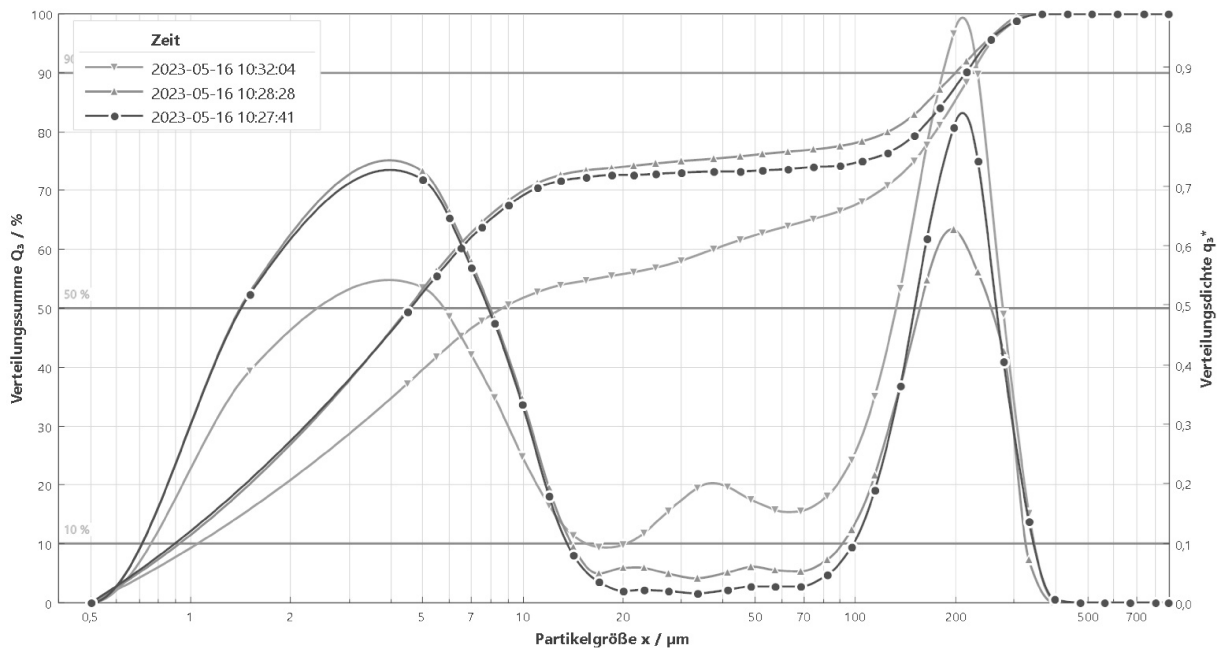


Abbildung 12: Ergebnis der Partikelanalyse Eisenoxid "Schwarz"

Die Vermutung, dass Feuchtigkeit zur Klumpenbildung als Hauptfaktor beiträgt, konnte widerlegt werden. Die Ergebnisse der Feuchtemessung sind in Tabelle 3-1 angeführt, wobei m_{Einwaage} die Masse der eingewogenen, feuchten Probe ist. Die Massendifferenzen Δm_{2h} und Δm_{3h} entsprechen dem Massenanteil des verdampften Wassers nach 2h bzw. 3h. Da sich der Wert nicht verändert, gilt die Probe als getrocknet. Die Klumpenbildung ist daher mehrheitlich auf die Adhäsionskräfte der kleinen Durchmesser zurückzuführen, da der Feuchteanteil in den Eisenoxiden mit $0.004 \text{ kg}_{H_2O} * \text{kg}_{\text{feucht}}^{-1}$ sehr gering ist.

Tabelle 3-1: Ergebnisse der Feuchtemessung bei 100°C und 220Torr

Staub	„CUT“	„S30“	Eisenoxid „Rot“	Eisenoxid „Schwarz“
$m_{\text{Einwaage}} [g]$	2.304	2.383	1.629	1.623
$\Delta m_{2h} [g]$	0.001	0.001	0.007	0.006
$\Delta m_{3h} [g]$	0.001	0.001	0.007	0.006
$H_2O \text{ Anteil } \left[\frac{\text{kg}_{H_2O}}{\text{kg}_{\text{feucht}}} \right]$	0.0004	0.0004	0.004	0.004

Die Stäube wurden auch mit einem Rasterelektronenmikroskop untersucht. Ergebnis dieser Untersuchung ist die chemische Zusammensetzung des jeweiligen Staubes, sowie die Kornform der Staubpartikel. Anzumerken ist, dass nur die chemischen Elemente bestimmt werden können und nicht in welcher Verbindung diese vorliegen. Die Ergebnisse sind in den folgenden Abbildungen und Tabellen ersichtlich.

Ergebnisse „CUT“

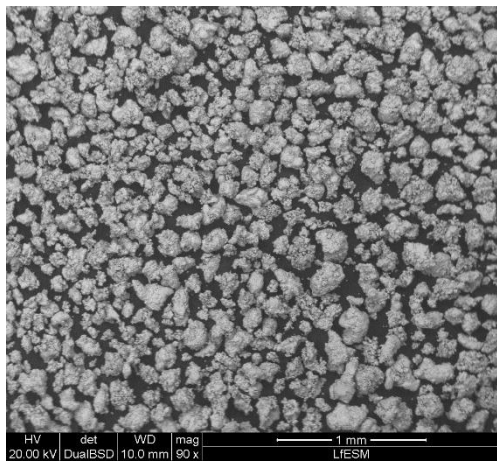


Abbildung 13: REM-Aufnahme "CUT" 1mm

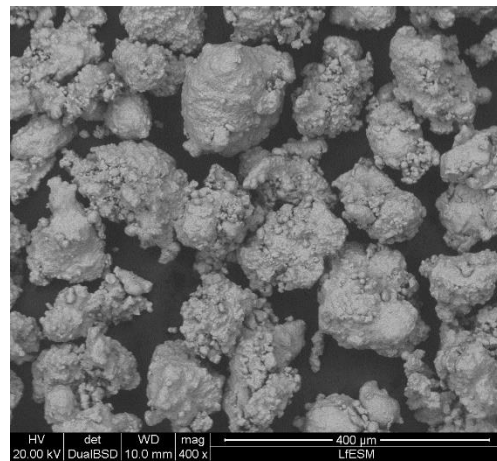


Abbildung 14: REM-Aufnahme "CUT" 400µm

Tabelle 3-2: Elementverteilungs-Summenspektrum "CUT"

Element	Massenanteil [%]
<i>Fe</i>	76.4
<i>C</i>	20.6
<i>O</i>	2.7
<i>Al</i>	0.2

Ergebnisse „S30“

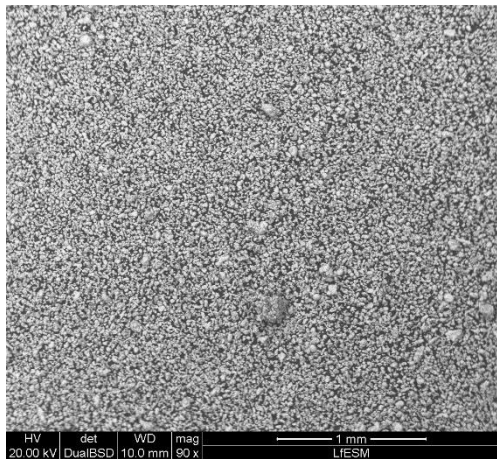


Abbildung 15: REM-Aufnahme "S30" 1mm

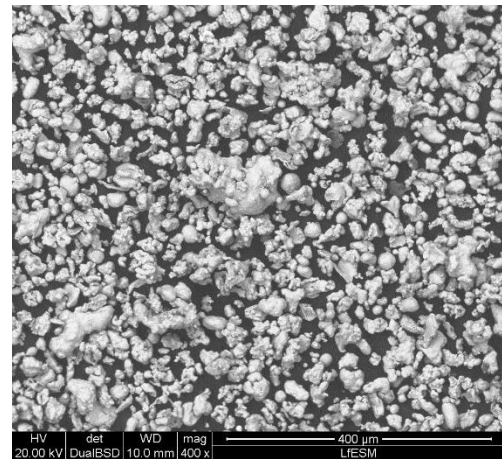


Abbildung 16: REM-Aufnahme "S30" 400µm

Tabelle 3-3: Elementverteilungs-Summenspektrum "S30"

Element	Massenanteil [%]
<i>Fe</i>	80.1
<i>C</i>	17.3
<i>O</i>	2.1
<i>Si</i>	0.1
<i>Ca</i>	0.1
<i>Al</i>	0.1
<i>S</i>	0.1

Ergebnisse „Eisenoxid Rot“

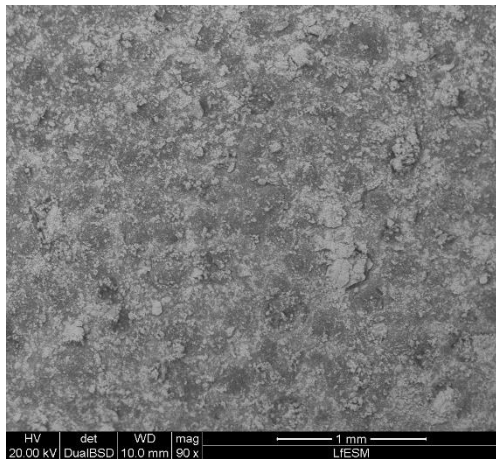


Abbildung 17: REM-Aufnahme "Eisenoxid Rot" 1mm

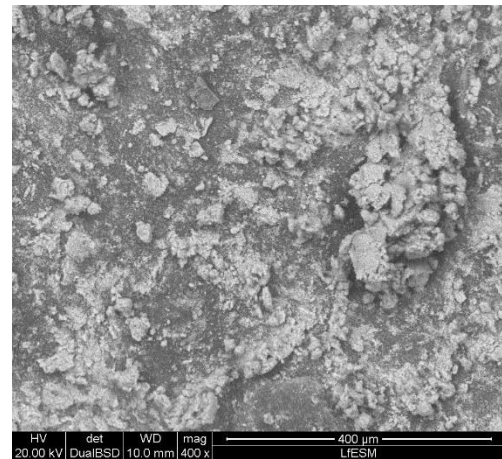


Abbildung 18: REM-Aufnahme "Eisenoxid Rot" 400µm

Tabelle 3-4: Elementverteilungs-Summenspektrum „Eisenoxid Rot“

Element	Massenanteil [%]
<i>Fe</i>	46.4
<i>O</i>	33.0
<i>C</i>	20.3
<i>Al</i>	0.2
<i>S</i>	0.1

Ergebnisse „Eisenoxid Schwarz“

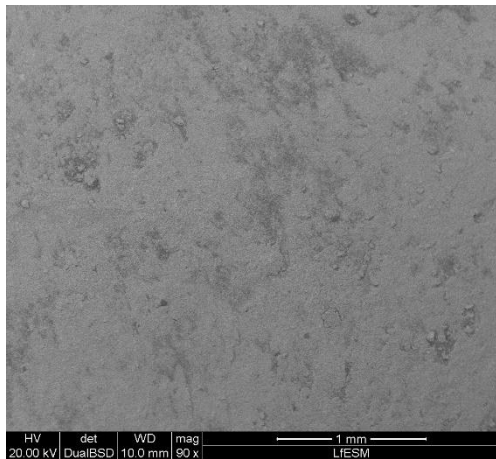


Abbildung 19: REM-Aufnahme "Eisenoxid Schwarz" 1mm

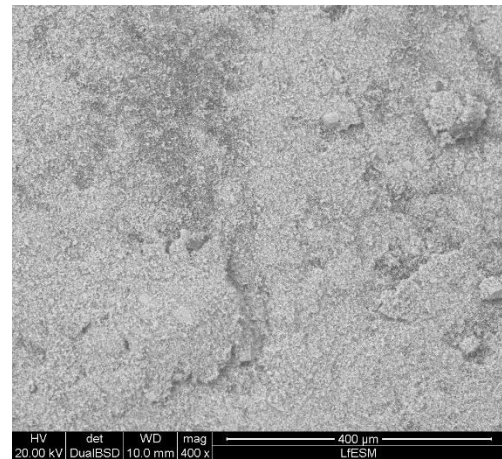


Abbildung 20: REM-Aufnahme "Eisenoxid Schwarz" 400µm

Tabelle 3-5: Elementverteilungs-Summenspektrum „Eisenoxid Schwarz“

Element	Massenanteil [%]
<i>Fe</i>	61.1
<i>O</i>	30.5
<i>C</i>	7.0
<i>Si</i>	0.7
<i>Ti</i>	0.4
<i>S</i>	0.2
<i>Ca</i>	0.1

Da das Rasterelektronenmikroskop keine Informationen über die vorliegende Verbindung liefert, kann keine Aussage getroffen werden, ob das Eisenoxid „Rot“ der Verbindung Fe_2O_3 entspricht und ob es sich bei Eisenoxid „Schwarz“ um Fe_3O_4 handelt. Da in den Stäuben auch Kohlenstoff in nicht vernachlässigbarer Menge vorliegt, ist es nicht möglich, über das Molmassenverhältnis die Verbindung abzuschätzen, da ebenfalls nicht bekannt ist, in welcher Form der Kohlenstoff vorliegt. Mit einer kleinen Restunsicherheit kann aber davon ausgegangen werden, dass die Farbe des Oxids ein Hinweis auf die Verbindung ist, da sonst keine anderen Elemente in ausreichender Menge vorliegen, um Einfluss auf die Farbe zu haben. Laut der GESTIS Stoffdatenbank weist das Oxid Fe_3O_4 eine schwarze Farbe auf [31] und die Verbindung Fe_2O_3 eine rotbraune Farbe [32], somit wird davon ausgegangen, dass es sich um die genannten Verbindungen handelt.

3.1.1 Herstellung der verwendeten Staubarten

Es wurden Vorversuche in der 20l Apparatur unternommen. Die Vorversuche stellen deutlich klar, dass die Eisenstäube („CUT“, „S30“) nicht elektrisch zündbar sind, denn die Zündenergie von 10J ist zu gering, um die Reaktion auszulösen. Deshalb wurden die Versuche mit chemischen Zündern durchgeführt. Die Vorversuche verdeutlichen ebenfalls, dass die Stäube mit ihrer ursprünglichen Korngrößenverteilung nicht verwendet werden können, da die ursprünglichen Stäube nicht explosionsfähig sind. Als Konsequenz wurden die einzelnen Fraktionen mittels Siebung getrennt. Die dafür eingesetzten Maschenweiten in μm sind 32, 63, 125, 250 und 500. Mittels Mischung dieser einzelnen Fraktionen wurden zwei Stäube hergestellt:

1. Staub A
2. Staub B

Theoretisch standen mit den Ergebnissen der Laserbeugungs-Partikelgrößenanalyse genauere Fraktionen der Partikel zur Verfügung. Allerdings hätte die Auftrennung der einzelnen Fraktionen aus den beschränkt verfügbaren Sieben und des verwendeten Trennverfahrens nicht genauer erfolgen können. Somit wurden für die Berechnung der einzelnen Fraktionsanteile die jeweilige Summe für die Fraktionen 32, 63, 125, 250 und $500\mu m$ gebildet, um die Mischungen herstellen zu können.

Staub A

Hintergrund dieser Mischung ist die Korngrößenverteilung des am Lehrstuhl Thermoprozesstechnik untersuchten DRI-Staubes. Staub A sollte so genau wie möglich dem DRI-Staub entsprechen, damit ggf. die gewonnenen Erkenntnisse aus dieser Arbeit in Bezug auf die Anwendbarkeit auf den DRI-Staub in zukünftigen Arbeiten untersucht werden können. Dieser Staub wurde ebenfalls mittels Laserbeugungs-Partikelgrößenanalyse untersucht. Das Ergebnis ist in Anhang VII zu finden. Hier betragen das gemittelte 10% Quantil $4\mu\text{m}$, das 90% Quantil $33\mu\text{m}$ und der Median $33\mu\text{m}$.

Anhand der Verteilung wurde eine Mischung aus der gesiebten Fraktion des „CUT“ und „S30“ hergestellt. Die Idee war, die einzelnen Massenanteile Pro Fraktion (μm : 32, 63, 125, 250 und 500) zu berechnen und mit dem kleinsten verfügbaren Massenanteil als Basis möglichst viel der gewünschten Mischung herzustellen. Dieser kleinste verfügbare Massenanteil ist die Summe aus der Fraktion 0- $32\mu\text{m}$ des verfügbaren „CUT“ und des „S30“.

Die benötigten Massenanteile für das Mischen wurden aus der Verteilung abgeleitet. Die Kornform wurde als Kugel angenommen und mittels der Dichte von Eisen auf Massenanteile umgerechnet. Bei Partikeln, bei denen die Dichte nicht vom Ort abhängig ist, entspricht die Korngrößenverteilung mit der Mengengart „Volumen“ der Verteilung mit der Mengengart „Masse“. Die Annahme für die Partikelform kann mittels der Aufnahmen des REM gerechtfertigt werden (Abbildung 14 und Abbildung 16).

Die verfügbaren Massen wurden grob abgewogen (siehe nächste Seite Tabelle 3-6), um eine Basis für die Berechnung zu haben. Diese Summe der bestimmenden Fraktion entspricht 430g , was in der endgültigen Mischung, wie im DRI-Staub, $46\text{m}\%$ betragen muss. Die anderen Fraktionen wurden so gemischt, dass die gesamte verfügbare Masse an der Fraktion des „S30“ aufgebraucht wurde und der Rest auf die benötigte Gesamtmasse der Fraktion durch den „CUT“ ergänzt wurde.

Ziele dieser Vorgehensweise sind, die größtmögliche Masse dieser Mischung herzustellen, dabei aber eine Rückverfolgbarkeit zu bewahren, falls die Korngrößen für die Aussagen genauer benötigt werden. Kein Ziel ist es, die Stäube immer im gleichen Verhältnis, des Feinstanteiles, zu mischen, da so die größtmögliche Masse nicht hergestellt werden kann. So konnte durch Einwiegen der einzelnen Fraktionen eine ähnliche Korngrößenverteilung erreicht werden. In der

Tabelle 3-7 ist die Zusammensetzung von Staub A dargestellt.

Tabelle 3-6: Verfügbare Massen der Stäube für die Mischung des Staubes A

Fraktion [μm]	DRI [m%]	verfügbar „CUT“ [g]	verfügbar „S30“ [g]	verfügbare Summe „CUT“ und „S30“ [g]
0-32	46	190	240	430
32-63	31	1200	190	1390
63-125	17	2200	11	2211
125-250	6	900	0.5	900.5
250-500	0	-	-	-
Summe	100	4490	441.5	4931.5

Tabelle 3-7: Korngrößenzusammensetzung Staub A

Fraktion [μm]	$m_{\text{„CUT“}}$ [g]	$m_{\text{„S30“}}$ [g]	„CUT“ [m%]	„S30“ [m%]	m_{Einwaage} [g]	Massenanteil [%]
0-32	174.85	223.94	44	56	398.8	45.9
32-63	82.69	187.01	31	69	269.7	31.0
63-125	138.46	11.03	93	7	149.5	17.2
125-250	49.78	0.48	99	1	50.2	5.7

Staub B

Da möglichst viele Versuche mit dem verfügbaren gekauften Staub durchgeführt werden sollten und der „S30“ aufgebraucht war, wurde Staub B aus der noch übriggebliebenen „CUT“ Anteilen $63\mu\text{m}$ und $125\mu\text{m}$ gemischt. Es wurde keine gröbere Fraktion zugegeben, da die Vorversuche gezeigt haben, dass der Grobanteil die Explosionsfähigkeit herabsetzt und für die Versuche ein möglichst reaktiver Staub nötig ist. Die Zusammensetzung von Staub B ist in Tabelle 3-8 dargestellt.

Tabelle 3-8 Korngrößenzusammensetzung Staub B

Fraktion [μm]	m_{Einwaage} [g]	Massenanteil [%]
32-63	1116.0	35.0
63-125	2059.0	65.0

3.1.2 Eisenoxidgehalte

Um den Einfluss der Eisenoxide festzustellen, wurden Staub A und B mit Eisenoxiden gemischt. Für die jeweilige Probe wurde das Eisenoxid als bestimmter Massenanteil eingewogen. Die Massenanteile orientieren sich an jenen Massenanteilen, die in der Arbeit von Guo, Y., et al. [6] verwendet werden, um ggf. über einen Vergleich der Ergebnisse Aussagen treffen zu können. Dem Staub werden 5 oder 10m% des jeweiligen Eisenoxids oder eine Kombination aus jeweils 5m% der Eisenoxide hinzugegeben. Pro Zusammensetzung wurden für den Staub A zwei Versuche veranschlagt und für den Staub B jeweils drei. Grund dafür ist die mengenmäßige Begrenzung von Staub A. In Tabelle 3-9 sind auszugsweise Proben mit Ihrer Zusammensetzung und die Zündenergie für den Versuch aufgelistet. Die gesamte Auflistung siehe Anhang I. Die Probenbezeichnung ergibt sich aus der Staubart (A/B), der Zündenergie in *kJ* (02/10) und einer zweistelligen Nummer, wobei die erste Stelle den Eisenoxidgehalt angibt und die zweite die einzelne Wiederholung des Versuchs. Das heißt die „00er“-Gruppe ist der Reinversuch, die „10er“ die mit 10m% Fe_2O_3 , die „20er“ mit 10m% Fe_3O_4 , die „30er“ mit 5m% Fe_2O_3 , die „40er“ mit 5m% Fe_3O_4 und die „50er“ mit 5m% Fe_2O_3 und 5m% Fe_3O_4 .

Tabelle 3-9: Auszug zu den einzelnen Staubprobenzusammensetzungen

Nummer	Staub [–]	m_{Einwaage} Staub [g]	m_{Einwaage} Fe_2O_3 [g]	Massenanteil Fe_2O_3 [m%]	m_{Einwaage} Fe_3O_4 [g]	Massenanteil Fe_3O_4 [m%]	Zündenergie [kJ]
A1000	A	25.00	-	0	-	0	10
B1010	B	22.50	2.51	10.0	-	0	2
A0221	A	22.51	-	0	2.51	10.0	2
B0232	B	23.76	1.26	5.0	-	0	2
A1040	A	23.77	-	0	1.26	5.0	10
B1051	B	22.50	1.25	5.0	1.25	5.0	10

3.1.3 Versuchsumfang

In Tabelle 3-10 ist ein Überblick über alle durchgeführten Versuche ersichtlich. Die Parameter für die Vorversuche sind in Tabelle 3-11 aufgelistet. Die Fehlversuche sind durch eine falsche Handhabung der Apparatur entstanden und wurden nicht in die Auswertung mit einbezogen.

Tabelle 3-10: Überblick über den Versuchsumfang

Staub	Zündenergie [kJ]	gültige Versuche	Wiederholungen mit gleichen Parametern	Fehlversuche
Vorversuche	verschiedene	14	1	4
A	2	14	4+2*	0
A	10	14	4+2*	0
B	2	18	3	1
B	10	18	3	1
Summe (ohne Vorversuche)	-	64	-	2

* Die Versuche mit Proben ohne Eisenoxid wurden 4-mal durchgeführt, die Mischungen wurden jeweils 2-mal untersucht.

Tabelle 3-11: Überblick über den Umfang der Vorversuche

Staub	Zündenergie [kJ]	Konzentration $\left[\frac{g}{m^3}\right]$	Versuche
Zünder (kein Staub)	0.2, 0.5, 2, 10	0	8
„CUT“ <63 μ m	0.2, 0.5, 2, 10	500, 1000	8
A	0.2, 0.5, 10	1250	3
B	0.5, 2, 10	1250	3
Summe	-	-	22

3.2 Versuchsablauf

Vorbereitend wird die Wasserkühlung der Apparatur angeschlossen und die Anlage auf 20°C temperiert. Die Probe wird in den Vorratsbehälter eingebracht, welcher verschlossen wird. Der verschlossene Prüfraum der Kugel wird vakuumiert (0,4bara) und der Vorratsbehälter mit einem Überdruck von 20bar_g nach Versuchsstart automatisch beaufschlagt. Die Software steuert das Auslassventil, nach der Zündverzögerungszeit zündet die Software den Zünder. Der gesamte Ablauf wird nach dem Versuchsstart aufgezeichnet.

An dieser Stelle soll eine „Schritt-für-Schritt Anleitung“ zur Versuchsdurchführung gegeben werden. Es wird zwischen den Tätigkeiten, die vor und nach einer Versuchsreihe durchzuführen sind und den Tätigkeiten die bei jedem einzelnen Versuch abuarbeiten sind unterschieden. Folgende Tätigkeiten sind für den Rückbau sinngemäß der Tätigkeiten vor dem Versuch auszuführen:

1. Optische Kontrolle der Versuchsapparatur und der zugehörigen Peripherie.
2. Inbetriebnahme des PCs und der Messgeräte
 - a. Starten *KSEP 7.1*
 - b. Einschalten des Mess- und Steuergeräts *KSEP 332*
3. Anschließen der Wasserkühlung und Temperierung auf 20°C
4. Druckluftversorgung sicherstellen

Tätigkeiten für einen Versuch:

1. Zünder an Zünderhalter anbringen
2. Prallblech einsetzen
3. Prüfkammer verschließen
4. Elektroden anschließen
5. Probe in den Vorratsbehälter einbringen
6. Vorratsbehälter verschließen
7. Prüfkammer vakuumieren (0,4bar)
8. Staubkonzentrationsparameter in *KSEP 7.1* einstellen
9. Versuch starten
 - a. Der Vorratsbehälter wird automatisch druckbeaufschlagt (20bar_g)
 - b. Das Auslassventil wird automatisch geöffnet
 - c. Automatische Zündung
10. Beobachtung der Umsetzung (Kontrolle ob Umsetzung bei 20bar_g)
11. Prüfkammer entlüften
12. Prüfkammer reinigen

4 Auswertungsmethodik

Die Auswertung der aus *KSEP 7.1* exportierten Daten wurde mittels *Python*-Codes durchgeführt. Die verwendeten Codes befinden sich in Anhang II. In diesem Kapitel wird die Funktionsweise der einzelnen Codes beschrieben. Die detaillierten Ergebnisse der Auswertung sind in Anhang III, IV und V zu finden.

4.1 *Python*-Programme

4.1.1 Programm für die Messwertauswertung

Der Dateiname des Programmes ist „Test_Analyses.py“. In diesem Programm findet die Auswertung der Daten statt. Input sind die Messdaten als *.txt*-Datei und eine *.txt*-Datei, welche genauere Informationen aller Versuche enthält. Die Ergebnisse sind die jeweiligen Diagramme der Druckverläufe und berechneten Daten, welche in einer *Excel*-Arbeitsmappe abgespeichert werden. Die Übersicht der einzelnen Funktionen ist in Tabelle 4-1 ersichtlich.

Tabelle 4-1: Übersicht der Funktionen im Programm "Test_Analyses.py"

Funktion	Beschreibung
f_readfile()	Einlesen der Messdatei
f_get_header_index()	Auslesen der Kopfzeile der Messdatei
f_data_mean_pressure()	ggf. Mittelung des Drucks
f_dp_dt()	Druckanstiegsgeschwindigkeitsberechnung
f_data_slice()	Entfernen des negativen Druckbereichs
f_dp_dt_max()	Finden der maximalen Druckanstiegsgeschwindigkeit
f_p_max()	Finden des maximalen Druckes
f_plot_figure()	Plot für den einzelnen Versuch
f_plot_comparison()	Plot aller Versuche
f_plot_comparison_dp()	Plot aller Versuche, Ausschnitt
f_output()	Zusammenfassen aller anderen Funktionen

f_readfile()

Diese Funktion liest die *.txt*-Datei mittels übergebenem Pfad als *pandas* Dataframe ein, dieser wird anschließend zurückgegeben. Für die Arbeit mit vielen Daten bietet sich *pandas* an, da viele interne Funktionen bereits verfügbar sind und die Darstellungsform eines Dataframes übersichtlich ist.

f_get_header_index()

Diese Funktion liest die Kopfzeile der *.txt*-Datei aus und speichert diese in eine Liste. Die Liste enthält die Spaltennamen und es kann mittels jeweiligem Index einfach auf die jeweilige Spalte in anderen Funktionen zugegriffen werden.

f_data_mean_pressure()

In dieser Funktion wird der Druck gemittelt und in einer neuen Spalte dem Dataframe hinzugefügt. Da während der Versuche ein Drucksensor nicht ordnungsgemäß funktioniert hat, wird bei der Auswertung der Druck des funktionierenden Sensors als Mittel geschrieben. Sollte das Programm in Zukunft wieder verwendet werden, ist das zu bedenken.

f_dp_dt()

In dieser Funktion wird die Druckanstiegsgeschwindigkeit berechnet. Hierzu werden die Zeit und der jeweilige Druck in Listen gespeichert. Um den Gradienten berechnen zu können, muss die Zeitdifferenz bekannt sein, diese wird in der Funktion ebenfalls berechnet. Dies ist möglich, da die Messzeitschritte über den einzelnen Versuch konstant sind. Damit kann der Gradient mittels einer internen Funktion aus der *NumPy*-Programmbibliothek berechnet werden. Die jeweilige Druckzunahme wird in einer neuen Spalte im Dataframe gespeichert.

f_data_slice()

In dieser Funktion wird der negative Druckbereich entfernt. Hierzu wird die Zeile gesucht, in welcher der Druck kleiner einem bestimmten Wert ist, und gleichzeitig die Druckanstiegsgeschwindigkeit größer $0\text{bar} * \text{s}^{-1}$ ist.

Es kann nicht nach der Zeile in der Druck 0bar ist gesucht werden, da der Druck in diesem Bereich zwischen negativem und positivem Bereich springt. Durch die Überschreitung der bestimmten Schwelle, kann ein „zu frühes“ Abscheiden verhindert werden. Der Dataframe wird jetzt von dieser Zeile bis zum Ende verkürzt und die erste Zeile als neuer Zeitnullpunkt definiert. Es wird eine Kopie dieses Dataframes zurückgegeben um sicherzustellen, dass die alten Indizes nicht mit übergeben werden.

f_dp_dt_max()

In dieser Funktion wird die maximale Druckanstiegsgeschwindigkeit mittels interner Funktion von *pandas* im übergebenen Dataframe gesucht und zurückgegeben.

f_p_max()

In dieser Funktion wird der maximale Druck mittels interner Funktion von *pandas* im übergebenen Dataframe gesucht und zurückgegeben.

f_plot_figure()

Hier wird der Dataframe übergeben, es wird der Druck über die Zeit geplottet. Der Plot wird formatiert und als *.svg*-Datei gespeichert.

f_plot_comparison()

Dieser Funktion wird ein Dataframe übergeben, in der alle Messdaten und berechneten Daten aller Versuche im aktuellen Verzeichnis zusammengefasst sind. Mittels einer *for*-Schleife wird der jeweilige Druck über die Zeit geplottet. Anschließend wird der Plot formatiert und als *.svg*-Datei gespeichert.

f_plot_comparison_dp()

Diese Funktion ist gleich aufgebaut wie f_plot_comparison(). Der Unterschied ist, dass der Darstellungsbereich der Abszisse auf 100ms beschränkt wird, um ein genaueres Bild von der Anfangsphase darstellen zu können.

f_output()

In dieser Funktion werden die einzelnen Funktionen zusammengefasst aufgerufen. Die Ergebnisse werden zurückgegeben und außerhalb der Funktion in einer *Excel*-Arbeitsmappe gespeichert.

4.1.2 Programm für die Korrelationsanalyse

Der Dateiname des Programmes ist „Korrelation.py“. In diesem Programm werden die Korrelationen zwischen den Parametern berechnet. Inputgröße sind die, mittels *Excel* zusammengefassten, Versuchsdaten als *.txt*-Datei abgespeichert. Output ist eine *.txt*-Datei, welche die Ergebnisse der Korrelationsanalyse enthält. Die Übersicht der einzelnen Funktionen ist in Tabelle 4-2 ersichtlich.

Tabelle 4-2 Übersicht der Funktionen im Programm "Korrelationen.py"

Funktion	Beschreibung
f_readfile()	Einlesen der Messdatei
f_get_header_index()	Auslesen der Kopfzeile der Messdatei
f_correlation_spearman()	Berechnung des Korrelationskoeffizienten nach Spearman
f_normaltest()	Überprüfung der Daten auf Normalverteilung
f_scatter_matrix()	Plot einer Streudiagrammatrize
f_output()	Zusammenfassen aller anderen Funktionen

f_readfile()

siehe Kapitel 4.1.1

f_get_header_index()

siehe Kapitel 4.1.1

f_correlation_spearman()

In dieser Funktion wird der Spearman-Korrelationskoeffizient berechnet. Es wird ebenfalls eine interne Funktion aus *pandas* verwendet. Wichtig ist, dass der Koeffizient für alle Variablen berechnet wird und als Ergebnis gespeichert wird. Jedoch muss bei der Interpretation darauf geachtet werden, dass der Spearman-Koeffizient nicht zwischen allen Parametern berechnet werden kann. Die Ergebnisse werden in der *.txt*-Datei gespeichert.

f_normaltest()

Mit dieser Funktion kann durch die Überprüfung der Nullhypothese überprüft werden, ob die Daten normalverteilt sind. Dies wird mittels einer integrierten Funktion in der Bibliothek bewerkstelligt. Die Ergebnisse werden in der *.txt*-Datei gespeichert.

f_scatter_matrix()

In dieser Funktion werden alle Parameter gegeneinander in Form eines Streudiagramms geplottet. Zusätzlich werden jene Parameter, die wenige Ausprägungen besitzen, mit einem Rauschen versehen, um im Diagramm die Häufung der Datenpunkte erkennbar zu machen.

f_output()

Diese Funktion dient der Zusammenführung aller anderen Funktionen.

4.2 Ergebnisse

In folgendem Unterkapitel wird an Beispielen erläutert, wie die Druckverläufe ausgewertet wurden. Weiters werden die Ergebnisse der Korrelationsanalyse präsentiert. Es ist zu erwähnen, dass die Versuche für Staub B mit $2kJ$ und $10kJ$ durchgeführt wurden, jedoch für die Analysen nur jene mit $10kJ$ Zündenergie miteinbezogen wurden. Denn der Großteil der Druckverläufe des Staubes B und $2kJ$ weist keine wesentliche Abweichung vom Druckverlauf des Zünders mit der Zündenergie $2kJ$ auf, dieser Umstand ist in Abbildung 21 ersichtlich. Dieser Umstand würde die Analyseergebnisse verzerren.

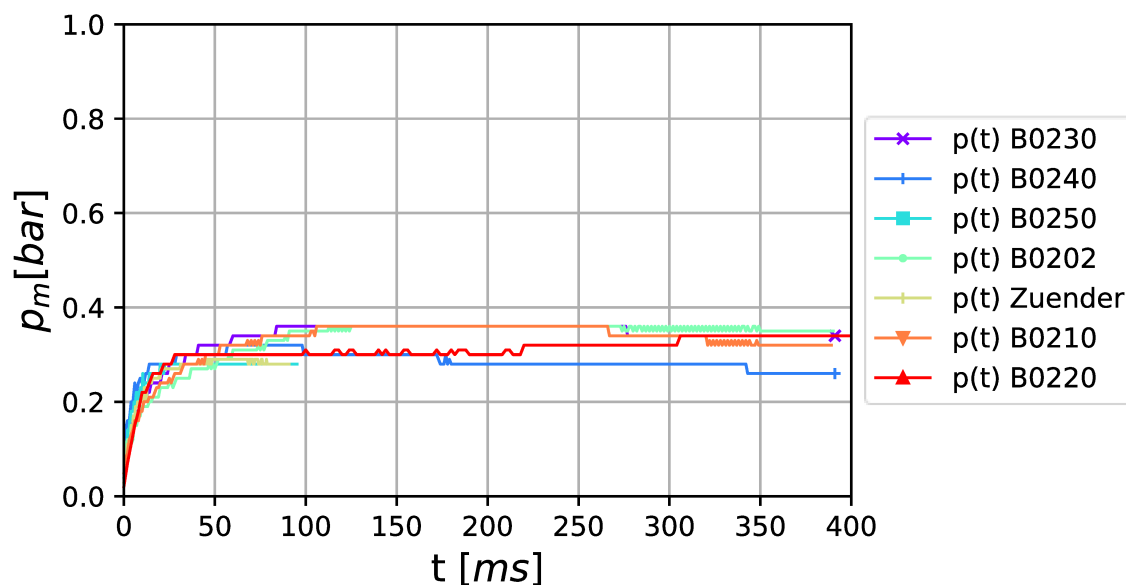


Abbildung 21: Vergleich der Druckverläufe ausgewählter Proben der Versuche mit Staub B und $2kJ$ und dem Druckverlauf des $2kJ$ Zünders

4.2.1 Druckverlauf

Der Druckverlauf wurde mittels *Python-Skript* als *.svg*-Datei gespeichert. Diese Verläufe dienen dazu, die einzelnen Versuche vor allem hinsichtlich der Ausprägung der ggf. sekundären Beschleunigung zu bewerten. Die Ausprägung wurde für jeden Versuch einzeln bestimmt. Die Ausprägung wurde mit 0 bei keiner ersichtlichen, mit 0.5 bei einer schwachen und mit 1 bei einer deutlichen Ausprägung bewertet. Da die Ausprägung manuell bewertet wird ist ein gewisser Einfluss der subjektiven Einschätzung gegeben, es wurde dieser Einfluss jedoch durch sorgfältiges Vorgehen klein gehalten. Die Bewertung war notwendig, um Daten für den Parameter in der Korrelationsanalyse zu erhalten. Die drei Stufen wurden gewählt, da mehr Stufen nur schwierig manuell zu beurteilen gewesen wären. Weniger Stufen hätten das Ergebnis verzerrt, da es viele Versuche gibt, in denen die Beschleunigung zwar optisch vorhanden ist, jedoch nicht voll ausgeprägt ist. Als Beispiel für die optische Bewertung sind in Abbildung 22 drei Verläufe dargestellt, wobei jeder Verlauf jeweils eine Ausprägungsstufe zeigt. In

Tabelle 4-3 ist die Bewertung ersichtlich, die Druckverläufe aller Versuche sind Anhang V

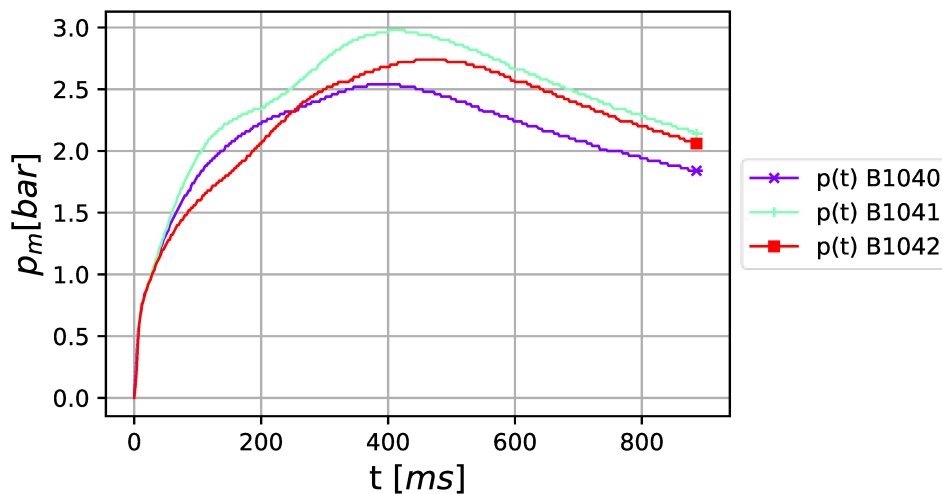


Abbildung 22: Beispiel für die Bewertung der Ausprägung der sekundären Beschleunigung

zu entnehmen.

Tabelle 4-3: Bewertung der Ausprägung der sekundären Beschleunigung am Beispiel dreier Versuche in Abbildung 22

Versuchsnummer	Ausprägung der sekundären Beschleunigung [-]
B1040	0
B1042	0.5
B1041	1

4.2.2 Korrelationskoeffizienten

Die Korrelationskoeffizienten wurden mit Hilfe des in Kapitel 4.1.2 erwähnten *Python*-Skripts berechnet. Der Zusammenhang wurde unter Verwendung des Spearman-Korrelationskoeffizienten quantifiziert, um die Interpretation aller Ergebnisse zu beschleunigen. Jedoch sind die Ergebnisse auf Plausibilität zu prüfen. Für die Analyse wurden nur die Ergebnisse A10XX, A02XX und B10XX miteinbezogen, die Begründung hierfür wurde am Anfang des Kapitels erwähnt. Somit wurden die Ergebnisse von 46 Versuchen miteinbezogen.

Zunächst war es nötig, die Skalen der einzelnen Parameter zu bestimmen. Im Falle des Parameters Staub wurde Staub A der numerische Wert 0 und Staub B der numerische Wert 1 zugewiesen. Die Zündenergie von $2kJ$ wurde mit 0 und $10kJ$ mit 1 festgelegt. Diese Vereinfachung wurde getroffen, um die Berechnung der Koeffizienten zu ermöglichen, bzw. sie zu vereinfachen. Zusätzlich wurde mittels *Python*-Skript *Korrelation.py* bestimmt, ob die einzelnen Parameter normalverteilt sind. Die Skalierung und ob die Daten normalverteilt sind, kann Tabelle 4-4 entnommen werden.

Tabelle 4-4: Ergebnisse der Skalenniveaubestimmung und der Überprüfung der Verteilung der Parameter

Parameter	Skala	Normalverteilung
Staub	nominal	nicht normalverteilt
Druck [<i>bar</i>]	metrisch	normalverteilt
Druckanstiegsgeschwindigkeit [$bar * s^{-1}$]	metrisch	normalverteilt
Fe_2O_3 [<i>m%</i>]	ordinal	normalverteilt
Fe_3O_4 [<i>m%</i>]	ordinal	normalverteilt
sekundäre Beschleunigung	ordinal	normalverteilt
Zündenergie	ordinal	nicht normalverteilt

Um grafisch beurteilen zu können, ob zwischen den metrisch skalierten Daten ein linearer Zusammenhang besteht, wurde eine Streudiagramm-Matrix mittels *Python*-Skript angefertigt. Ein Streudiagramm aus dieser Matrix ist in Abbildung 23 abgebildet, wobei aus Übersichtsründen hier nicht die gesamte Matrix abgebildet ist. Im Streudiagramm sind die einzigen metrischen Parameter Druckanstiegsgeschwindigkeit (Ordinate) gegen den Druck (Abszisse) aufgetragen. Die gesamte Matrix ist im Anhang IV zu finden. In der Diagonale sind Histogramme für die jeweilige Variable dargestellt, womit die Verteilung der Daten erkennbar ist. Abseits der Diagonale sind Streudiagramme dargestellt, mit welchen es möglich ist, einen linearen Zusammenhang abzuschätzen. In der Matrix entspricht Staub 0 dem Staub A (Kreis) und Staub 1 dem Staub B (Viereck). Die Histogramme decken sich mit der rechnerischen Überprüfung, ob es sich um normalverteilte Daten handelt (Tabelle 4-4).

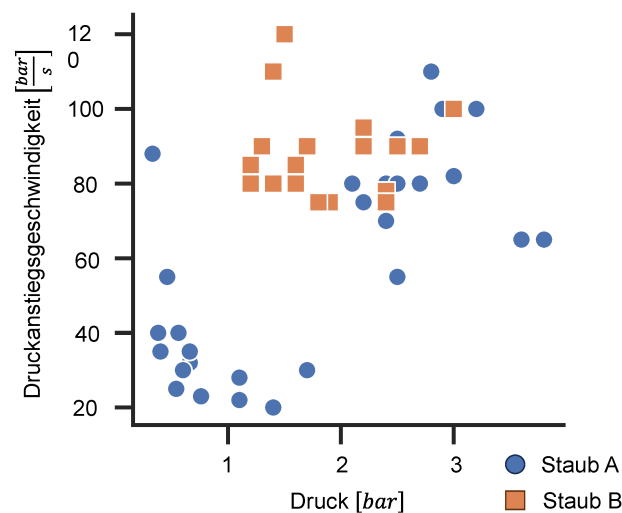


Abbildung 23: Streudiagramm Druckanstiegsgeschwindigkeit vs. Druck

Im Vorfeld wurde entschieden, welche Korrelationen sinnvoll sind und bei welchen nur ein statistischer Zusammenhang besteht, bzw. welche Zusammenhänge nicht sinnvoll für die Beantwortung der Fragestellung sind. Das Ergebnis dieser Vorüberlegung ist in Tabelle 4-5 ersichtlich. Die Überlegungen wurden im Hinblick auf die Fragestellung durchgeführt. Beispiel dafür ist, dass die Zündenergie den Druck beeinflusst, allerdings geht es bei der Beantwortung nicht um den absoluten Druck, somit ist ein Zusammenhang vorhanden, der jedoch für die Fragestellung irrelevant ist. Ein weiteres Beispiel ist der Einfluss der Zündenergie auf die Ausprägung der sekundären Beschleunigung. Dies dient der Beantwortung und ist somit als sinnvoll zu betrachten.

Tabelle 4-5: Theoretische Bewertung der Zusammenhänge

Zündenergie	sekundäre Beschleunigung	Fe_3O_4 [m%]	Fe_2O_3 [m%]	$\frac{dp}{dt}$ [bar * s ⁻¹]	Druck [bar]	Staub	Parameter
unabhängig	abhängig, sinnvoll	unabhängig	unabhängig	abhängig, sinnvoll	abhängig, sinnvoll	-	Staub
abhängig, nicht sinnvoll	abhängig, sinnvoll	abhängig, sinnvoll	abhängig, sinnvoll	abhängig, sinnvoll	-	-	Druck [bar]
abhängig, nicht sinnvoll	abhängig, sinnvoll	abhängig, sinnvoll	abhängig, sinnvoll	-	-	-	$\frac{dp}{dt}$ [bar * s ⁻¹]
unabhängig	abhängig, sinnvoll	unabhängig	-	-	-	-	Fe_2O_3 [m%]
unabhängig	abhängig, sinnvoll	-	-	-	-	-	Fe_3O_4 [m%]
abhängig, sinnvoll	-	-	-	-	-	-	sekundäre Beschleunigung
-	-	-	-	-	-	-	Zündenergie

In Tabelle 4-6 sind nur eben jene Ergebnisse der Korrelationsanalyse angeführt, die für sinnvoll erachtet wurden. Jedoch sind die Zusammenhänge zwischen der Staubart und den anderen Parametern ausgespart, da bei den Zusammenhängen mit der Staubart bei den Streudiagrammen (siehe Anhang IV) nur der Zusammenhang mit dem Druck interessant erscheint. Bis auf Druck, Druckanstiegsgeschwindigkeit und die Ausprägung der sekundären Beschleunigung sind die Parameter unabhängig der Staubart.

Im Streudiagramm der Staubart und der Ausprägung der sekundären Beschleunigung (Abbildung 24) ist kein Einfluss der Staubart zu erkennen, da diese gleich verteilt sind. Im Streudiagramm zwischen Staubart und Druckanstiegsgeschwindigkeit (Abbildung 25) ist zu erkennen, dass Staub B höhere Geschwindigkeiten aufweist, was darauf zurückzuführen ist, dass nur Versuche mit der Staubart B mit 10kJ in die Analyse miteingeflossen sind.

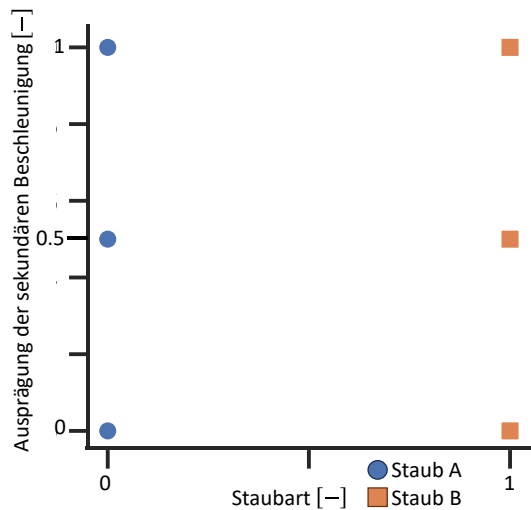


Abbildung 24: Streudiagramm Ausprägung der sekundären Beschleunigung vs. Staubart

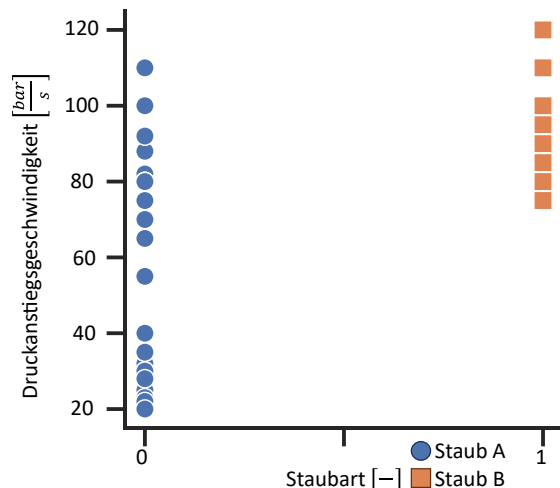


Abbildung 25: Streudiagramm Druckanstiegsgeschwindigkeit vs. Staubart

Da in Abbildung 23 im Streudiagramm zwischen Druck und Druckanstiegdiagramm kein linearer Zusammenhang besteht, wird dieser Zusammenhang mittels Spearmans ρ berechnet. Die Berechnungsarten beschränken sich daher auf Spearmans ρ . Im nachfolgenden Kapitel 5 werden die in Tabelle 4-6 dargestellten Ergebnisse interpretiert und diskutiert. Die Ergebnisse für alle Parameter sind in Anhang III zu finden.

Tabelle 4-6: Ergebnis der Berechnung des Korrelationskoeffizienten

Parameter A	Parameter B	Korrelations- koeffizient [-]	verbalisierter Zusammenhang
Druck [bar]	Druckanstiegs- Geschwindigkeit [bar * s ⁻¹]	0.5	stark positiv
Druck [bar]	Fe ₂ O ₃ [m%]	-0.1	schwach negativ
Druck [bar]	Fe ₃ O ₄ [m%]	0.1	schwach positiv
Druck [bar]	sekundäre Beschleunigung	-0.2	schwach negativ
Druckanstiegsgeschwindigkeit [bar * s ⁻¹]	Fe ₂ O ₃ [m%]	0.1	schwach positiv
Druckanstiegsgeschwindigkeit [bar * s ⁻¹]	Fe ₃ O ₄ [m%]	0.2	schwach positiv
Druckanstiegsgeschwindigkeit [bar * s ⁻¹]	sekundäre Beschleunigung	-0.3	mittel negativ
Fe ₂ O ₃ [m%]	sekundäre Beschleunigung	-0.2	schwach negativ
Fe ₃ O ₄ [m%]	sekundäre Beschleunigung	0.3	mittel positiv
Zündenergie	sekundäre Beschleunigung	-0.3	mittel negativ
Zündenergie	Druckanstiegs- geschwindigkeit [bar * s ⁻¹]	0.7	stark positiv

5 Ergebnisdiskussion

Hier sollen die gewonnenen Ergebnisse der Korrelationsanalyse mit den Abbildungen der Druckverläufe verglichen und somit auf Plausibilität bewertet werden. Es werden Abweichungen diskutiert und auf mögliche Fehlerquellen eingegangen. Bei dem Vergleich der Druckverläufe ist darauf zu achten, dass die Ordinaten zwischen den Versuchsreihen A10, A02 und B10 unterschiedlich skaliert sind.

5.1 Starke Einflüsse

Der Einfluss der Staubart wurde mittels dem Streudiagramm in Abbildung 23 und den einzelnen Druckverläufen interpretiert. Die Ergebnisse dieser Interpretationen sind, dass die Art des Staubes stark positiv mit dem Druck und der Druckanstiegsgeschwindigkeit zusammenhängt. Der Staub wird durch seine Korngröße charakterisiert, somit kann davon ausgegangen werden, dass die Korngrößenverteilung starken Einfluss auf die Reaktion und damit auf Druck und Druckanstiegsgeschwindigkeit hat.

Diese Beobachtung gilt für den Großteil der Versuche. Beispielhaft dafür sind die Druckverläufe verschiedener Proben in Abbildung 26 dargestellt. Bei niedriger Zündenergie reagiert grundsätzlich Staub B deutlich schwächer als Staub A, dasselbe gilt jedoch auch bei gleicher Zündenergie. Es kann angenommen werden, dass dafür der fehlende Feinstanteil $<32\mu\text{m}$, welcher am reaktivsten ist, verantwortlich ist.

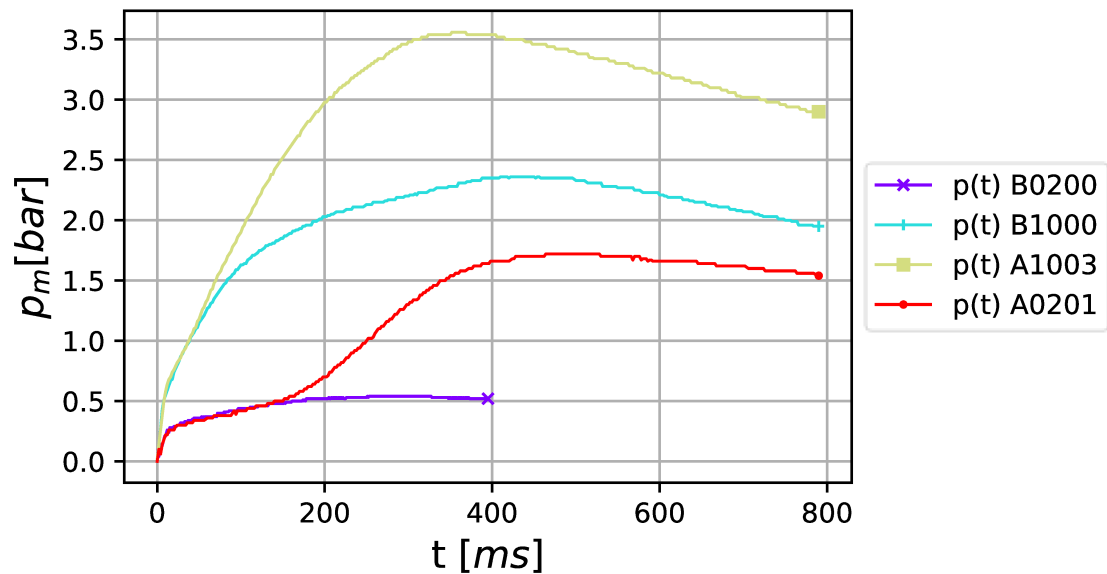


Abbildung 26: Einfluss der Korngrößenverteilung und Zündenergie auf den Druckverlauf.

Im Gegensatz zu den anderen dargestellten Versuchen fehlt bei B1000 der Feinstanteil von $<32\mu\text{m}$

Jedoch kann auch der gegenteilige Fall eintreten, wie im Vergleich der Druckverläufe in Abbildung 27 dargestellt ist. Hier ist deutlich erkennbar, dass der sonst trägere Staub B einen höheren maximalen Druck als Staub A aufweist. Dies liegt vermutlich an den lokalen Reaktionsbedingungen, das zeigt, wie wichtig diese sind. Daraus zu schließen ist, dass Stäube zwar größtenteils träge reagieren, wobei nicht auszuschließen ist, dass diese unter optimalen Bedingungen heftiger reagieren können.

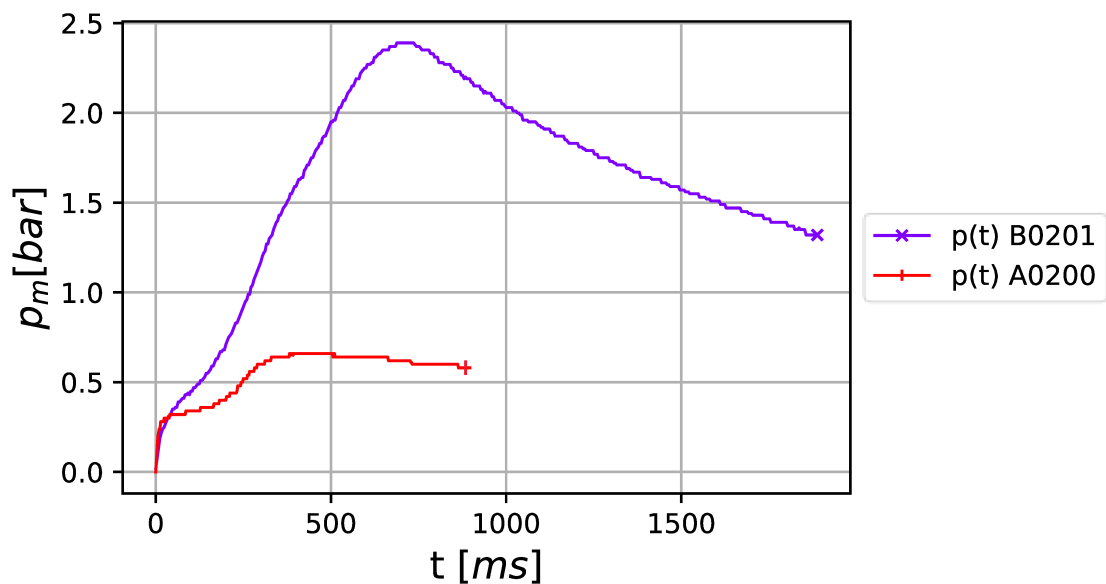


Abbildung 27: Einfluss der lokalen Bedingungen auf den Druckverlauf

Ein stark positiver Zusammenhang der rechnerischen Korrelationsanalyse wurde zwischen dem Explosionsdruck und der Druckanstiegsgeschwindigkeit erkannt. Dieser beruht darauf, dass die Druckanstiegsgeschwindigkeit als Indikator für die Heftigkeit der Reaktion betrachtet werden kann. Je heftiger die Reaktion, desto mehr Energie steht für die Expansion der Gase, hauptsächlich N_2 , zur Verfügung, damit erhöht sich der erreichbare Druck.

Die Versuche A1041 und B1041 weisen eine relativ hohe Druckanstiegsgeschwindigkeit von $110 \text{ bar} \cdot \text{s}^{-1}$ auf, dies ist jeweils der maximal auftretende Wert je Versuch. Allerdings ist diese hohe Geschwindigkeit kein Garant für höchste Drücke, denn A1002 weist eine geringere mit $65 \text{ bar} \cdot \text{s}^{-1}$ auf, jedoch einen höheren Druck. Weiters weist der Versuch B1022 mit $120 \text{ bar} \cdot \text{s}^{-1}$ die höchste Geschwindigkeit auf, jedoch liegt der Druck nicht über jenem des Zünders, wie in Abbildung 28 ersichtlich ist.

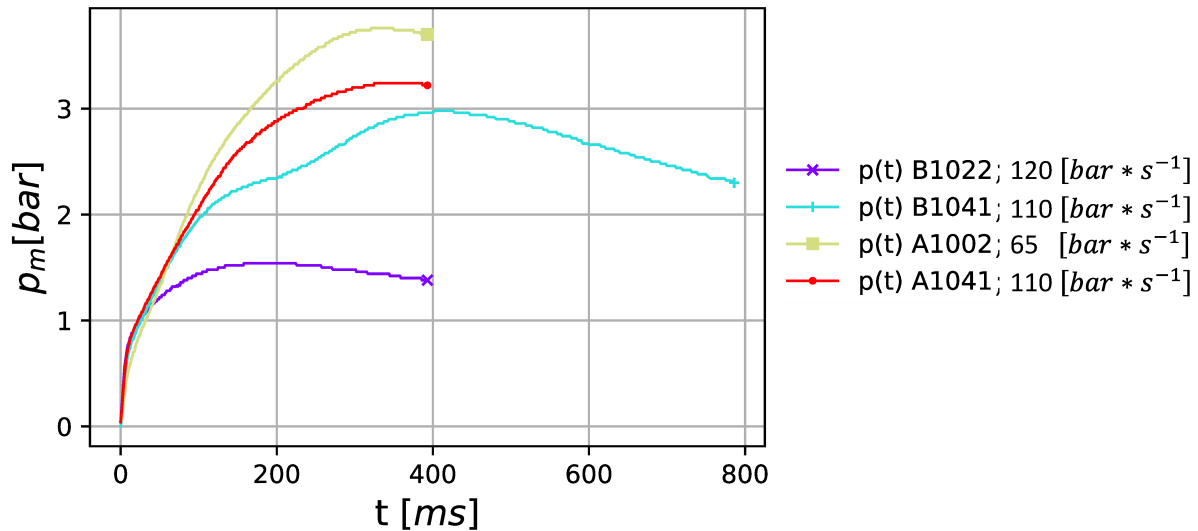


Abbildung 28: Vergleich von Druckverläufen mit unterschiedlichen Druckanstiegsgeschwindigkeiten im Hinblick auf den maximalen Druck

Ebenfalls handelt es sich beim Zusammenhang zwischen dem Zünder und der Druckanstiegsgeschwindigkeit um einen stark positiven Einfluss. Diese Richtung und Ausprägung waren erwartbar und wurden durch die Analyse bestätigt.

5.2 Mittlere Einflüsse

Die Druckanstiegsgeschwindigkeit und die Ausprägung der sekundären Beschleunigung weisen einen mittleren negativen Zusammenhang auf. Die sekundäre Beschleunigung kann als Ergebnisgröße und die Druckanstiegsgeschwindigkeit als Ausgangsgröße betrachtet werden, hier ist die Wirkrichtung klar. Der Zusammenhang bedeutet, dass höhere Druckanstiegsgeschwindigkeiten gewöhnlich zu geringerer Ausprägung der sekundären Beschleunigung führen. Beispielhaft dafür sind unter anderem die Druckverläufe der Versuche A0220 und A1020 in Abbildung 29 abgebildet.

Zwischen Zündenergie und Ausprägung der sekundären Beschleunigung lässt sich ebenfalls ein mittlerer negativer Zusammenhang feststellen. Dieser lässt erkennen, dass die höhere Zündenergie zu einer undeutlicheren Ausprägung führt. Wie in 5.1 erwähnt, führt eine höhere Zündenergie zu einer höheren Druckanstiegsgeschwindigkeit und damit zu einer geringeren Ausprägung, somit ist dieser Zusammenhang ebenfalls plausibel.

Beobachtet werden konnte, dass dieser Sachverhalt für die Überzahl der Versuche zutreffend ist. Dennoch ist in Abbildung 29, im Vergleich mit dem Druckverlauf des Versuches A1051, ersichtlich, dass dieser ebenfalls eine deutliche Ausprägung der sekundären Beschleunigung aufweist, obwohl die Zündenergie 10kJ beträgt. Dies kann wieder auf die lokalen Bedingungen während der Reaktion zurückgeführt werden.

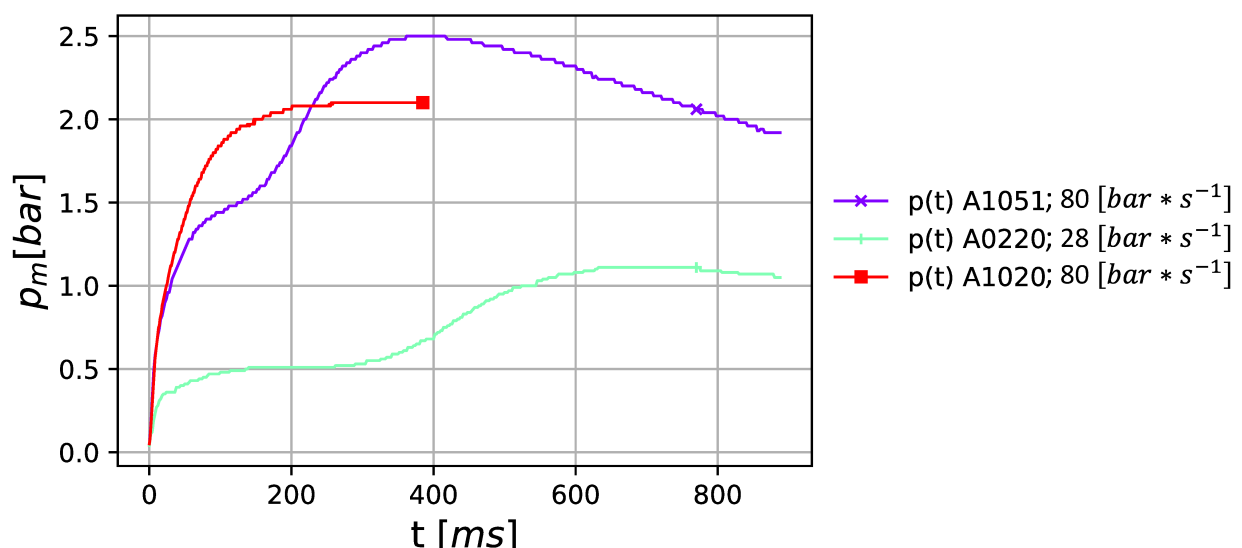


Abbildung 29: Einfluss der Druckanstiegsgeschwindigkeit auf die Ausprägung der sekundären Beschleunigung

Ein mittlerer positiver Zusammenhang wurde zwischen Fe_3O_4 -Gehalt und der Ausprägung der sekundären Beschleunigung festgestellt worden. Das bedeutet, dass eine Zunahme des Fe_3O_4 zu einer Verdeutlichung der Ausprägung führt. Der Einfluss wurde nur von 0 bis 10m% untersucht, es ist zu erwarten, dass bei größeren Gehalten dieser Effekt nicht mehr beobachtet werden kann, da das Oxid selbst nicht staubexplosionsfähig ist. Das Oxid erhöht den Inertanteil und macht damit schlussendlich die Reaktion unwahrscheinlicher. Hervorzuheben ist, dass es einen Unterschied zwischen den verwendeten Oxiden gibt. Der Grund könnte darin liegen, dass Fe_3O_4 über $80^\circ C$ instabil werden kann und dann das in Fe_3O_4 enthaltene FeO zu Fe_2O_3 oxidiert wird, dabei wird Wärme frei [31]. Somit ist der Zusammenhang der Zunahme der Ausprägung der sekundären Beschleunigung plausibel.

Allerdings wird durch den Vergleich der Druckverläufe in Abbildung 30 ersichtlich, dass dieser Effekt bei Versuchen mit $2kJ$ eintritt, jedoch bei Versuchen mit $10kJ$ nicht beobachtet werden kann. Die Zusammensetzung in der Abbildung ist die reine Staubart (00er), ein Gemenge mit 5m% (40er) und ein Gemenge mit 10m% (20er) Fe_3O_4 . Grund für diese Beobachtung liegt darin, dass niedrigere Zündenergien die Ausprägung fördern, wie in 5.1 beschrieben. An dieser Stelle wird bezüglich der Besonderheit des Verlaufes von A0240 auf das nachfolgende Unterkapitel 5.4 verwiesen.

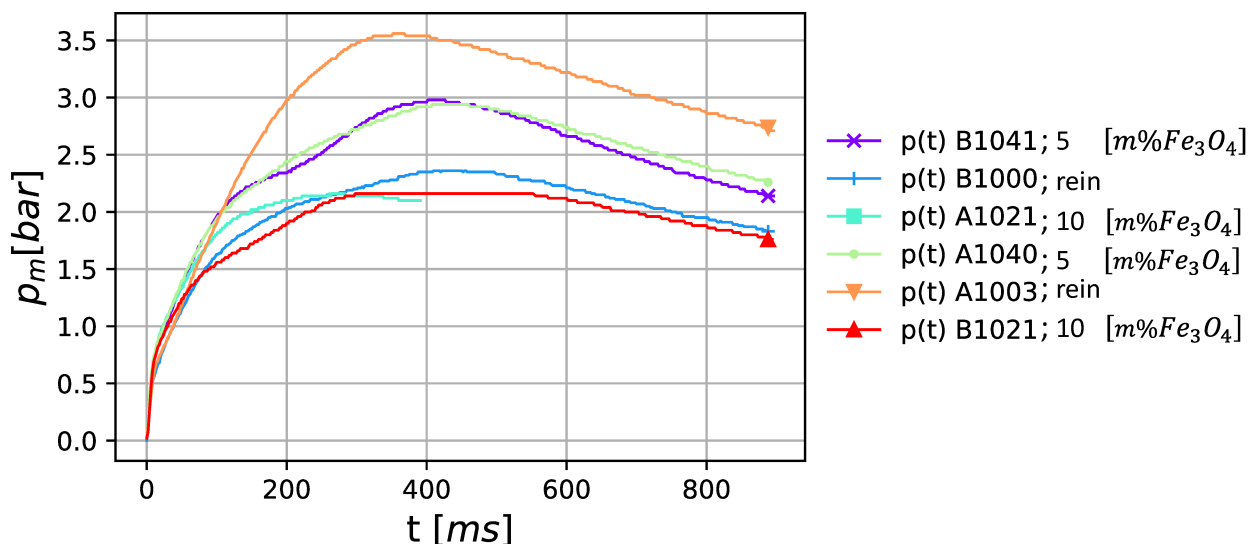


Abbildung 30: Einfluss des Fe_3O_4 -Gehalts auf die Ausprägung der sekundären Beschleunigung

5.3 Schwache Einflüsse

Diese Stärke der Zusammenhänge tritt am häufigsten auf. Auffallend ist auch, dass fast alle schwachen Zusammenhänge Oxide betreffen. Einzig beim Einfluss des Druckes auf die Ausprägung der sekundären Beschleunigung, handelt es sich ebenfalls um einen schwach negativen. Nimmt der Druck zu, wird die sekundäre Beschleunigung undeutlicher. Dieser Effekt ist vergleichbar mit dem Einfluss der Druckanstiegsgeschwindigkeit auf die Ausprägung. Beide Zusammenhänge haben die gleiche Richtung und unterscheiden sich lediglich in deren Stärke. Würde die Druckanstiegsgeschwindigkeit perfekt mit dem Druck korrelieren, müssten sie den gleichen Einfluss auf die Ausprägung der sekundären Beschleunigung haben, dies ist nicht der Fall.

Das Eisenoxid Fe_2O_3 hat einen schwach positiven Einfluss auf die Druckanstiegsgeschwindigkeit und jeweils einen schwach negativen Einfluss auf den Druck und die Ausprägung der sekundären Beschleunigung. Dieser Effekt kann durch den Vergleich der Druckverläufe in Abbildung 31 und Abbildung 32 erkannt werden.

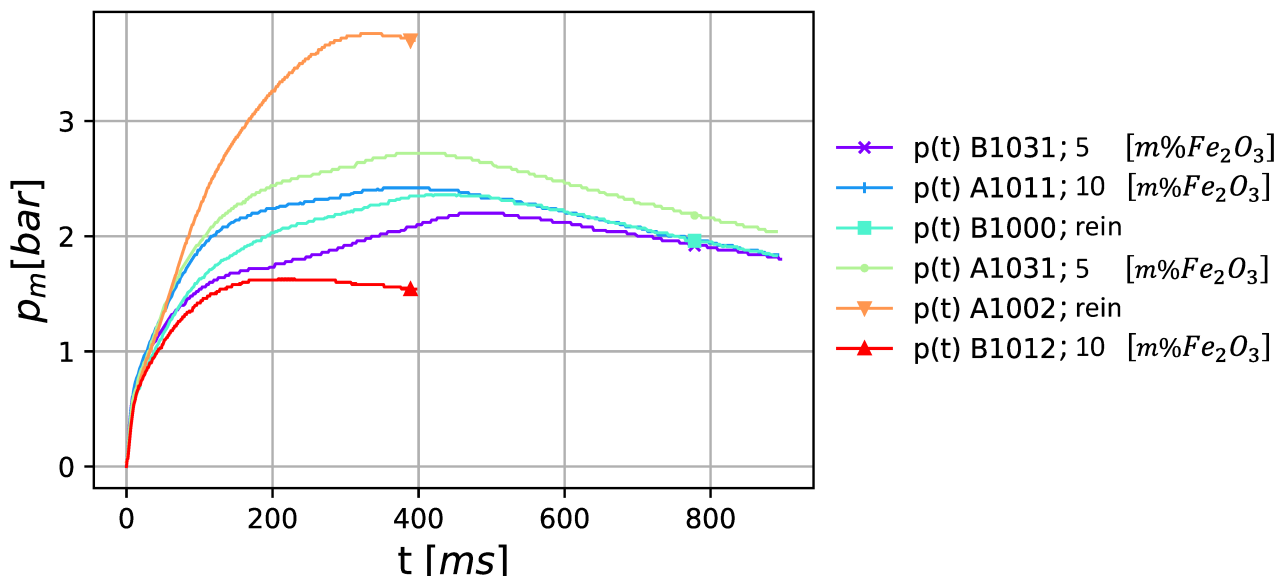


Abbildung 31: Einfluss des Fe_2O_3 –Gehalts auf die Ausprägung der sekundären Beschleunigung und den maximalen Druck, gemessen mit 10kJ

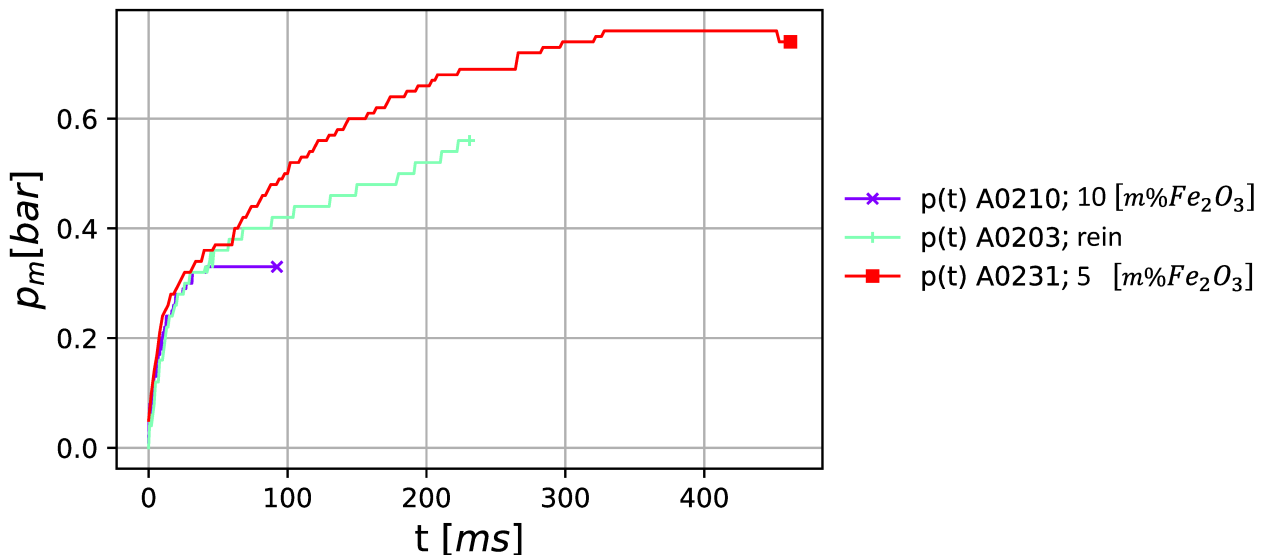


Abbildung 32: Einfluss des Fe_2O_3 -Gehalts auf die Ausprägung der sekundären Beschleunigung und den maximalen Druck, gemessen mit 2kJ

Da Fe_2O_3 inert ist, nimmt es nur Wärme auf, diese Energie steht anschließend nicht mehr für die Expansion zur Verfügung, somit ergibt sich ein geringerer Druck. Der Druck und damit die Druckanstiegsgeschwindigkeit ist von der zugeführten und abgeführten Wärme abhängig. Die Wärme wird bei der Oxidation des Eisens frei und wird vorwiegend mittels Konvektion transportiert. Das Oxid nimmt Wärme auf, nimmt aber nicht mehr an der Reaktion teil. Es ist also der gegenteilige Effekt zu erwarten gewesen. Die Erklärung dafür könnte in der Probenzusammensetzung zu finden sein. Die Proben sind so zusammengesetzt, dass die Konzentration in der 20l Apparatur immer $1250g \cdot m^{-3}$ beträgt. Durch alle Versuche zieht sich der Fakt, dass die Konzentration über das gesamte Volumen nicht konstant, sondern stark ortsabhängig ist. Angenommen die Probe ist zusätzlich nicht homogen verteilt, wie in den Fehlerquellen (Kapitel 5.5) erwähnt, bewirkt die gleichbleibende globale Konzentration bei $1250g \cdot m^{-3}$, dass die lokale Konzentration an reaktionsfähigem Eisen dadurch erhöht werden kann. Diese Erhöhung führt zu optimaleren Bedingungen für eine Reaktion. Der maximale Druck nimmt mit einer Erhöhung der ursprünglichen Konzentration zu, bis dieser Effekt ein Maximum erreicht. Die Zunahme kann unter anderem in der Arbeit von Guo, Y., et al. [6] beobachtet werden.

Das Eisenoxid Fe_3O_4 hat jeweils einen schwach positiven Einfluss auf den Druck und die Druckanstiegsgeschwindigkeit. Angenommen wird, dass der Effekt auf die Druckanstiegsgeschwindigkeit ident dem Effekt ist, den Fe_2O_3 auf die Geschwindigkeit hat. Der positive Einfluss auf den Druck kann damit erklärt werden, dass Fe_3O_4 , wie in 5.2 erwähnt, über $80^\circ C$ oxidieren kann und damit Wärme für die Expansion zur Verfügung stellt. Dieser Zusammenhang wird durch den Vergleich in Abbildung 30 in Kapitel 5.2 ersichtlich.

5.4 Sonstige Beobachtungen

Bei Betrachtung der Druckverläufe in Abbildung 33 wird deutlich, dass 10m% Oxide meist keine deutliche sekundäre Beschleunigung verursachen wenn sie „rein“ sind, aber eine Mischung von Oxiden trotz der insgesamt 10m% zu deutlichen sekundären Beschleunigungen führen kann. Dies ist mit dem stärkeren Effekt des Fe_3O_4 auf die Ausprägung zu erklären.

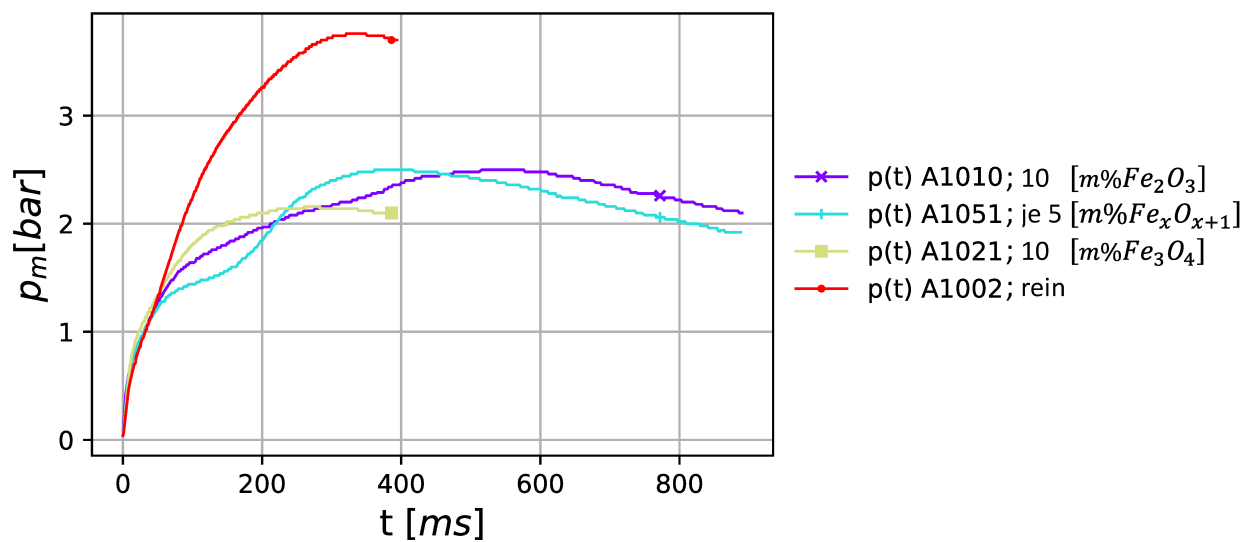


Abbildung 33: Einfluss der verschiedenen Eisenoxidgehalte auf die Ausprägung der sekundären Beschleunigung

Bemerkenswert ist auch der Vergleich zwischen den beiden Proben A1050 und A1051 in Abbildung 34. Sie haben einen Oxidanteil von jeweils 5%, sie weisen also die gleiche Zusammensetzung auf. Der Maximaldruck ist bei A1050 ($=2.8\text{bar}$) um 26% und bei A1051 ($=2.5\text{bar}$) um 34% geringer als der maximale Druck der reinen Probe A1002 ($=3.8\text{bar}$, Abbildung 33). Sie weichen voneinander um 8% ($=0.3\text{bar}$) ab. Dies bedeutet ähnliche Umsatzraten, aber unterschiedlich schnell ablaufende Reaktionen. Beim Vergleich in der Abbildung wirkt es so, als ob der maximale Druck um jene Zeit später erreicht wird, die die sekundäre Phase benötigt. Daraus ergibt sich auch der geringere maximale Druck, da das System Wärme an die Umgebung abführt und damit nicht mehr für die Expansion zur Verfügung steht.

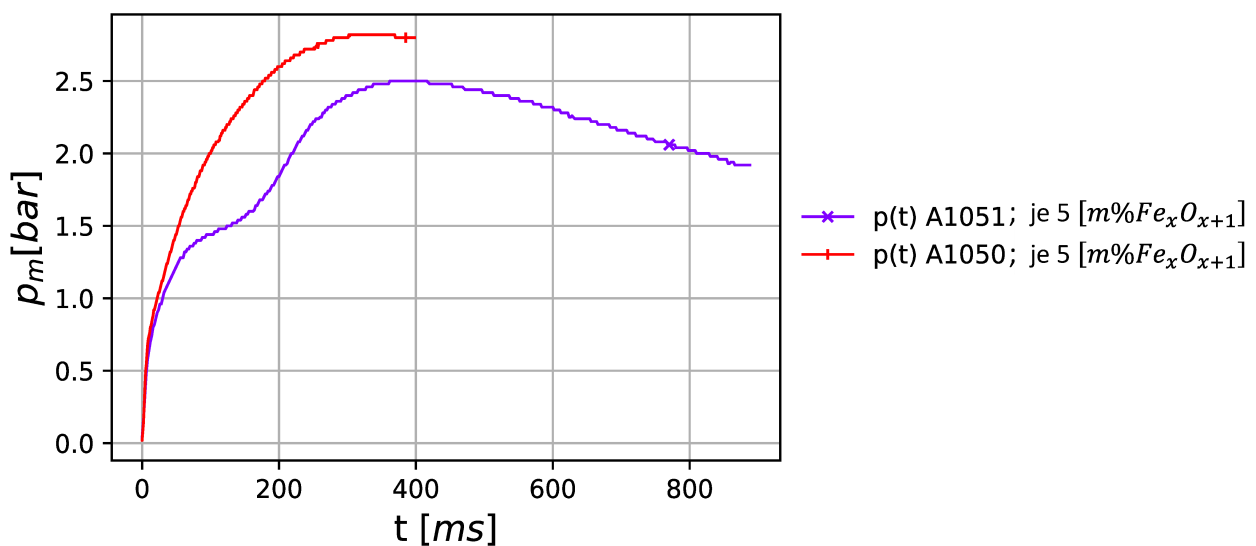


Abbildung 34: Vergleich unterschiedlich schnell ablaufender Reaktionen

Bei der Betrachtung aller Versuche wird deutlich, dass es auch mit hohen Oxidgehalten möglich ist, hohe Drücke zu erreichen. Es scheint so, als ob die Reaktionsbedingungen (Turbulenz, Durchmischung) in der Apparatur wichtiger sind, als das Vorhandensein der Inertstoffe. Durch die Inertisierung wird die Anzahl der Versuche mit hohen Drücken verkleinert, jedoch nicht ausgeschlossen. Dieser Sachverhalt ist im Vergleich in Abbildung 35 ersichtlich.

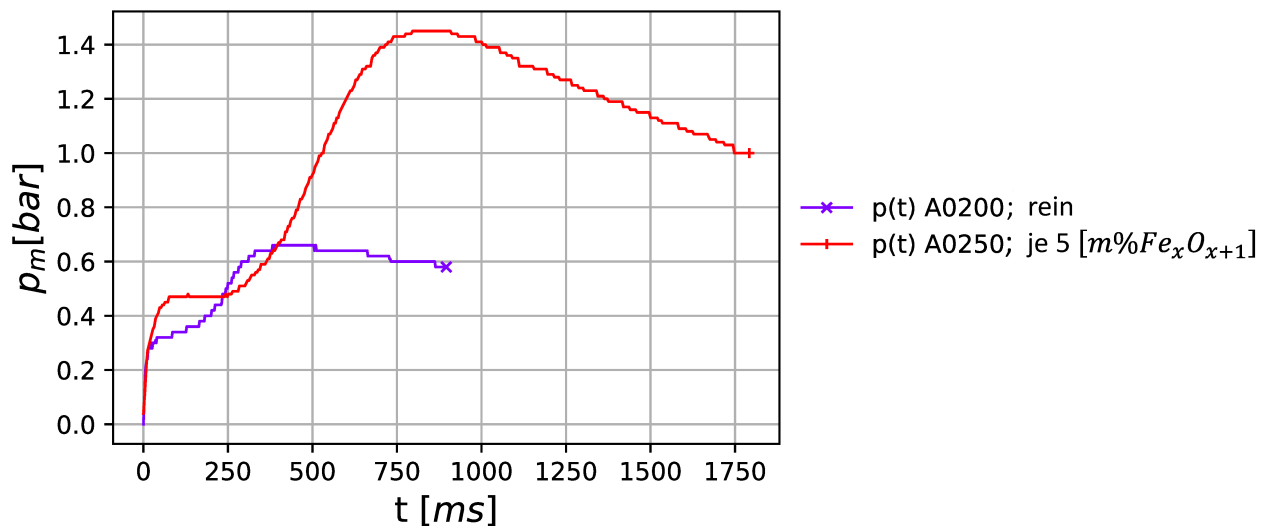


Abbildung 35: Vergleich der Druckverläufe von reinem Eisenstaub mit einer Probe mit hohem Eisenoxidanteil

Hervorzuheben ist auch Versuch A0240, dargestellt in Abbildung 36. Dieser weist eine weitere Phase IV auf. Es scheint, als ob eine tertiäre Beschleunigung eintritt. Dies lässt drauf schließen, dass der Reaktion noch Edukte zur Verfügung stehen. Dieser Sachverhalt konnte nur einmal beobachtet werden.

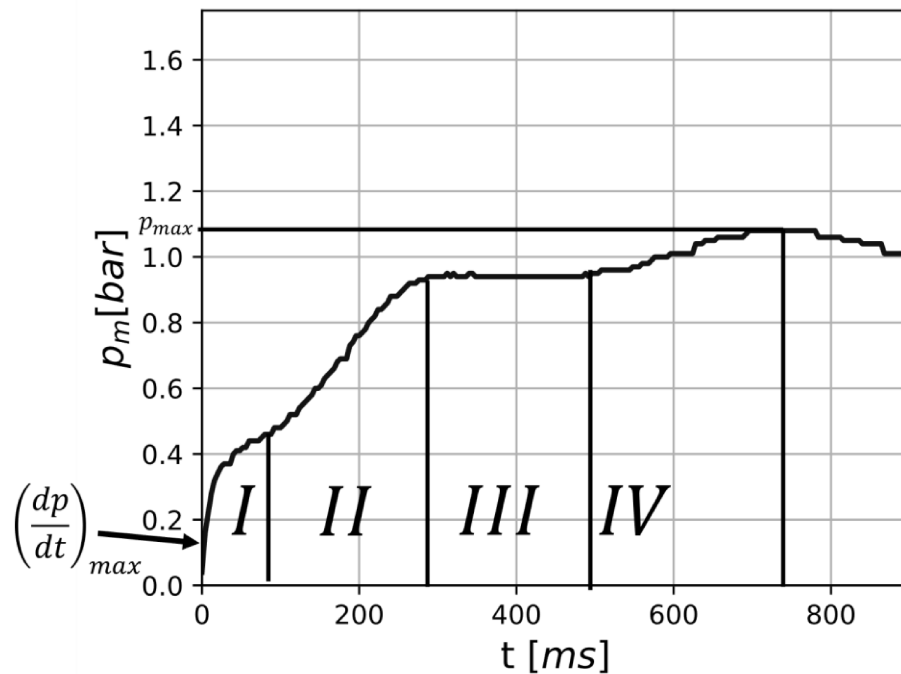


Abbildung 36: Druckverlauf A0240, zusätzliche Phase im Druckverlauf, Phase IV

5.5 Fehlerquellen

In diesem Unterkapitel sind mögliche Fehlerquellen angeführt, die ggf. Einfluss auf die Ergebnisse gehabt haben könnten.

Während der Versuche konnten folgende Fehlerquellen beobachtet werden:

1. Drucksensor
2. Reststaub
3. Druck bei der Öffnung des Auslassventils
4. Heterogenität der Mischung der Staubprobe

Drucksensor

Bei den Vorversuchen ist ersichtlich, dass einer der Drucksensoren nicht ordnungsgemäß funktioniert hat. Der gemessene Druck weicht im negativen und positiven Bereich um 0.4bar ab, gleicht sich im Bereich 0bar dem anderen Sensor an und weist den selben Nullpunkt auf. Aufgrund dessen wurden nur die Ergebnisse des funktionierenden Drucksensors herangezogen. Die Redundanz der Drucksensoren war damit nicht gegeben, aber da der Drift im ausschlagenden Bereich konstant war, wäre es durch den optischen Vergleich der zwei aufgezeichneten Druckverläufe möglich gewesen, Fehler zu erkennen. Es konnte keine außergewöhnliche Abweichung beobachtet werden, daher ist es gerechtfertigt nur auf die Daten des funktionstüchtigen Drucksensors zurückzugreifen.

Reststaub

Die Apparatur wurde nach jedem Versuch gereinigt. Trotz Reinigung waren in der Anlage noch Reststaubspuren des vorherigen Versuches auffindbar. Dabei handelt es sich vorwiegend um umgesetzten Staub, mit einem kleinen Anteil noch reaktionsfähigen Eisens und den im Zünder enthaltenen Elementen. Die genaue Zusammensetzung ist unbekannt. Da die Reinigungszeit den wesentlichen Treiber für die gesamte Versuchsdauer darstellt und der Einfluss des Reststaubs als gering eingeschätzt wird, wurde die Reinigung zwar sorgfältig durchgeführt, jedoch so, dass sich Aufwand und Nutzen die Waage hielten. Abbildung 37 zeigt die gereinigte Apparatur von innen. Hier handelt es sich um einen Versuch mit „Eisenoxid Rot“, welches aufgrund seiner Feinheit den größten Reinigungsaufwand erforderte. Der verbliebene Staub an der Oberfläche hätte nur durch feuchtes Abwischen der Oberfläche entfernt werden können, da der Einfluss verbleibender Restfeuchte auf den Folgeversuch nicht ausgeschlossen werden kann.



Abbildung 37: Innenansicht der gereinigten Apparatur

Weiters bleibt bei der Öffnung des Auslassventils eine unbestimmte, aber kleine Staubmenge im Vorratsbehälter. Das bedeutet, dass die tatsächliche Konzentration in der Kugel von $1250\text{g} * \text{m}^{-3}$ abweicht. Da aber die lokalen Konzentrationen stark von der Turbulenz beim Einblasen abhängig sind, ist davon auszugehen, dass dieser Umstand keinen erheblichen Einfluss auf die Ergebnisse hat. Größeren Einfluss hat die Durchmischung beim Einblasen, somit ist es vertretbar beide Tatsachen als Fehlerquelle mit wesentlichem Einfluss auszuschließen.

Druck bei der Öffnung des Auslassventiles

Der Einlass sollte nach Norm bei 20 barg im Vorratsbehälter erfolgen, damit bei einem Vakuum von 0.04 barg in der Apparatur die Zündung nach dem Einlassen und damit nach dem Druckausgleich bei annähernd 0 barg erfolgt. Es konnte während einigen Versuchen beobachtet werden, dass der Einlass nicht genau bei 20 barg erfolgte. Dies lag vor allem an einem Defekt am Schalldämpfer des Auslassventils, da durch den resultierenden Druckverlust die Druckluftversorgung nicht konstant war. Um den Druckverlust zu kompensieren wurde das Druckluftniveau der Versorgung manuell angehoben. Dies führte bei wenigen Versuchen dazu, dass der Einlass etwas oberhalb von 20 barg , maximal jedoch bei 21 barg durchgeführt wurde. Es wurden auch Versuche mit niedrigerem Druck durchgeführt, der kleinste beobachtete Druck betrug 19 barg . Die Druckabweichung vom festgelegten Normwert beträgt daher in beide Richtungen maximal 4.8% . Die Druckminderung ist auf den defekten Schalldämpfer zurückzuführen. Dieser Umstand hat keinen Einfluss auf die Messung des Druckverlaufes, da nur Druckdifferenzen gemessen werden. Der gemessene Druck ist unabhängig vom Ausgangsdruck bei der Zündung, da er lediglich die Differenz zwischen Ausgangsdruck und Explosionsdruck darstellt.

Der Einfluss der unterschiedlichen Ausgangsdrücke beim Öffnen des Auslassventils beschränkt sich auf die Verteilung des Staubes in der Kugel. Die lokalen Konzentrationen hängen stark von den Turbulenzen beim Einlass ab, wobei die Zündverzögerungszeit gleichzeitig auch ausschlaggebend ist. Diese beiden Einflüsse in Kombination könnten verantwortlich dafür sein, dass Stäube gleicher Zusammensetzung unterschiedliche Ergebnisse liefern.

Heterogenität der Mischung der Staubprobe

Die Heterogenität der Mischung der Staubprobe stellt eine Fehlerquelle dar, die mit der Heterogenität der Korngrößenverteilung vergleichbar ist, da auch sie Einfluss auf die Konzentration in der Apparatur bei der Zündung hat. Da die Oxidpartikel sehr fein sind, kommt es zu Klümpchenbildung. Bei Begutachtung der Reaktionsprodukte konnten jedoch keine Klümpchen entdeckt werden. Es ist anzunehmen, dass diese sich beim Einlassen zerteilen und damit nur sehr lokal Einfluss auf die Zusammensetzung des Staubes haben. Das bedeutet, dass lokal höhere Massenanteile der Oxide möglich sind. Da jedoch der chemische Zünder eine multiple Zündquelle darstellt, ist ein signifikanter Einfluss auf die Ergebnisse unwahrscheinlich. In Abbildung 38 ist eine Probe mit „Eisenoxid Rot“ vor dem Versuch und in der Abbildung 39 die Apparatur danach zu sehen.

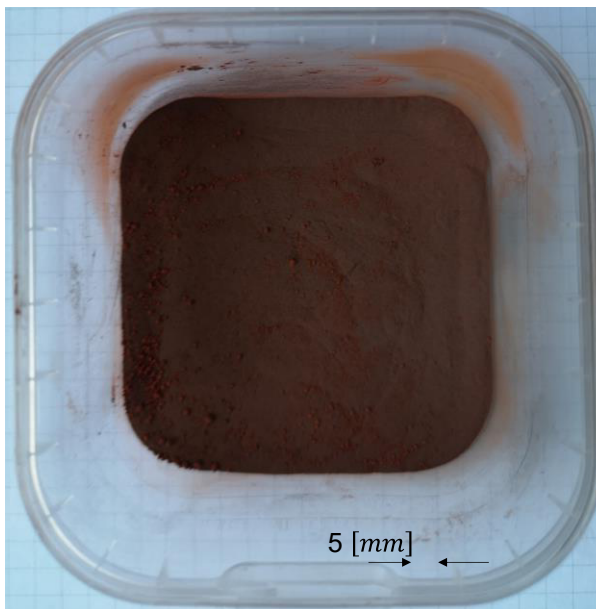


Abbildung 38: Probe mit 10m% "Eisenoxid Rot" Klümpchen

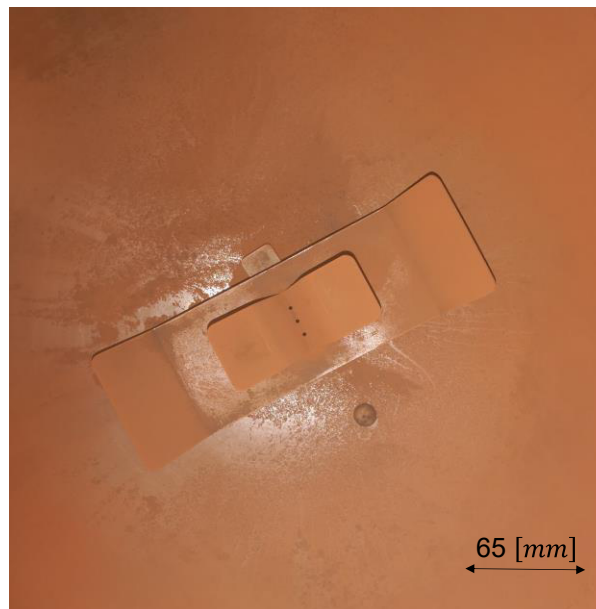


Abbildung 39: Das Innere der Apparatur nach einem Versuch mit 10m% "Eisenoxid Rot"

6 Schlussfolgerungen und Ausblick

Hier soll die Auswirkung der diskutierten Inhalte aufgezeigt werden. Auch soll ein kleiner Ausblick im Hinblick auf die genauere Erforschung des Sachverhalts gegeben werden.

Die gefundenen Zusammenhänge geben einen Trend an, einzelne Versuche können davon abweichen. Der Versuchsaufbau ist nicht optimal, um reproduzierbare Ergebnisse mit dem schwach reagierenden Eisenstaub zu produzieren. Die Aussagekraft kann nur mittels Vergrößerung des Umfangs der Versuchsreihen gesteigert werden, das liegt vor allem an den lokalen Konzentrationsunterschieden beim Zünden. Nur durch die Anzahl der Versuche haben sich die in der Diskussion besprochenen Zusammenhänge ergeben, aus einzelnen Versuchen kann keine Aussage getroffen werden.

Da die Ergebnisse zeigen, dass der Druck mit der Korngrößenverteilung steigt, ist die Auslegung des Verfahrens so anzustreben, dass möglichst keine feinen Anteile entstehen, um so das Risiko einer Reaktion zu verringern. Kann der Staub nicht substituiert werden, könnte eine Passivierung des reaktionsfähigen Eisens mit Eisenoxid angedacht werden, sofern die Mischung im Prozess weiterverarbeitet werden kann.

Die Passivierung von Eisenstaub durch Fe_2O_3 kann unkritisch gesehen werden, wenn das Oxid eingesetzt wird, um die gesamte Masse der z.B. Schüttung zu vergrößern. Es ist abzuraten einen Anteil zu ersetzen, da dadurch ggf. die lokale Konzentration an reaktionsfähigem Material erhöht wird.

Die Inertisierung mit Fe_3O_4 sollte in Zukunft genauer untersucht werden, da sich dieses Oxid positiv auf den erreichbaren Druck auswirken kann. Dafür kann die mögliche Destabilisierung des Oxids oberhalb von $80^\circ C$ verantwortlich sein. Es ist aber nicht auszuschließen, dass durch die gewählte Probenzusammensetzung die lokale Konzentration vergrößert wurde und es deshalb zu einer höheren Umsatzrate kam. Dieser Sachverhalt sollte in folgenden Arbeiten untersucht werden.

Die beobachtete sekundäre Beschleunigung verlängert den Druckanstieg und verkleinert somit die Druckanstiegsgeschwindigkeit. Gleich hohe Drücke können sowohl bei Vorliegen einer sekundären Beschleunigung als auch bei Fehlen dieser vorkommen. Daher ist es nicht ausreichend, lediglich die Druckanstiegsgeschwindigkeit zu messen, um Maßnahmen für eine Explosionsunterdrückung einzuleiten. Sicher ist, dass die Reaktion des Eisenstaubs im Vergleich zu anderen Stäuben in der Industrie weniger Gefahrenpotenzial birgt, als beispielsweise Aluminiumstaub, da die Auswirkungen meist geringer sind. Da Unfälle mit Eisenstaub dennoch nicht auszuschließen sind, und davon auszugehen ist, dass die Menge an Eisenstaub im Umlauf durch die Technologieentwicklung zunehmen wird, ist es unvermeidbar sich mit dem Thema Eisenstaub auseinanderzusetzen, um potenziellen Gefahren vorbeugen zu können. Zudem ist anzunehmen, dass der Anteil anderer Elemente im Staub, bedingt z.B. durch das Verfahren oder Aufbereitungsprozesse die ggf. katalytisch wirken können, zunehmen wird, und die Brisanz des Themas dadurch zusätzlich steigt.

Wie in Kapitel 2.2.5 erwähnt, ist eine Aussage der Arbeit von Guo, Y., et al. [6], dass mit steigender Konzentration die sekundäre Beschleunigung zunimmt, dieses Phänomen jedoch noch eingehender untersucht werden muss. Weiters wird in der Arbeit von Guo, Y., et al. geschlossen, dass die Eisenoxide die Explosionsauswirkung verringern, wobei das Fe_3O_4 eine hemmendere Wirkung hat.

Aufgrund der Ergebnisse dieser Arbeit kann die Konzentration als alleinige Einflussgröße auf die sekundäre Beschleunigung ausgeschlossen werden. Beobachtet werden konnte der Effekt, dass Eisenoxide die Explosionsauswirkung verringern. Der Unterschied aber ist, dass Fe_3O_4 einen schwach positiven Zusammenhang mit dem Druck aufweist. Direkt vergleichbar sind die Arbeiten nicht, da die Konzentrationen in der Arbeit von Guo, Y., et al. [6] variiert wurden, in dieser Arbeit jedoch konstant gelassen wurden. Dieser Sachverhalt sollte genauer untersucht werden.

Um den Einfluss des Zünders auf Druck und Druckanstiegsgeschwindigkeit auszuschließen, könnte eine alternative Zündquelle z.B. durch die Dauerfunkenstrecke mit ausreichender Zündenergie verwendet werden. Es ist abzuwägen, ob eine Anpassung des Normversuches auch an träger reagierende Stäube vorteilhaft ist. So wie der Versuch gestaltet ist, werden trägere Stäube überschätzt. Da die Sicherheit im Vordergrund steht, ist das so lange gerechtfertigt, bis sich dadurch Einschränkungen ergeben. Auch der finanzielle Aspekt spielt eine Rolle: wird etwas überdimensioniert, kostet das dem Betrieb ungerechtfertigt mehr Mittel, die in anderen Bereichen sinnvoller eingesetzt werden könnten. Bei Verdacht des Vorliegens eines solchen Sachverhaltes ist es daher ratsam, sich mit diesem Thema genauer auseinanderzusetzen und wissenschaftlich zu argumentieren, welche Maßnahmen gerechtfertigt sind.

Das Problem der Reproduzierbarkeit der Ergebnisse könnte durch zeiteffizientere Simulation verbessert werden, da derzeit die Simulation der 20l Apparatur wegen des großen Aufwandes nur in Ausnahmefällen gerechtfertigt ist. Durch Erhöhung des Stichprobenumfangs kann die Aussagekraft ebenfalls gestärkt werden.

Der Einfluss der lokalen Konzentrationsunterschiede würde sich durch eine alleinige Simulation, statt der praktischen Versuche in der 20l Apparatur, ausschließen lassen. Allerdings stellt sich bei der alleinigen Verwendung der Simulation die Frage nach Aussagekraft „einer Rechnung“, denn ohne praktische Versuche ist, besonders im Bereich Sicherheit, ein gewisses Restrisiko vorhanden, vor allem das des unbekanntes Risikos. Für die Simulation müssten alle Vorgänge und auftretenden Reaktionen bekannt sein. In den durchgeführten Versuchen wurde auch deutlich, dass die praktisch gewonnenen Ergebnisse auch starken Schwankungen unterliegen. Es ist daher zielführend, eine Kombination anzustreben, die das Restrisiko ausreichend reduziert, ohne den Aufwand ungerechtfertigt in die Höhe zu treiben.

In Bezug auf die Beobachtungen, welche bei den vorhergegangenen Versuchen am Lehrstuhl für Thermoprozesstechnik mit DRI-Staub gemacht worden sind, kann diese Arbeit dazu dienen, die gewonnenen Erkenntnisse zwischen den selbst hergestellten Proben und dem in der Anlage anfallenden Staub zu vergleichen. So kann diese Arbeit dabei helfen, die Gefährdung durch den in Zukunft ggf. anfallenden DRI-Staub zu senken und die zugrundeliegenden Mechanismen besser zu verstehen. Es sollte auch das zweite in der Einleitung angesprochene Phänomen weiter untersucht werden. Hierzu ist es nötig, den Explosionsdruckverlauf des Zünders und den der Proben genauer zu vergleichen. Es wäre vorstellbar, eine neue Messmethode für schwach reagierende Stäube zu kreieren, um deren Gefahrenpotenzial nicht zu überschätzen.

Literaturverzeichnis

- [1] Energieforschung, NEOSTahl, <https://energieforschung.at/projekt/neostahl-neue-energieoptimierungsverfahren-und-modelle-in-der-prozessautomation-zur-co2-reduktion-in-der-stahlindustrie/>, abgerufen am: 07.08.2023.
- [2] Wasserstoff Kompass, Fact Sheet Stahl, <https://www.wasserstoff-kompass.de/news-media/dokumente/fact-sheet-stahl>, abgerufen am: 07.08.2023.
- [3] Hartbrich, I., Thyssenkrupp erhält Förderbescheid für Direktreduktionsanlagen, VDI Verlag GmbH (2023)
- [4] WKO, Stahlindustrie Statistiken, <https://www.wko.at/branchen/industrie/bergwerke-stahl/Stahlindustrie-Statistiken.html>, abgerufen am: 07.08.2023.
- [5] U.S. Chemical Safety and Hazard Investigation Board, Hoeganaes Corporation: Gallatin, TN (2011)
- [6] Guo, Y., Ren, K., Wei, A., Tao, C., Huang, W., Zhao, P. und Wu, D., Iron dust explosion characteristics with small amount of nano-sized Fe₂O₃ and Fe₃O₄ particles, Fuel 324 (2022), Artikelnr.124786.
- [7] AUVA, Staub, https://www.auva.at/cdscontent/content_print.xhtml?contentid=10007.672539&print=true, abgerufen am: 14.02.2023.
- [8] [8]. Mannan, S. (Hrsg.), Lees' Loss Prevention in the Process Industries, Elsevier, UK, USA, 2012.
- [9] Stieß, M., Mechanische Verfahrenstechnik - Partikeltechnologie 1, Springer Berlin Heidelberg, Berlin, Heidelberg, 2009.

- [10] Bartknecht, W., Explosionsschutz, Springer Berlin, Berlin, 2013.
- [11] Portz, H., Brand- und Explosionsschutz von A-Z, Vieweg+Teubner Verlag, Wiesbaden, 2005.
- [12] Palmer K.N., Dust Explosion Hazards In Pneumatic Transport, Fire Research Note (1973) No 992
- [13] Kern, H., Explosible Dust/Air Mixtures - Investigations on flame propagation under non atmospheric conditions, Dissertation, Montanuniversität, 2013.
- [14] Nicholas S. Reding and Mark B. Shiflett, Metal Dust Explosion Hazards: A Technical Review, Ind. Eng. Chem. Res 57 (2018), S. 11473–11482.
- [15] Cashdollar, K. L. und Zlochower, I. A., Explosion temperatures and pressures of metals and other elemental dust clouds, Journal of Loss Prevention in the Process Industries 20 (2007) 4-6, S. 337–348.
- [16] Hertzberg, M., Zlochower, I. A. und Cashdollar, K. L., Metal dust combustion: Explosion limits, pressures, and temperatures, Symposium (International) on Combustion 24 (1992) 1, S. 1827–1835.
- [17] Sun, J.-H., Dobashi, R. und Hirano, T., Combustion Behavior of Iron Particles Suspended in Air 150 (2000) 1-6, S. 99–114.
- [18] Hirano, T., Sato, K., Sato, Y. und Sato, J., Prediction of Metal Fire Spread in High Pressure Oxygen, Combustion Science and Technology 32 (1983) 1-4, S. 137–159.
- [19] Hauptmanns, U., Prozess- und Anlagensicherheit, Springer Berlin Heidelberg, Berlin, Heidelberg, 2013.
- [20] Gestis-Staub-Ex, Erläuterungen zur Explosionsfähigkeit/Staubexplosionsklasse, https://staubex.ifa.dguv.de/HTML-Dokumente/ERLT61_ERG.HTM, abgerufen am: 25.07.2023.
- [21] Cesana, C. und Richard Siwek, Handbuch der 20-I-Apparatur (2022)
- [22] Zhen, G. und Leuckel, W., Effects of ignitors and turbulence on dust explosions, Journal of Loss Prevention in the Process Industries 10 (1997) 5-6, S. 317–324.
- [23] Scheid, M., Kusche, C., Schröder, V. und Barth, U., Suitability of ignition source “exploding wire” for determination of dust explosion characteristics in the 20-L-sphere, Journal of Loss Prevention in the Process Industries 26 (2013) 6, S. 1542–1548.
- [24] Weiss, J. A., Experimentelle Untersuchung des Einflusses der Zündverzögerungszeit auf das Explosionsverhalten von organischen und metallischen Stäuben sowie der Flammenunterdrückung, Masterarbeit, Montanuniversität, 2020.

- [25] Neumeister, F. und Halbwirth, S., Datenaufbereitung und -Analyse von realen Daten aus einem Stahl- und Walzwerk, Projektarbeit, Montanuniversität, 2022.
- [26] Rey, G. D., Einführung in die Statistik, https://www.tu-chemnitz.de/phil/imf/psylr/lehre/V_EidS/10%20Korrelation%20und%20Regression.pdf, abgerufen am: 07.01.2022.
- [27] Planing, P., Korrelation, <https://statistikgrundlagen.de/ebook/chapter/korrelation/>, abgerufen am: 02.08.2023.
- [28] Cohen, J., Statistical Power Analysis for the Behavioral Sciences, Lawrence Erlbaum Associates, USA, 1988.
- [29] FernUni, Dokumentvorlage für Studienbriefe - Spiegelnde Seiten, https://www.fernuni-hagen.de/KSW/bscpsy/pdf/schaukasten_03401_kapitel7_4.pdf, abgerufen am: 30.12.2021.
- [30] Keller, D., Analyse von Zusammenhängen: Korrelation - Statistik und Beratung - Daniela Keller, <https://statistik-und-beratung.de/2013/05/analyse-von-zusammenhangen-korrelation/>, abgerufen am: 07.07.2023.
- [31] GESTIS, GESTIS-Stoffdatenbank Eisen(II,III)-oxid, <https://gestis.dguv.de/data?name=003170>, abgerufen am: 05.07.2023.
- [32] GESTIS, GESTIS-Stoffdatenbank Eisen(III)-oxid, <https://gestis.dguv.de/data?name=001860>, abgerufen am: 05.07.2023.

ANHANG

Inhaltsverzeichnis

Inhaltsverzeichnis	II
Abbildungsverzeichnis	III
Tabellenverzeichnis	VII
I. Versuchsdaten	8
II. Python-Programme	11
II.1 Test_Analyses.py	11
II.2 Korrelationen.py	20
III. Spearman-Korrelationmatrix	22
IV. Streudiagrammmatrix	23
V. Druckverläufe.....	24
V.1 Druckverläufe Staub A <i>2kJ</i>	24
V.2 Druckverläufe Staub A <i>10kJ</i>	28
V.3 Druckverläufe Staub B <i>2kJ</i>	32
V.4 Druckverläufe Staub B <i>10kJ</i>	37
VI. Ediketten der gekauften Stäube	42
VII. Krongrößenverteilung DRI.....	43

Abbildungsverzeichnis

Abbildung 1: Streudiagrammatrix für alle Parameter	23
Abbildung 2: Druckverlauf A0200	24
Abbildung 3: Druckverlauf A0201	24
Abbildung 4: Druckverlauf A0202	24
Abbildung 5: Druckverlauf A0203	24
Abbildung 6: Druckverlauf A0210	25
Abbildung 7: Druckverlauf A0211	25
Abbildung 8: Druckverlauf A0220	25
Abbildung 9: Druckverlauf A0221	25
Abbildung 10: Druckverlauf A0230	25
Abbildung 11: Druckverlauf A0231	25
Abbildung 12: Druckverlauf A0240	26
Abbildung 13: Druckverlauf A0241	26
Abbildung 14: Druckverlauf A0250	26
Abbildung 15: Druckverlauf A0251	26
Abbildung 16: Druckverlauf Zünder 2kJ	26
Abbildung 17: Druckverläufe Staub A mit 2kJ	27
Abbildung 18: Druckverlauf A1000	28

Abbildung 19: Druckverlauf A1001.....	28
Abbildung 20: Druckverlauf A1002.....	28
Abbildung 21: Druckverlauf A1003.....	28
Abbildung 22: Druckverlauf A1010.....	28
Abbildung 23: Druckverlauf A1011.....	28
Abbildung 24: Druckverlauf A1020.....	29
Abbildung 25: Druckverlauf A1021.....	29
Abbildung 26: Druckverlauf A1030.....	29
Abbildung 27: Druckverlauf A1031.....	29
Abbildung 28: Druckverlauf A1040.....	29
Abbildung 29: Druckverlauf A1041.....	29
Abbildung 30: Druckverlauf A1050.....	30
Abbildung 31: Druckverlauf A1051.....	30
Abbildung 32: Druckverlauf Zünder 10kJ	30
Abbildung 33: Druckverläufe Staub A mit 10kJ	31
Abbildung 34: Druckverlauf B0200.....	32
Abbildung 35: Druckverlauf B0201.....	32
Abbildung 36: Druckverlauf B0202.....	32
Abbildung 37: Druckverlauf B0210.....	32
Abbildung 38: Druckverlauf B0211.....	32
Abbildung 39: Druckverlauf B0212.....	32
Abbildung 40: Druckverlauf B0220.....	33
Abbildung 41: Druckverlauf B0221.....	33
Abbildung 42: Druckverlauf B0222.....	33
Abbildung 43: Druckverlauf B0230.....	33
Abbildung 44: Druckverlauf B0231.....	33
Abbildung 45: Druckverlauf B0232.....	33

Abbildung 46: Druckverlauf B0240.....	34
Abbildung 47: Druckverlauf B0241.....	34
Abbildung 48: Druckverlauf B0242.....	34
Abbildung 49: Druckverlauf B0250.....	34
Abbildung 50: Druckverlauf A B0251	34
Abbildung 51: Druckverlauf B0252.....	34
Abbildung 52: Druckverlauf Zünder 2kJ	35
Abbildung 53: Druckverläufe Staub B mit 2kJ	36
Abbildung 54: Druckverlauf B1000.....	37
Abbildung 55: Druckverlauf B1001.....	37
Abbildung 56: Druckverlauf B1002.....	37
Abbildung 57: Druckverlauf B1010.....	37
Abbildung 58: Druckverlauf B1011.....	37
Abbildung 59: Druckverlauf B1012.....	37
Abbildung 60: Druckverlauf B1020.....	38
Abbildung 61: Druckverlauf B1021.....	38
Abbildung 62: Druckverlauf B1022.....	38
Abbildung 63: Druckverlauf B1030.....	38
Abbildung 64: Druckverlauf B1031.....	38
Abbildung 65: Druckverlauf B1032.....	38
Abbildung 66: Druckverlauf B1040.....	39
Abbildung 67: Druckverlauf B1041.....	39
Abbildung 68: Druckverlauf B1042.....	39
Abbildung 69: Druckverlauf B1050.....	39
Abbildung 70: Druckverlauf A B1051	39
Abbildung 71: Druckverlauf B1052.....	39
Abbildung 72: Druckverlauf Zünder 10kJ	40

Abbildung 73: Druckverläufe Staub B mit 10kJ	41
Abbildung 74: Ediketten aller gekauften Stäube.....	42
Abbildung 75: Ergebnis der Partikelanalyse des DRI-Staubes.....	43

Tabellenverzeichnis

Tabelle I-1: Zusammensetzung und Ergebnisse aus den Berechnungen für jede einzelne Probe	8
Tabelle III-1: Spearman-Korrelationsmatrix	22

I. Versuchsdaten

Tabelle I-1: Zusammensetzung und Ergebnisse aus den Berechnungen für jede einzelne Probe

Nummer	Staub [-]	$m_{\text{Einwaage Staub}} [g]$	$m_{\text{Einwaage } Fe_2O_3} [g]$	Massenanteil Fe_2O_3 [%]	$m_{\text{Einwaage } Fe_3O_4} [g]$	Massenanteil Fe_3O_4 [%]	Zündenergie [kJ]	Sekundäre Beschleunigung Ausprägung [-]	Druck [bar]	Druckanstieggeschwindigkeit [bar * s ⁻¹]
Zünder 10kJ	-	-	-	-	-	-	10	-	1.4	70
Zünder 2kJ	-	-	-	-	-	-	2	-	0.29	50
Zünder 10kJ	-	-	-	-	-	-	10	-	1.4	70
Zünder 2kJ	-	-	-	-	-	-	2	-	0.29	50
A0200	A	25.00	0.00	0.0	0.00	0.0	2	1	0.66	32
A0201	A	25.00	0.00	0.0	0.00	0.0	2	1	1.7	30
A0202	A	25.00	0.00	0.0	0.00	0.0	2	0	0.38	40
A0203	A	25.00	0.00	0.0	0.00	0.0	2	0.5	0.6	30
A0210	A	22.50	2.52	10.1	0.00	0.0	2	0	0.33	88
A0211	A	22.51	2.50	10.0	0.00	0.0	2	0.5	0.54	25
A0220	A	22.51	0.00	0.0	2.50	10.0	2	1	1.1	28
A0221	A	22.51	0.00	0.0	2.51	10.0	2	0.5	0.66	35

A0230	A	23.76	1.25	5.0	0.00	0.0	2	0.5	0.46	55
A0231	A	23.76	1.26	5.0	0.00	0.0	2	0.5	0.76	23
A0240	A	23.75	0.00	0.0	1.25	5.0	2	1	1.1	22
A0241	A	23.74	0.00	0.0	1.25	5.0	2	0	0.56	40
A0250	A	22.50	1.25	5.0	1.26	5.0	2	1	1.4	20
A0251	A	22.50	1.26	5.0	1.26	5.0	2	0	0.4	35
A1000	A	25.00	0.00	0.0	0.00	0.0	10	0	2.5	55
A1001	A	25.00	0.00	0.0	0.00	0.0	10	0	3	82
A1002	A	25.00	0.00	0.0	0.00	0.0	10	0	3.8	65
A1003	A	25.00	0.00	0.0	0.00	0.0	10	0	3.6	65
A1010	A	22.51	2.50	10.0	0.00	0.0	10	0	2.5	92
A1011	A	22.49	2.52	10.1	0.00	0.0	10	0	2.4	80
A1020	A	22.50	0.00	0.0	2.50	10.0	10	0	2.1	80
A1021	A	22.51	0.00	0.0	2.50	10.0	10	0	2.2	75
A1030	A	23.75	1.25	5.0	0.00	0.0	10	0	2.4	70
A1031	A	23.75	1.26	5.0	0.00	0.0	10	0	2.7	80
A1040	A	23.77	0.00	0.0	1.26	5.0	10	0	2.9	100
A1041	A	23.74	0.00	0.0	1.25	5.0	10	0	3.2	100
A1050	A	22.48	1.25	5.0	1.25	5.0	10	0	2.8	110
A1051	A	22.51	1.26	5.0	1.25	5.0	10	1	2.5	80
B0200	B	25.00	0.00	0.0	0.00	0.0	2	0	0.54	50
B0201	B	25.01	0.00	0.0	0.00	0.0	2	0	2.4	16
B0202	B	25.00	0.00	0.0	0.00	0.0	2	1	0.36	40
B0210	B	22.50	2.49	10.0	0.00	0.0	2	0	0.36	30
B0211	B	22.51	2.51	10.0	0.00	0.0	2	0	0.36	25
B0212	B	22.50	2.51	10.0	0.00	0.0	2	0	0.4	30
B0220	B	22.51	0.00	0.0	2.51	10.0	2	0	0.34	22
B0221	B	22.51	0.00	0.0	2.51	10.0	2	0	0.36	45

B0222	B	22.50	0.00	0.0	2.51	10.0	2	0	0.3	88
B0230	B	23.75	1.25	5.0	0.00	0.0	2	0	0.36	30
B0231	B	23.75	1.26	5.0	0.00	0.0	2	0	0.32	75
B0232	B	23.76	1.26	5.0	0.00	0.0	2	0	0.36	30
B0240	B	23.76	0.00	0.0	1.26	5.0	2	0	0.32	55
B0241	B	23.74	0.00	0.0	1.25	5.0	2	0	0.3	110
B0242	B	23.76	0.00	0.0	1.24	5.0	2	0	0.29	100
B0250	B	22.51	1.25	5.0	1.25	5.0	2	0	0.28	88
B0251	B	22.50	1.25	5.0	1.26	5.0	2	0	0.4	35
B0252	B	22.50	1.26	5.0	1.25	5.0	2	0	0.36	50
B1000	B	25.01	0.00	0.0	0.00	0.0	10	0	2.4	78
B1001	B	25.00	0.00	0.0	0.00	0.0	10	0	1.9	75
B1002	B	25.01	0.00	0.0	0.00	0.0	10	0	1.8	75
B1010	B	22.50	2.51	10.0	0.00	0.0	10	0	1.4	110
B1011	B	22.51	2.52	10.1	0.00	0.0	10	0	1.2	80
B1012	B	22.50	2.50	10.0	0.00	0.0	10	0	1.6	80
B1020	B	22.51	0.00	0.0	2.51	10.0	10	0	1.6	85
B1021	B	22.51	0.00	0.0	2.52	10.1	10	0	2.2	95
B1022	B	22.51	0.00	0.0	2.49	10.0	10	0.5	1.5	120
B1030	B	23.75	1.26	5.0	0.00	0.0	10	0	1.2	85
B1031	B	23.75	1.26	5.0	0.00	0.0	10	0	2.2	90
B1032	B	23.74	1.26	5.0	0.00	0.0	10	1	2.4	75
B1040	B	23.75	0.00	0.0	1.26	5.0	10	0	2.5	90
B1041	B	23.76	0.00	0.0	1.25	5.0	10	0.5	3	100
B1042	B	23.76	0.00	0.0	1.26	5.0	10	1	2.7	90
B1050	B	22.51	1.25	5.0	1.26	5.0	10	0	1.3	90
B1051	B	22.50	1.25	5.0	1.26	5.0	10	0	1.7	90
B1052	B	22.51	1.26	5.0	1.25	5.0	10	1	1.4	80

II. Python-Programme

II.1 Test_Analyses.py

```
"""
```

```
Programm zur Auswertung von Messdateien.
```

```
Kurzanleitung:
```

```
1. Das File muss im Ortner mit den Messdateien liegen. Die Messdateien  
müssen als .txt File vorliegen. Als Trennzeichen ist ';' 
```

```
zu verwenden. Es ist darauf zu achten, dass die Messdateinamen wie folgt  
formatiert sind: 'Probenart + zugehörige Nummer', Z.B. A1000
```

```
Im Ortner dürfen sich sonst keine .txt-Files befinden.
```

```
2. Es wird weiters ein leerer Ortner 'Diagramme' benötigt.
```

```
3. Es wird ein CSV-File (Excel-File) mit folgendem Dateinamen benötigt:  
'Daten für Auswertung.csv'.
```

```
Dieses muss folgende Spalten in dieser Reihenfolge enthalten:
```

```
'Probe' 'Test' 'Serie' 'Konz [g/m3]' 'Pm [bar]' 'dP/dt [bar/s]'  
'tv eff[ms]' 'Zündenergie [J]'
```

```
Es müssen 'Probe', 'Test', 'Konz [g/m3]' und 'Zündenergie [J]' ausgefüllt  
sein.
```

```
4. Jetzt kann das File 'Verlaufs_Auswertung.py' ausgeführt werden.
```

Ergebnisse sind:

1. Der Druckverlauf und die Druckverlaufsgeschwindigkeit über die Zeit für die jeweilige Probe als .svg-file.

2. Die gesamten Druckverläufe über die Zeit als .svg-file.

3. Folgende Daten werden auf einem Blatt in einem Excel-File 'Daten_Ergebnisse.xlsx' im Ordner

(Achtung das File darf nicht geöffnet sein!) zusammengefasst:

'Probenart' 'Testnummer' 'Zündenergie [J]' 'Konzentration [g/m3]'
'p(t)max [bar]' 'dp/dt max [bar/s]' 'time rate [ms]'

Florian Neumeister

"""

"""Hier werden die benötigten Zusatzmodule importiert"""

import pandas as pd

import numpy as np

import matplotlib.pyplot as plt

from matplotlib import cm

import pathlib

import os

import glob

from cyclor import cyclor

def f_readfile(filename):

"""In dieser Funktion wird das CSV-File mit dem jeweiligen Dateinamen eingelesen und als dataframe zurückgegeben"""

return pd.read_csv(filename, sep=';', decimal=',')

def f_get_header_index(df):

"""In dieser Funktion wird die Kopfzeile des übergebenen Dataframes als liste zurückgegeben"""

return df.columns.values.tolist()

def f_data_mean_pressure(df):

"""In dieser Funktion kann, wenn benötigt das arithmetische Mittel der zwei Drucksensoren errechnet

und als eigene Spalte im Dataframe zurückgegeben werden (auskommentierter Fall).

Hier wird der Druck des zweiten Sensors als mittlerer Druck als eigene Spalte im Dataframe zurückgegeben"""

"""df['p_m [bar]'] = (df[f_get_header_index(df)[1]] + df[f_get_header_index(df)[2]])*0.5"""

df['p_m [bar]'] = df[f_get_header_index(df)[2]]

return df

```

def f_dp_dt(df):
    """In dieser Funktion wird zunächst die Zeit und der mittlere Druck aus
    dem übergebenen
        Dataframe in die Variablen t und pm überführt. Es wird danach die
    Abtastrate time_rate errechnet und
        gleichzeitig von [ms] in [s] umgerechnet. Um die
    Druckanstiegsgeschwindigkeit dp_dt zu berechnen
        wird der Gradient von pm mit der Abtastrate bestimmt. Es wird die
    Differenz zwischen
        dem Druck 'n' und dem Druck 'n+1' gebildet, dies ergibt dp/dt. Die
    Druckanstiegsgeschwindigkeit wird als eigene Spalte
        im Dataframe hinzugefügt. Dieser Dataframe und die Abtastrate werden
    zurückgegeben"""
    data = df.to_numpy()
    t = data[:,0]
    pm = data[:,2]
    time_rate = (t[1]-t[0])*10**-3 #[ms]
    dp_dt = np.gradient(pm,time_rate)
    df["dp_dt [bar/s]"]=pd.Series(dp_dt)
    return df,time_rate

def f_data_slice(df):
    """In dieser Funktion wird der negative Druckbereich entfernt. Hierzu
    wird die Zeile gesucht in der der Druck <= 0.05 [bar] ist
        und die Druckanstiegsgeschwindigkeit größer 0 bar/s ist. Es wird nicht
    nach dem Indexes pm=0 gesucht, sondern nach dem bei dem der Druck
        schon 0.05 [bar] beträgt, da die Messdaten besonders im Bereich 0 [bar]
    zwischen negativem druck und 0 [bar] springen.
        Hier ist anhand der vorliegenden Daten zu beurteilen, ob diese
    Vorgehensweise zulässig ist.
        Die Zeilen, auf die die Bedingung zutrifft, werden in i gespeichert.
    Anschließend wird mit der letzten Zeile als neues i überschieben
        Es wird diese Zeit als neuer Zeitnullpunkt t_reset definiert. Hierzu wird
    die Zeit in eine Zahl umgewandelt.
        Eine neue Spalte im Dataframe wird durch die jeweilige Zeit in der Zeile
    minus der t_reset berechnet.
        Um den negativen Druckbereich zu entfernen, wird in i der Index der neuen
    'Nullpunkt-Zeile' überschieben.
        Zurückgegeben wird eine Kopie des gekürzten Dataframe, um die 'alten'
    Indizes nicht wieder mit auszugeben"""

```

```

    i = df.loc[(df[f_get_header_index(df)[2]] <= 0.05) &
(df[f_get_header_index(df)[4]] > 0) ]
    i = i.tail(1)
    t_reset = i.to_numpy()[0]
    df['Time_reset [ms]'] = df[f_get_header_index(df)[0]] - t_reset[0]
    i = i.index[0]
    return df.iloc[i:].copy().reset_index(drop=True)
def f_dp_dt_max(df):
    """In dieser Funktion wird der Übergebene Dataframe nach dem Maximaldruck
    durchsucht und dieser wird anschließend zurückgegeben"""
    return df[f_get_header_index(df)[4]].max()
def f_p_max(df):
    """In dieser Funktion wird der Übergebene Dataframe nach der Maximalen
    Druckerhöhungsgeschwindigkeit
    durchsucht und diese wird anschließend zurückgegeben"""
    return df[f_get_header_index(df)[3]].max()
def f_plot_figure(dp_dt, dp_dt_max, df, conc, Probe, ZE, speicherort_diagramme):
    """In dieser Funktion wird der Druckverlauf und die
    Druckerhöhungsgeschwindigkeit der einzelnen Probe geplottet.
    Hierzu werden die Zeit t und der Druck pm bzw.
    Druckerhöhungsgeschwindigkeit dp/dt der jeweilige Variable aus dem
    Dataframe zugewiesen. Es wird der Druck auf der primären Ordinate und die
    Druckerhöhungsgeschwindigkeit auf der
    sekundären Ordinate gegen die Zeit als Abszisse aufgetragen. Zusätzlich
    wird ein Boxplot mit genaueren Informationen
    zum Versuch angefügt und ebenfalls wird eine Legende sowie die jeweiligen
    Achsbeschriftungen erstellt.
    Der Plot wird als .svg-File im Ordner Diagramme abgespeichert. """
    t = df[f_get_header_index(df)[5]]
    pm = df[f_get_header_index(df)[3]]
    dp_dt = df[f_get_header_index(df)[4]]
    fig, ax = plt.subplots()
    ax1 = ax.twinx()
    ax.plot(t, pm, label = '$p_m(t)', color='b' ,
linewidth=1, marker="+", markersize=4, markevery=50)
    ax1.plot(t, dp_dt, label = '$dp_m$/dt(t)' , linestyle =
':', color='g', linewidth=1)
    box_text =(r'Conc = ' + str(conc) + r' [g/$m^3$]'
'\n' + r'ZE = ' + str(ZE) + r' [J]')
    props = dict(boxstyle='round', facecolor='white', alpha=0.5)
    ax.text(1.2, 0.5, box_text, transform=ax.transAxes,
fontsize=10, verticalalignment='top', bbox=props)
    legend_box = ax.get_position()

```

```

    ax.set_position([legend_box.x0,legend_box.y0, legend_box.width * 0.8,
legend_box.height])
    fig.legend(loc='center left', bbox_to_anchor=(0.85, 0.8))
    ax.grid(True)
    ax.ticklabel_format(axis='y', style='plain', scilimits=(0,0))
    plt.title(r' Druckverlauf und Druckanstiegsgeschwindigkeit ' + Probe,
fontsize='16', loc='center',pad=10)
    ax.set_ylabel(r'$p_m$ [bar]', fontsize=14)
    ax.set_xlabel(r't $[ms]$', fontsize=14)
    ax1.set_ylabel(r'$dp_m/dt(t)$ [bar*s$^{-1}$]', fontsize=14)
    plt.savefig(speicherort_diagramme + Probe +
                '.svg',bbox_inches="tight", format= 'svg' , dpi=1200)
    return

def f_plot_comparison(df,speicherort_diagramme):
    """In dieser Funktion werden die Druckverläufe aller Proben geplottet.
Der übergebene Dataframe enthält die Zeit t,
    den Druck pm und die Druckanstiegsgeschwindigkeit dp_dt aller Proben.
Jeweils 3 Spalten sind ein Versuch (t,p,dp/dt).
    Daher wird der Dataframe durch 3 geteilt, um die Anzahl der benötigten
Subplots zu bekommen.
    Um die jeweiligen Zeiten in der nachfolgenden for-Schleife plotten zu
können wird eine Liste i_t mit den Spalten Indizes
    die die Zeit Enthalten und eine Liste i_pm für die die Spalten die den
Druck enthalten. Es wird eine Colormap 'color'
    mit der Länge der Liste der benötigten Subplots erstellt, dies ist nötig
damit sich die Farben im Plot nicht wiederholen.
    In der for-Schleife wird das t im Dataframe mittels j = Index der Proben
t bzw. pm ermittelt. Anschließend werden die jeweiligen
    Spalten t und pm gegeneinander geplottet. Nach der Schleife wird eine
Legende erstellt und die Achsen beschriftet.
    Der weiter formatierte Plot wird als .svg-File im Ortner Diagramme
abgespeichert. """
    fig, ax = plt.subplots()
    i_subplots = len(df.columns)//3
    i_t =list(range(0,i_subplots*3 + 1, 3))
    i_pm =list(range(1,i_subplots*3 + 1, 3))
    color = cm.rainbow(np.linspace(0, 1, len(range(i_subplots))))
    markercycle = cycler(marker=["x","+", "s", ".", "+", "v", "^", "<", ">"])
    plt.gca().set_prop_cycle(markercycle)
    for j,c in zip( range(i_subplots) , color):
        t = df[f_get_header_index(df)[i_t[j]]]
        pm = df[f_get_header_index(df)[i_pm[j]]]

```

```

        ax.plot(t,pm,label = f_get_header_index(df)[i_pm[j]] ,
linewidth=1,c=c,markersize=4,markevery=[-1])

        ax.set_xlabel(r't $[ms]$', fontsize=14)
        ax.set_ylabel(r'$p_m$ [bar]$', fontsize=14)
        legend_box = ax.get_position()
        ax.set_position([legend_box.x0,legend_box.y0, legend_box.width * 0.8,
legend_box.height*0.8])
        ax.legend(loc='center left', bbox_to_anchor=(1, 0.5))
        ax.grid(True)
        ax.ticklabel_format(axis='y', style='plain', scilimits=(0,0))
        plt.title(r' Druckverläufe der Proben', fontsize='16',
loc='center',pad=10)
        plt.savefig(speicherort_diagramme+ r'Druckverläufe der Proben'+
                    '.svg',bbox_inches="tight", format= 'svg' , dpi=1200)
        return

def f_plot_comparison_dp(df,speicherort_diagramme):
    """In dieser Funktion werden die Druckverläufe aller Proben geplottet.
Der einzige Unterschied zur f_plot_comparison liegt darin,
    dass der der Verlauf auszugsweise dargestellt wird. So kann der
Druckverlauf im Bereich von 0 bis 100 [ms] und
    von 0 bis 1.5 [bar] betrachtet werden. Für eine weitere Beschreibung der
Funktion siehe f_plot_comparison."""
    fig, ax = plt.subplots()
    i_subplots = len(df.columns)//3
    i_t =list(range(0,i_subplots*3 + 1,3))
    i_dp =list(range(1,i_subplots*3 + 1,3))
    color = cm.rainbow(np.linspace(0, 1, len(range(i_subplots))))
    for j,c in zip( range(i_subplots) , color):
        t = df[f_get_header_index(df)[i_t[j]]]
        pm = df[f_get_header_index(df)[i_dp[j]]]
        ax.plot(t,pm,label = f_get_header_index(df)[i_dp[j]]
,linewidth=1,c=c,mew=1)
        ax.set_xlabel(r't $[ms]$', fontsize=14)
        ax.set_ylabel(r'$p_m$ [bar]$', fontsize=14)
        legend_box = ax.get_position()
        ax.set_position([legend_box.x0,legend_box.y0, legend_box.width * 0.8,
legend_box.height])
        ax.legend(loc='center left', bbox_to_anchor=(1, 0.5))
        ax.grid(True)
        ax.ticklabel_format(axis='y', style='plain', scilimits=(0,0))

```



```
plt.title(r' Druckverlauf der Proben im Bereich 0-100 [ms]',
fontsize='16', loc='center',pad=10)
ax.set_xlim([0,100])
ax.set_ylim([0,1.5])
plt.savefig(speicherort_diagramme + r' Druckerlauf der Proben im Bereich
0-100 [ms]'+
            '.svg',bbox_inches="tight", format= 'svg' , dpi=1200)

return

def f_output(filename,ZE,conc,root,speicherort_diagramme):
    """In dieser Funktion werden die benötigten Einzelfunktionen für ein File
    zusammengefasst.

    Es wird der maximale Druck, die maximale Druckanstiegsgeschwindigkeit,
    der bearbeitete Dataframe
    und die Abtastrate zurückgegeben"""
    df = f_readfile(filename).astype(float)
    df = f_data_mean_pressure(df)
    dp_dt,time_rate = f_dp_dt(df)
    df = f_data_slice(df)
    p_max = f_p_max(df)
    dp_dt_max = f_dp_dt_max(df)

    f_plot_figure(dp_dt,dp_dt_max,df,conc,root,ZE,speicherort_diagramme)
    return p_max,dp_dt_max, df,time_rate

print('-----')
print('Calculation is running')

""" Hier wird der Pfad bzw. Verzeichnis bestimmt in dem das .py-File liegt,
der Speicherort für die Diagramme festgelegt und der Pfad für die Angaben
zur Probe ('Daten_für_Auswertung.csv') wird bestimmt. Die Angaben zu den
Proben werden als Dataframe eingelesen 'df_proben_angaben'.

Es werden Labels für die einzelnen Spalten im Dataframe erstellt. Es wird ein
neuer und leerer Dataframe erstellt. Diesem werden die Spalte:
Probenart', 'Testnummer', 'Zündenergie [J]','Konzentration [g/m3]','p(t)max
[bar]', 'dp/dt max [bar/s]' und 'time rate [ms]' zugewiesen.

Es wird ein neuer leerer Dataframe für den Vergleich der Versuche
untereinander erstellt 'df_comparison'.

"""
```

```

messdaten = glob.glob('*.*txt')
path = pathlib.Path(__file__).parent.absolute()
speicherort_diagramme = ("{}{}".format(path, '\\Diagramme\\ '))
proben_angaben = str(path) + '\\Daten_für_Auswertung.csv'
df_proben_angaben = pd.read_csv(proben_angaben, sep=';', decimal='.')
label_probe = f_get_header_index(df_proben_angaben)[0]
label_testnummer = f_get_header_index(df_proben_angaben)[1]
label_conc = f_get_header_index(df_proben_angaben)[3]
label_ZE = f_get_header_index(df_proben_angaben)[7]
df_proben = pd.DataFrame(columns = ['Probe', 'Testnummer',
                                   'Zündenergie [J]', 'Konzentration
[g/m3]', 'p(t)max [bar]', 'dp/dt max [bar/s]', 'time rate [ms]'])
df_comparison = pd.DataFrame()

"""In der for-Schleife wird für alle Files im aktuellen Verzeichnis die
Probandaten eingelesen, die Daten manipuliert und die
einzelnen Ergebnisse berechnet. Zunächst wird aus dem Dateinamen der
Probennamen bestimmt. Die Messdatei muss die Bezeichnung
enthalten, als Trennzeichen zur nachstehenden Testnummer muss '_' verwendet
werden. Anschließend werden die Konzentration und
die Zündenergie aus dem 'Daten_für_Auswertung'-File ausgelesen. Die Labels
dienen als Bedingung um die richtige Zeile im .CSV
zu finden. Es wird nach der Zeile gesucht, in der die Testnummer, mit der aus
der Bezeichnung zuvor ausgelesenen Nummer übereinstimmt.
"""
for filename in messdaten:
    Testnummer, ext = os.path.splitext(filename)
    Testnummer=int(Testnummer)
    conc = (df_proben_angaben.loc[(df_proben_angaben[label_testnummer] ==
Testnummer), [label_conc]]).to_numpy()
    conc = np.linalg.norm(conc)
    ZE = (df_proben_angaben.loc[(df_proben_angaben[label_testnummer] ==
Testnummer), [label_ZE]]).to_numpy()
    ZE = np.linalg.norm(ZE)
    Probe = str((df_proben_angaben.loc[(df_proben_angaben[label_testnummer]
== Testnummer), [label_probe]]).values[0][0])

    p_max , dp_dt_max, df, time_rate =
f_output(filename, ZE, conc, Probe, speicherort_diagramme)
    df_comparison[('t ' + Probe )] = df[f_get_header_index(df)[5]]
    df_comparison[('p(t) ' + Probe)] = df[f_get_header_index(df)[3]]
    df_comparison[('dp/dt(t) ' + Probe)] = df[f_get_header_index(df)[4]]

```

```
df_proben = df_proben.append({'Probe' : Probe, 'Testnummer' : Testnummer,
'Zündenergie [J]' : ZE,
                                'Konzentration [g/m3]':conc, 'p(t)max
[bar]':str(np.format_float_scientific(p_max, precision = 1, exp_digits=2)),
                                'dp/dt max [bar/s]':
str(np.format_float_scientific(dp_dt_max, precision = 1, exp_digits=2)),
                                'time rate [ms]':
str(np.format_float_positional(time_rate, unique=True))} , ignore_index=True)

"""Hier werden die Vergleiche der Druckverläufe ausgeführt und es wird eine
kleine Übersicht der Versuchsergebnisse ausgegeben.
Diese Daten werden ebenfalls im Excel-File 'Daten_Ergebnisse.xlsx'
abgespeichert"""
f_plot_comparison(df_comparison, speicherort_diagramme)
f_plot_comparison_dp(df_comparison, speicherort_diagramme)
#df_comparison.to_excel('Daten_aller_Ergebnisse.xlsx')
print('-----')
pd.set_option('expand_frame_repr', False)
print(df_proben)
filename_excel_sheet = 'Daten_Ergebnisse.xlsx'
df_proben.to_excel(filename_excel_sheet)
print('-----')
print ('analysis executed')
```

II.2 Korrelationen.py

```
"""
Programm für die Korrelationsanalyse
Dieses Programm berechnet die Korrelationskoeffizienten für ein .txt-File in
dem alle Messdaten vorhanden sind. Die Ergebnisse werden in ein .txt file
geschrieben.
Florian Neumeister
"""
import pandas as pd
import pathlib
import glob
from scipy.stats import stats
import matplotlib.pyplot as plt
import seaborn as sns
import warnings
import numpy as np
warnings.filterwarnings('ignore')
def f_readfile(filename):
    """In dieser Funktion wird das CSV-File mit dem jeweiligen Dateinamen
    eingelesen und als dataframe zurück gegeben"""
    return pd.read_csv(filename + '.txt', sep=';', decimal='.')
def f_get_header_index(df):
    """In dieser Funktion wird die Kopfzeile des übergebenen Dataframes als
    Liste zurückgegeben"""
    return df.columns.values.tolist()
def f_correlation_spearman(df, speicherort):
    """In dieser Funktion wird der Spearman-Korrelationskoeffizient zwischen
    allen Parametern berechnet. Das Ergebnis wird ins .txt-File geschrieben"""
    Korr = df.corr(method='spearman')
    print('Spearman:')
    print(Korr)
    Korr.to_excel(excel_writer = speicherort + 'spearman'+'.xlsx')
    return
def f_normaltest(df, column_name, f):
    data=df[column_name]
    # identifies 1% of the data at the upper end of the distribution
    k2,p=stats.normaltest(data, nan_policy='omit')
    alpha = 1e-3
    if p < alpha: # null hypothesis: x comes from a normal distribution
        res="The null hypothesis can be rejected"
    else:
        res="The null hypothesis cannot be rejected"
    print(column_name+' : '+res, file=f)
    return
```

```

def f_scatter_matrix(df, speicherort):
    """In dieser Funktion wird eine Streudiagramm Matrix erstellt. Jene Daten
    die ordinal bzw. nominal skaliert sind
    und wenige Ausprägungen besitzen, werden mit einem Rauschen versehen um die
    Interpretation des Streudiagrammes
    zu erleichtern. Der plot wird als .svg abgespeichert"""
    #df[f_get_header_index(df)[0]] = df[f_get_header_index(df)[0]] +
    np.random.normal(0, 0.01, len(df))
    df[f_get_header_index(df)[3]] = df[f_get_header_index(df)[3]] +
    np.random.normal(0, 0.01, len(df))
    df[f_get_header_index(df)[4]] = df[f_get_header_index(df)[4]] +
    np.random.normal(0, 0.01, len(df))
    df[f_get_header_index(df)[5]] = df[f_get_header_index(df)[5]] +
    np.random.normal(0, 0.01, len(df))
    df[f_get_header_index(df)[6]] = df[f_get_header_index(df)[6]] +
    np.random.normal(0, 0.01, len(df))
    sns.set_theme(style="ticks")
    sns.pairplot(df, vars=df.columns, diag_kind="hist",
hue=f_get_header_index(df)[0], diag_kws=dict(hue=None,
color=".2"), markers=["o", "s"])
    plt.tight_layout()
    plt.gcf().subplots_adjust(wspace=0.3, hspace=0.3)
    plt.savefig(speicherort+ 'scatter_matrix' +'.svg', bbox_inches="tight",
format= 'svg' , dpi=1200)
    return
def f_output(df, f):
    print('-----', file=f)
    f_normaltest(df, f_get_header_index(df)[1], f)
    f_normaltest(df, f_get_header_index(df)[2], f)
    f_normaltest(df, f_get_header_index(df)[0], f)
    f_normaltest(df, f_get_header_index(df)[3], f)
    f_normaltest(df, f_get_header_index(df)[4], f)
    f_normaltest(df, f_get_header_index(df)[5], f)
    f_normaltest(df, f_get_header_index(df)[6], f)
    f_scatter_matrix(df, speicherort)
    print('-----', file=f)
    f_correlation_spearman(df, speicherort)
    print('-----', file=f)
    return
pd.set_option('expand_frame_repr', False)
messdaten = glob.glob('*.txt')
path = pathlib.Path(__file__).parent.absolute()
speicherort = ("{} / {}".format(path, '\ '))
print('-----')
print('Für welche der folgende .txt Dateien sollen die einzelnen Korrelationen
berechnet werden:')
print(str(messdaten))
f = open("output.txt", "a")
f_output(f_readfile(input('Enter file name without extension: ')), f)
f.close()
print('-----')

```

III. Spearman-Korrelationmatrix

Tabelle III-1: Spearman-Korrelationsmatrix

	Staubart [-]	Druck [bar]	Druckanstiegsgeschwindigkeit t [bar/s]	Fe2O3 [mProzent]	Fe3O4 [mProzent]	Ausprägung der sekundären Beschleunigung	Zuendenergie [kJ]
Staubart [-]	1.0	0.1	0.5	0.1	0.0	-0.1	0.3
Druck [bar]	0.1	1.0	0.5	-0.1	0.1	-0.2	0.5
Druckanstiegsgeschwindigkeit [bar/s]	0.5	0.5	1.0	0.1	0.2	-0.3	0.7
Fe2O3 [mProzent]	0.1	-0.1	0.1	1.0	-0.4	-0.2	0.2
Fe3O4 [mProzent]	0.0	0.1	0.2	-0.4	1.0	0.3	0.0
Ausprägung der sekundären Beschleunigung	-0.1	-0.2	-0.3	-0.2	0.3	1.0	-0.3
Zuendenergie [kJ]	0.3	0.5	0.7	0.2	0.0	-0.3	1.0

IV. Streudiagrammmatrix

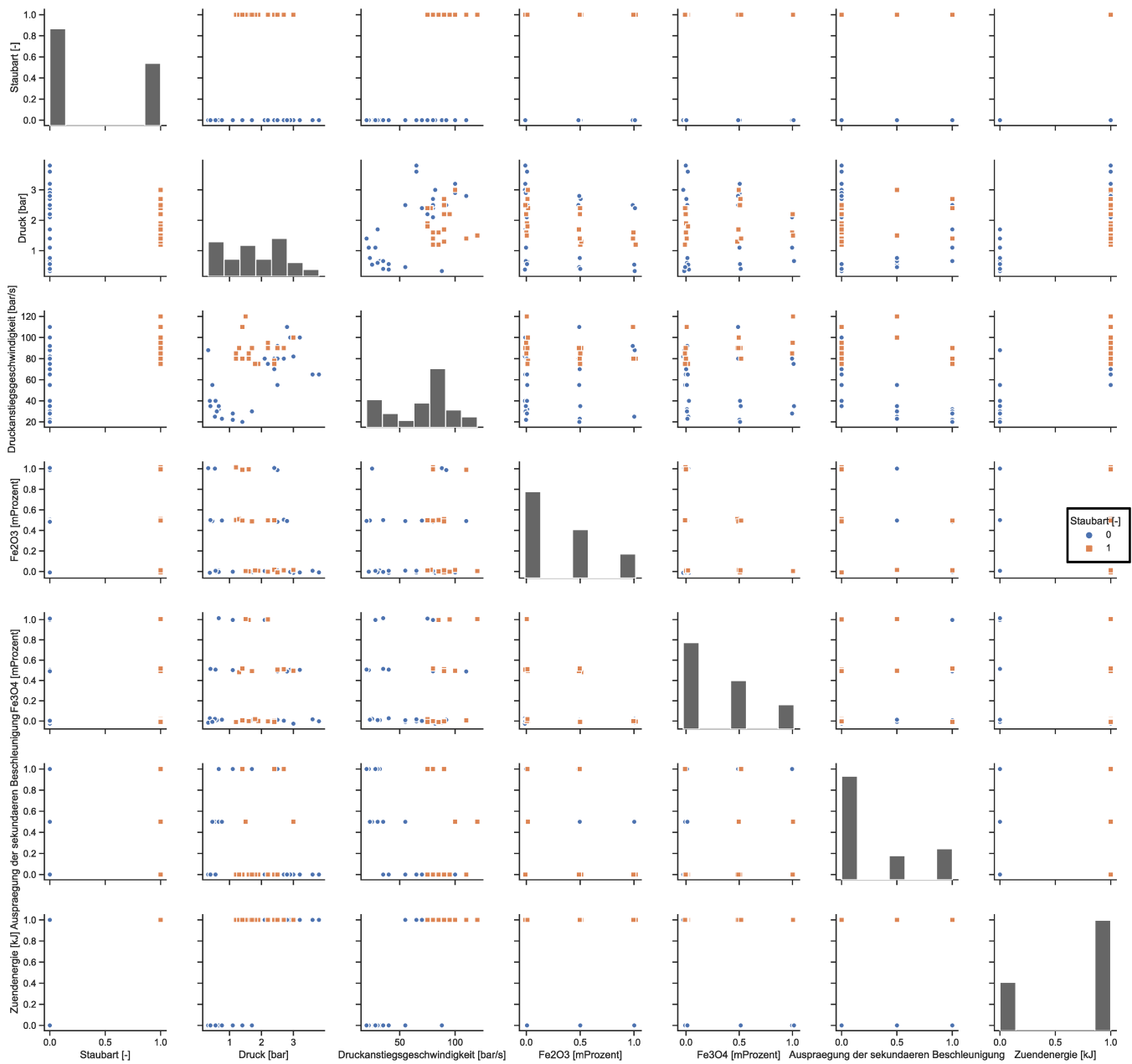


Abbildung 1: Streudiagrammmatrix für alle Parameter

V. Druckverläufe

V.1 Druckverläufe Staub A 2kJ

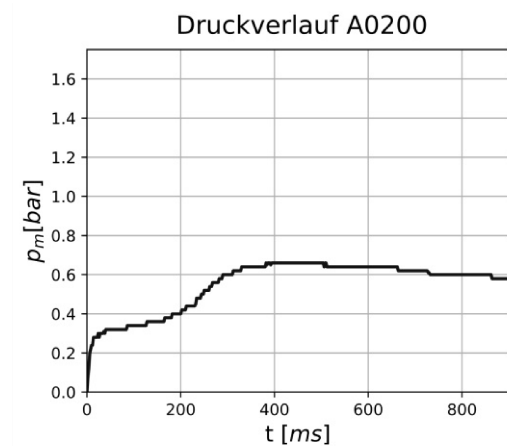


Abbildung 2: Druckverlauf A0200

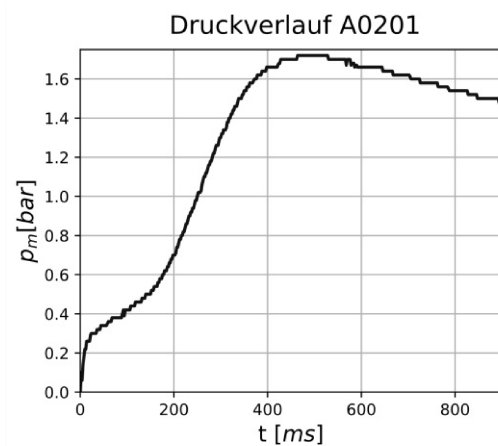


Abbildung 3: Druckverlauf A0201

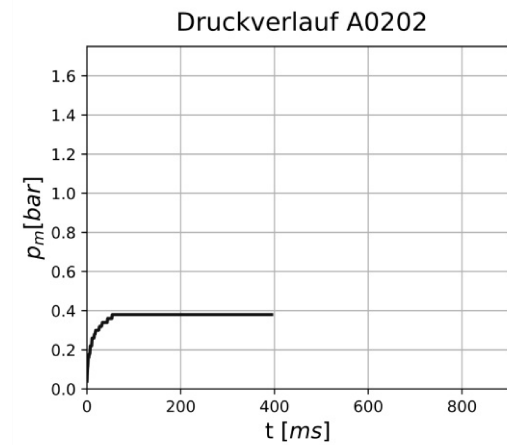


Abbildung 4: Druckverlauf A0202

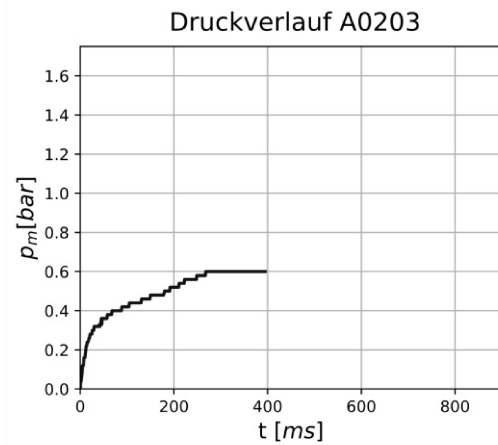


Abbildung 5: Druckverlauf A0203

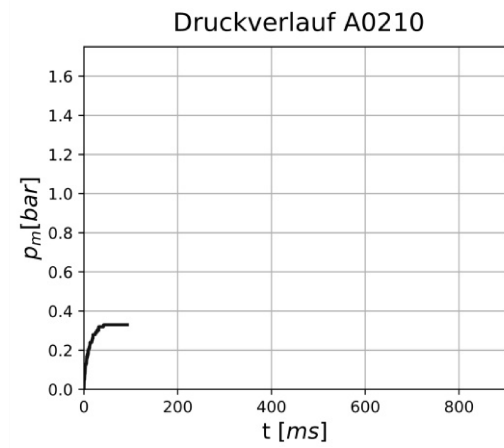


Abbildung 6: Druckverlauf A0210

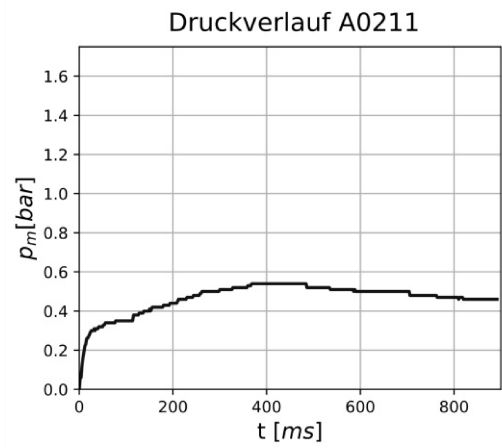


Abbildung 7: Druckverlauf A0211

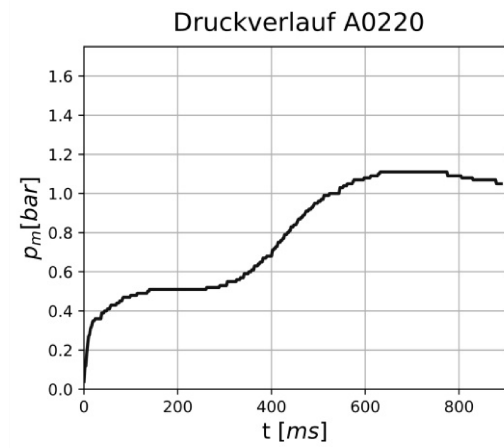


Abbildung 8: Druckverlauf A0220

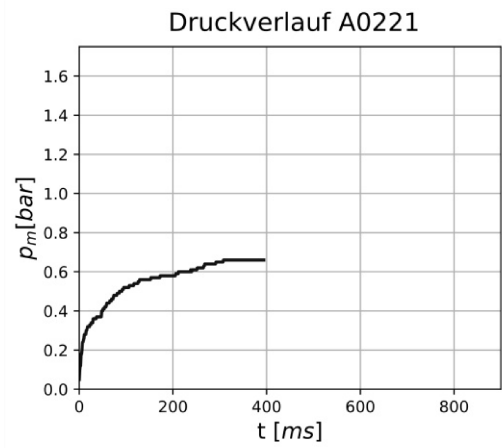


Abbildung 9: Druckverlauf A0221

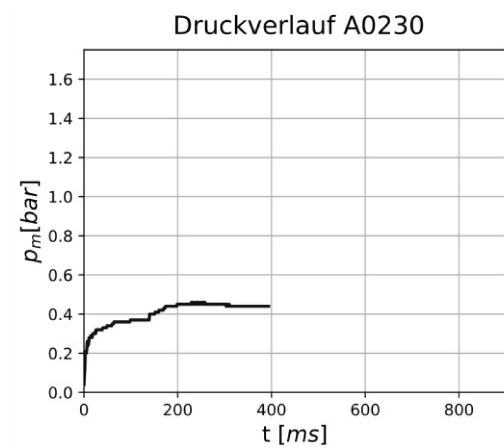


Abbildung 10: Druckverlauf A0230

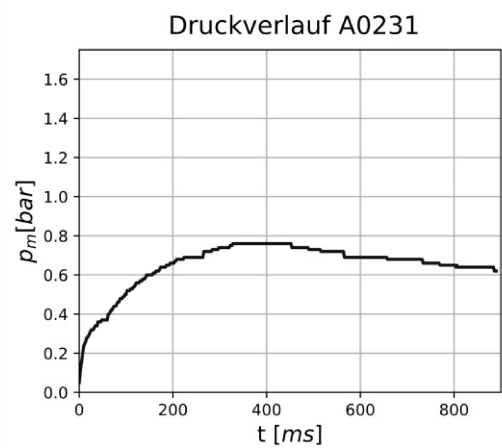


Abbildung 11: Druckverlauf A0231

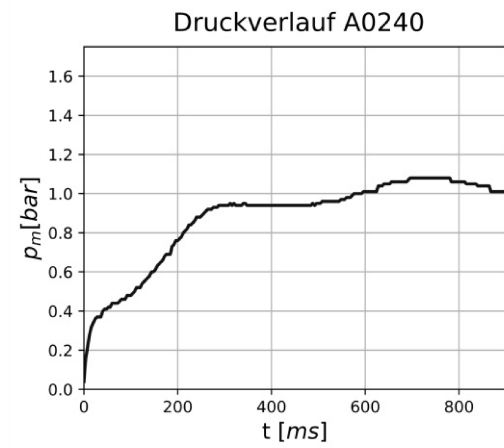


Abbildung 12: Druckverlauf A0240

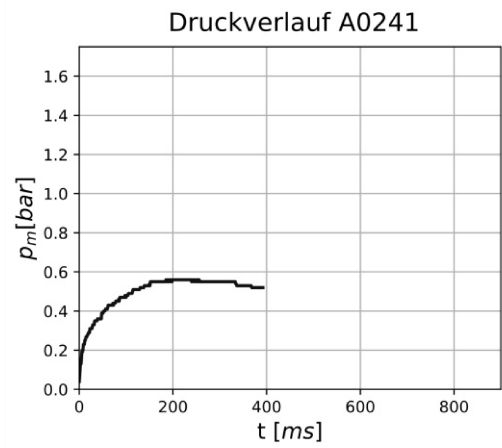


Abbildung 13: Druckverlauf A0241

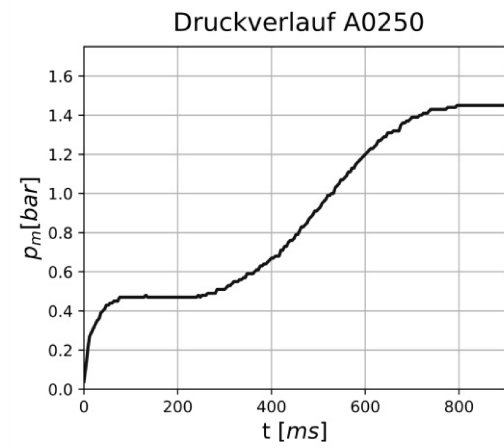


Abbildung 14: Druckverlauf A0250

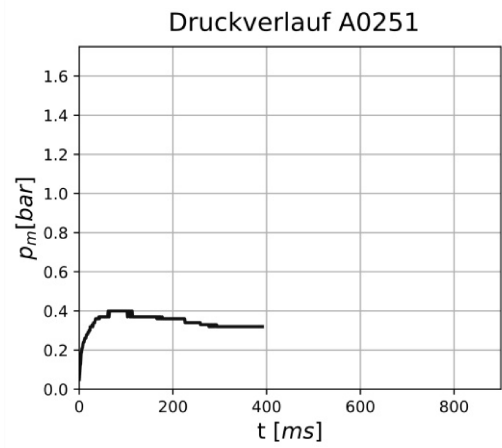


Abbildung 15: Druckverlauf A0251

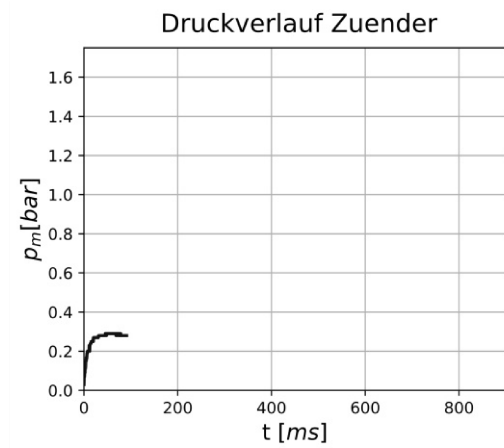


Abbildung 16: Druckverlauf Zünder 2k

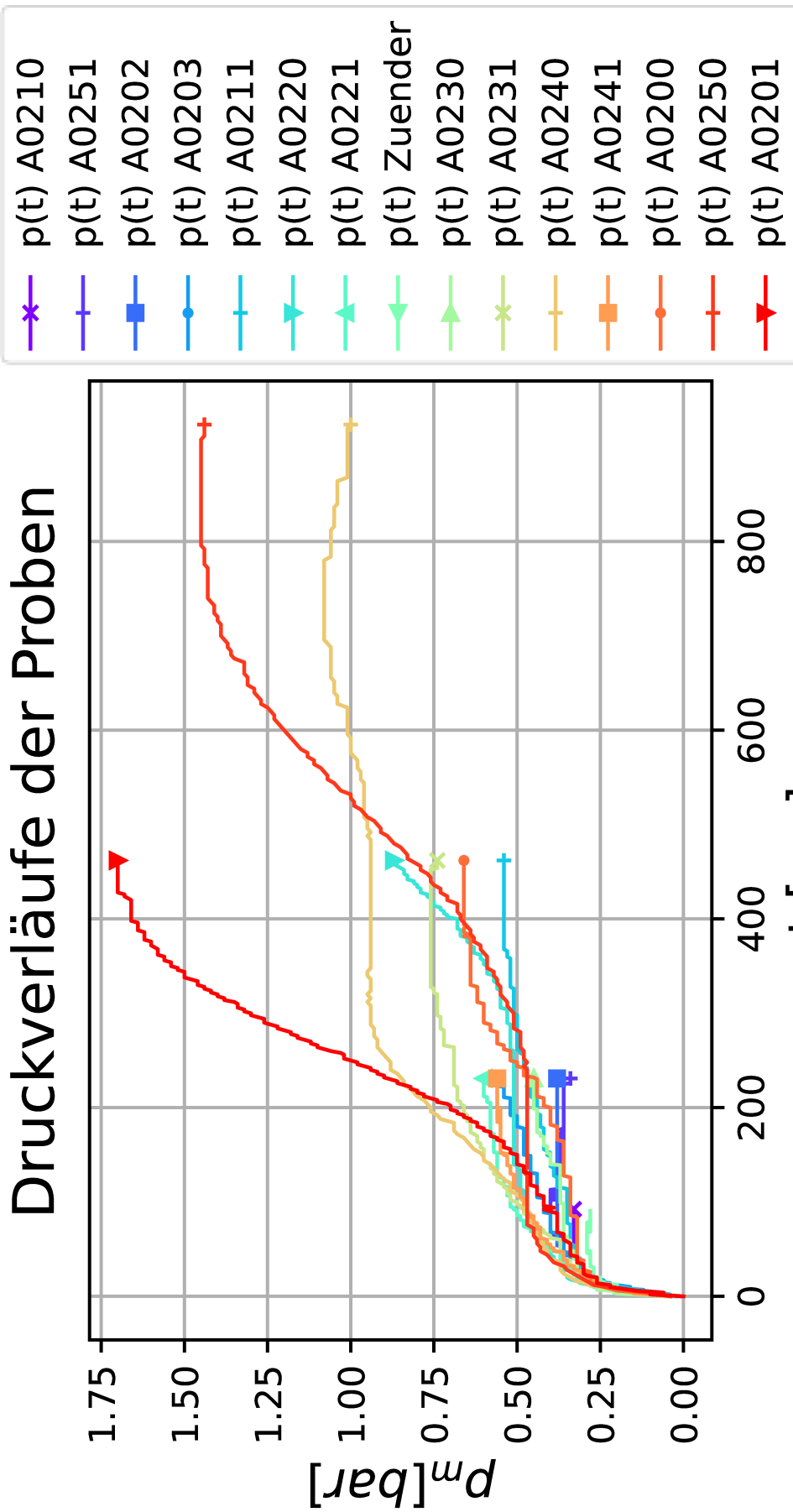


Abbildung 17: Druckverläufe Staub A mit 2kJ

V.2 Druckverläufe Staub A 10kJ

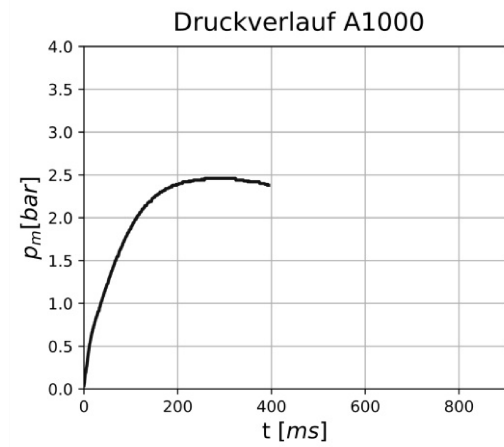


Abbildung 18: Druckverlauf A1000

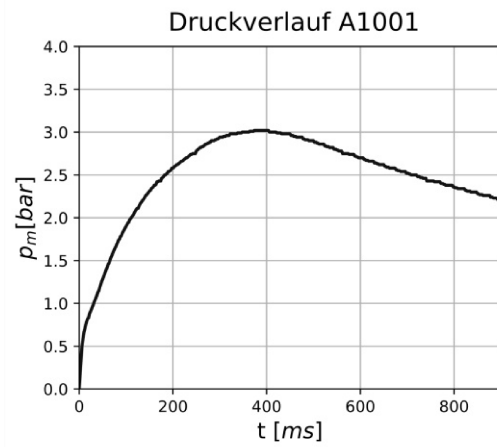


Abbildung 19: Druckverlauf A1001

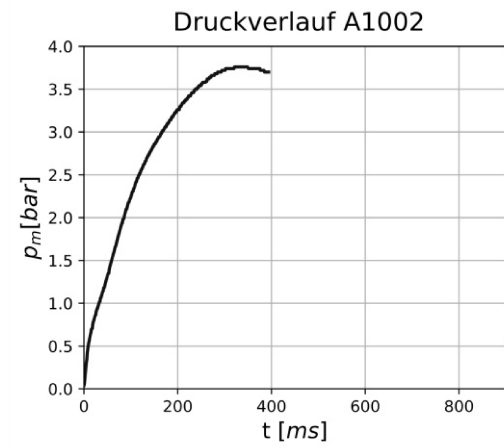


Abbildung 20: Druckverlauf A1002

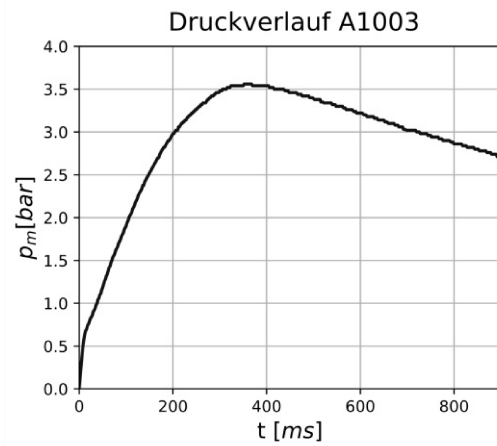


Abbildung 21: Druckverlauf A1003

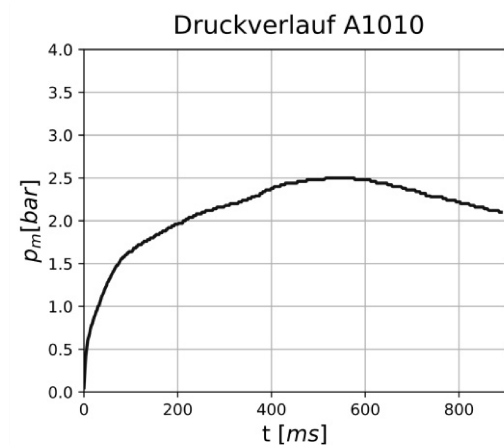


Abbildung 22: Druckverlauf A1010

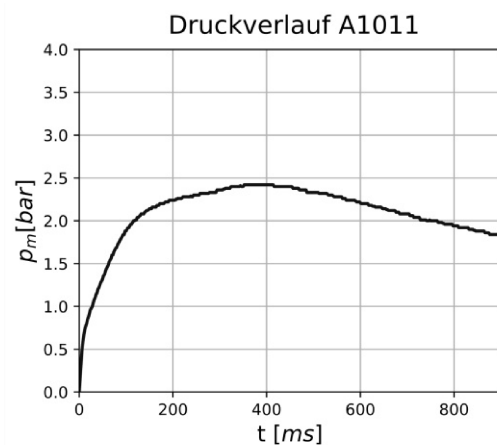


Abbildung 23: Druckverlauf A1011

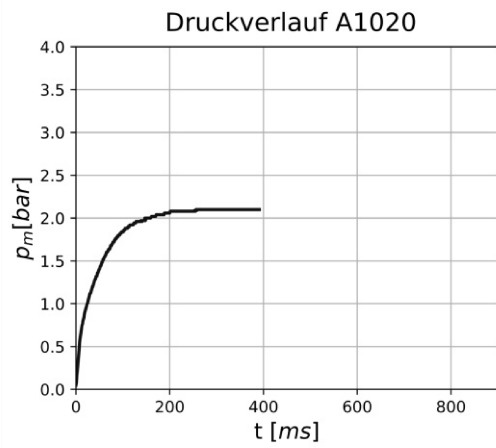


Abbildung 24: Druckverlauf A1020

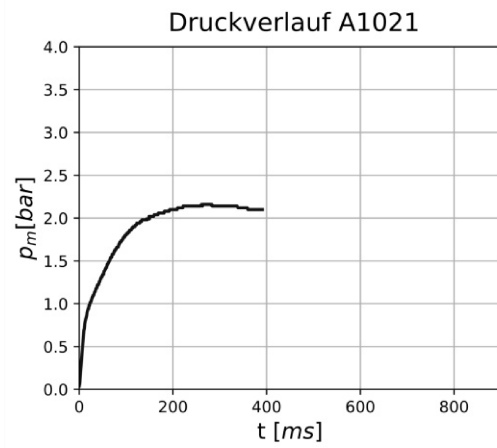


Abbildung 25: Druckverlauf A1021

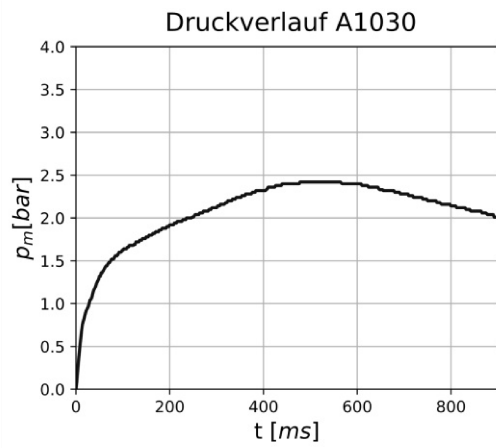


Abbildung 26: Druckverlauf A1030

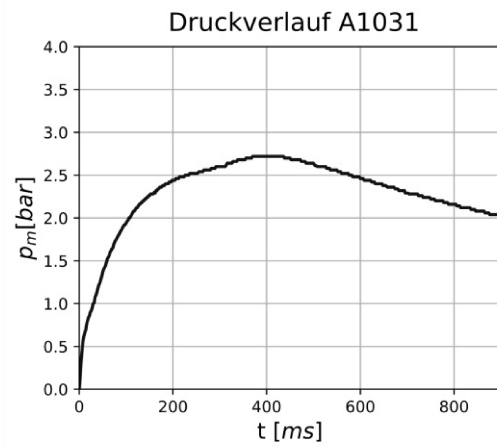


Abbildung 27: Druckverlauf A1031

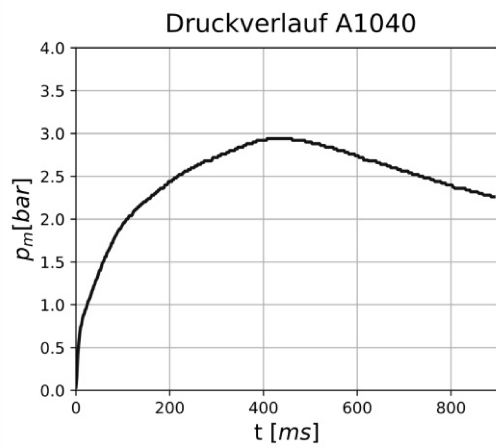


Abbildung 28: Druckverlauf A1040

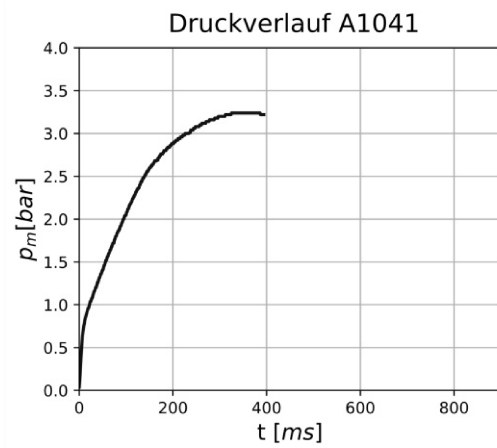


Abbildung 29: Druckverlauf A1041

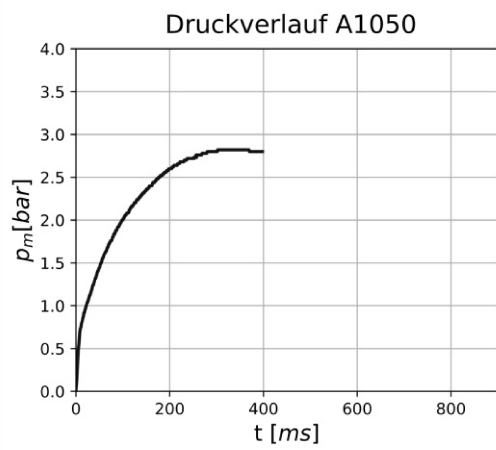


Abbildung 30: Druckverlauf A1050

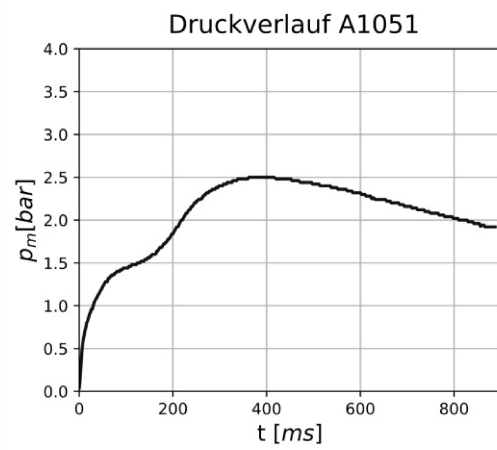


Abbildung 31: Druckverlauf A1051

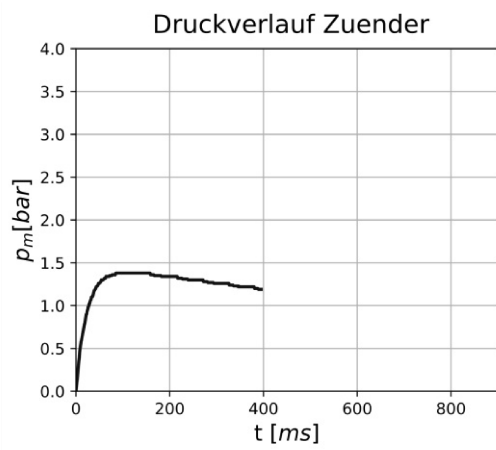


Abbildung 32: Druckverlauf Zünder 10kJ

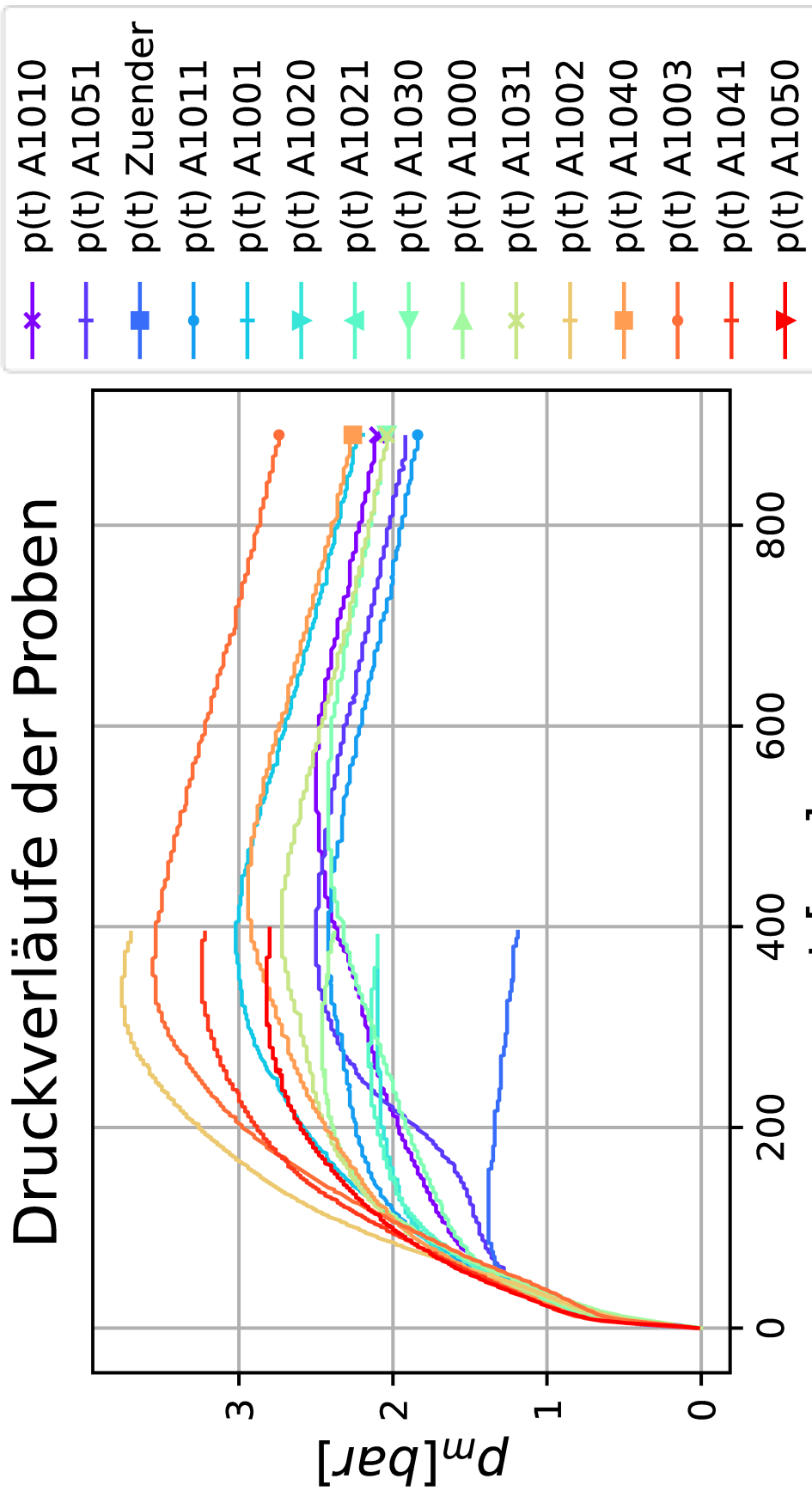


Abbildung 33: Druckverläufe Staub A mit 10kJ

V.3 Druckverläufe Staub B 2kj

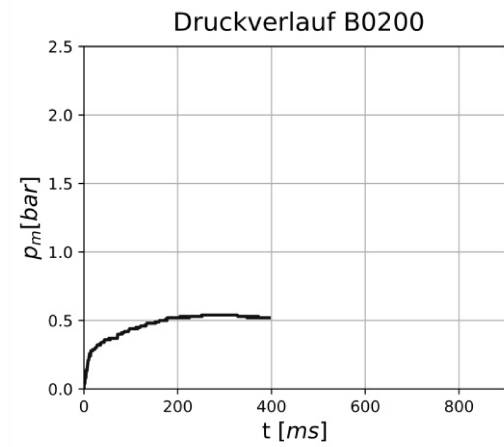


Abbildung 34: Druckverlauf B0200

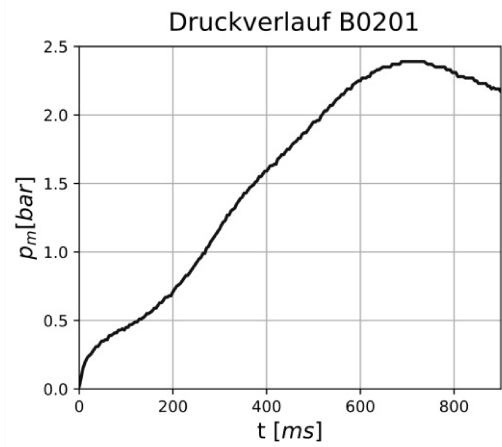


Abbildung 35: Druckverlauf B0201

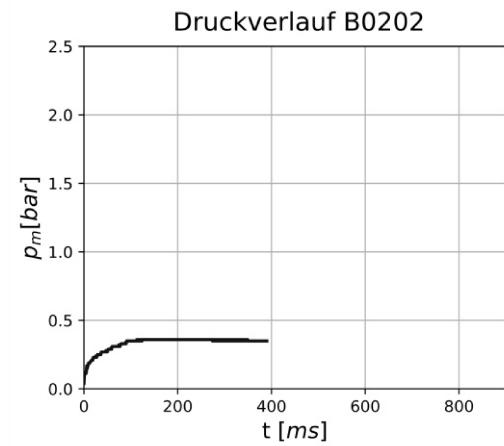


Abbildung 36: Druckverlauf B0202

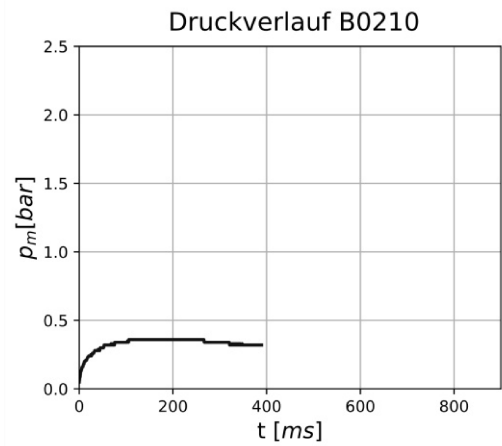


Abbildung 37: Druckverlauf B0210

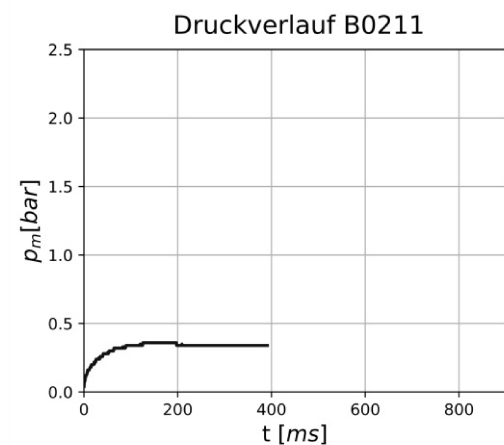


Abbildung 38: Druckverlauf B0211

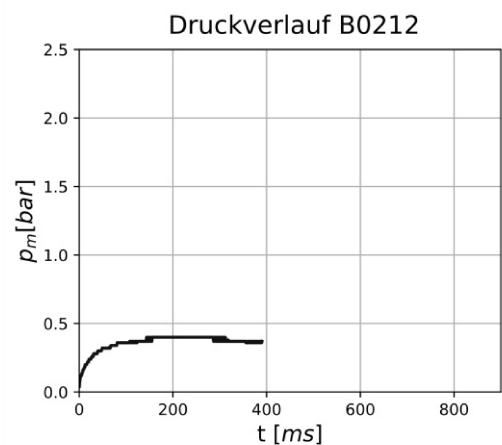


Abbildung 39: Druckverlauf B0212

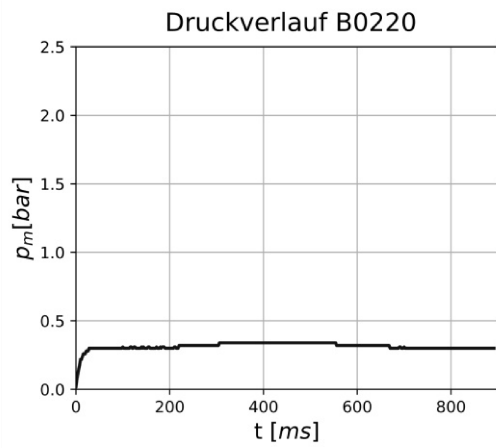


Abbildung 40: Druckverlauf B0220

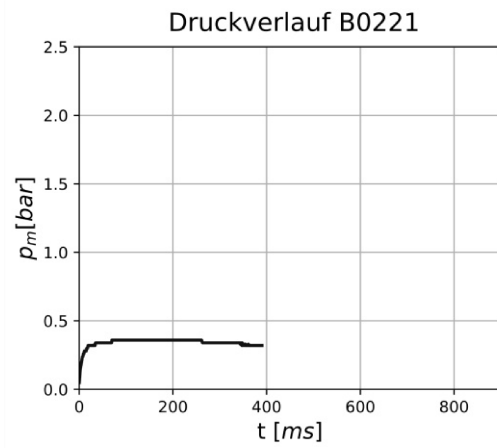


Abbildung 41: Druckverlauf B0221

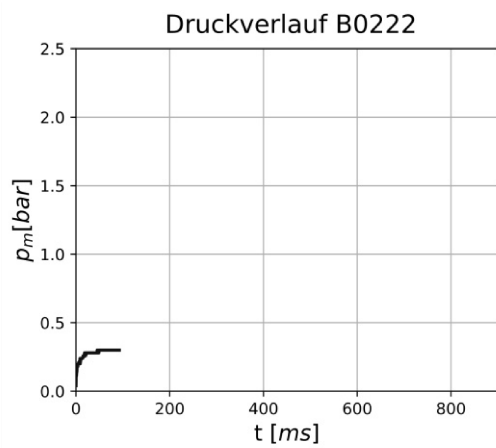


Abbildung 42: Druckverlauf B0222

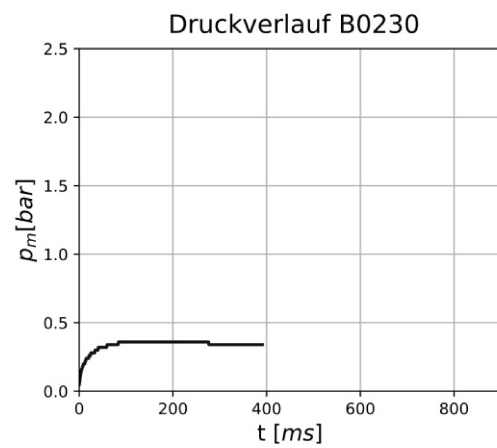


Abbildung 43: Druckverlauf B0230

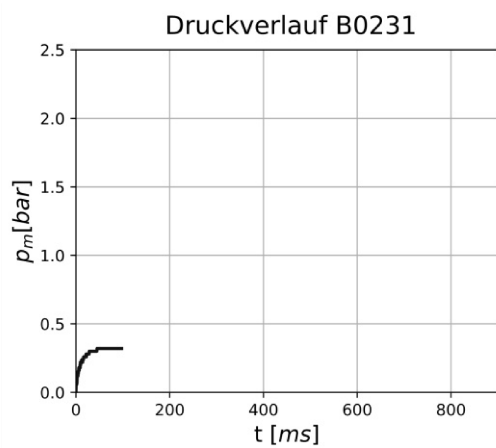


Abbildung 44: Druckverlauf B0231

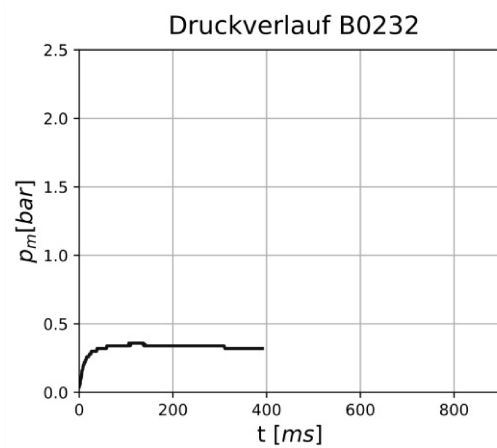


Abbildung 45: Druckverlauf B0232

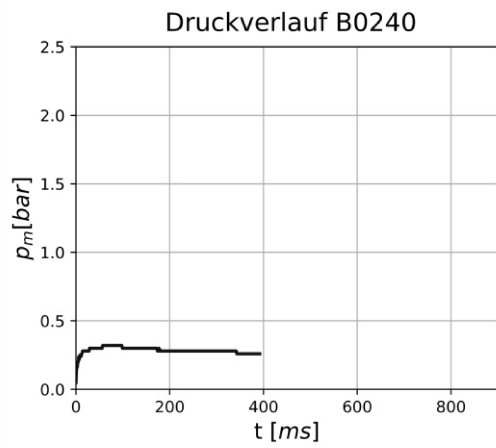


Abbildung 46: Druckverlauf B0240

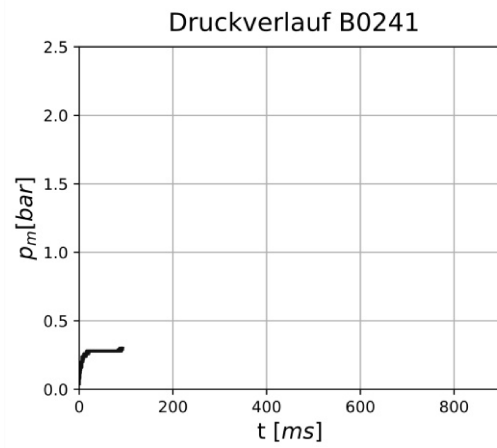


Abbildung 47: Druckverlauf B0241

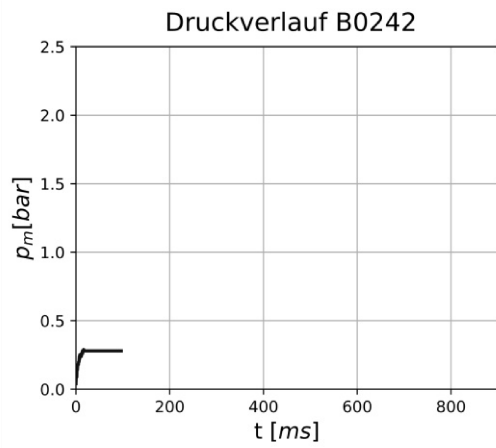


Abbildung 48: Druckverlauf B0242

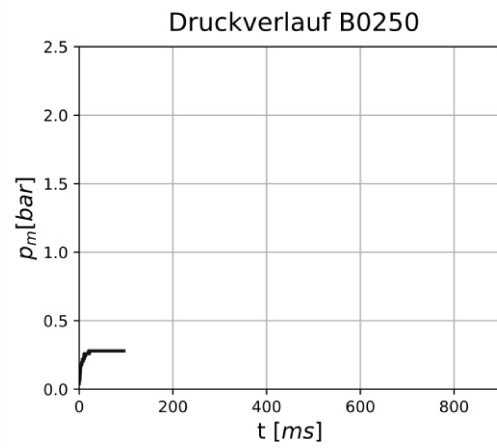


Abbildung 49: Druckverlauf B0250

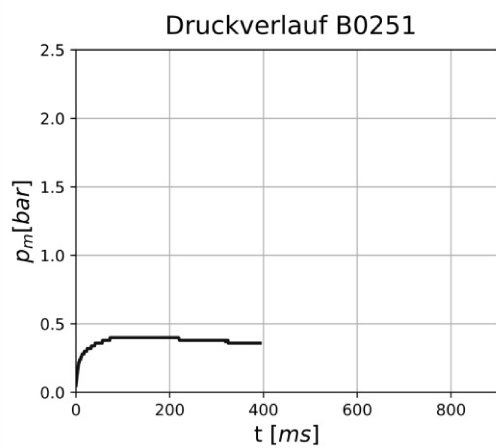


Abbildung 50: Druckverlauf A B0251

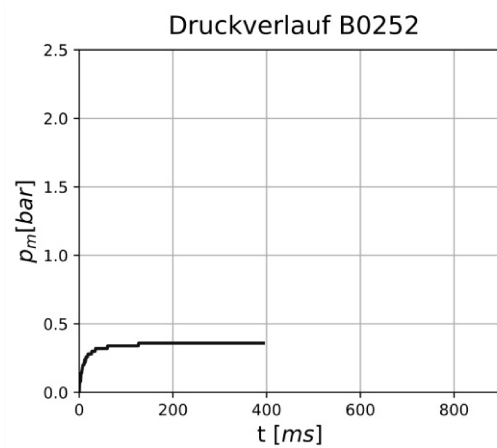


Abbildung 51: Druckverlauf B0252

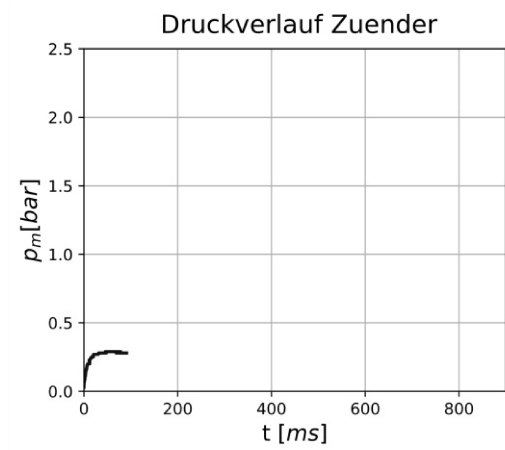


Abbildung 52: Druckverlauf Zünder 2kj

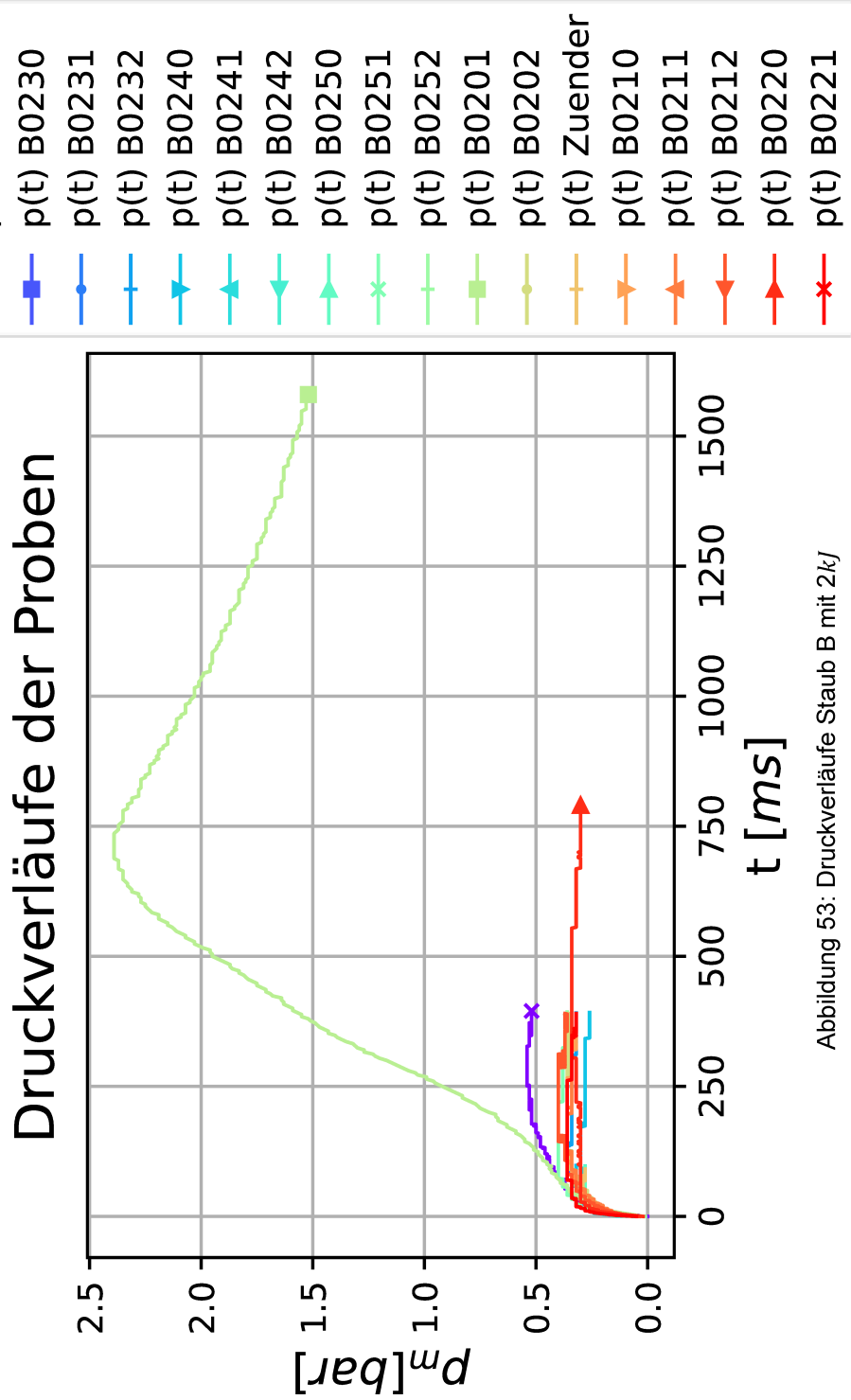


Abbildung 53: Druckverläufe Staub B mit 2kj

V.4 Druckverläufe Staub B 10kj

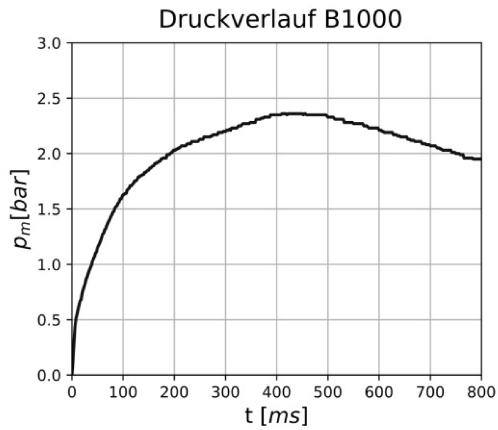


Abbildung 54: Druckverlauf B1000

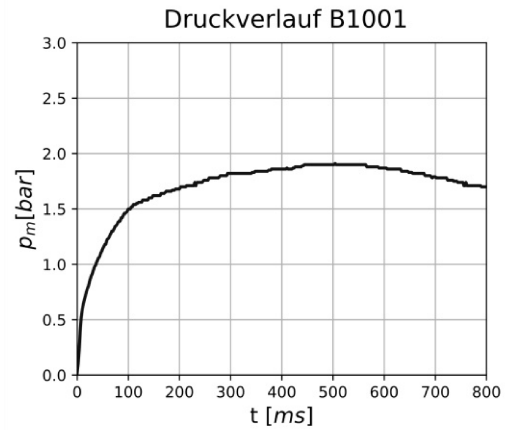


Abbildung 55: Druckverlauf B1001

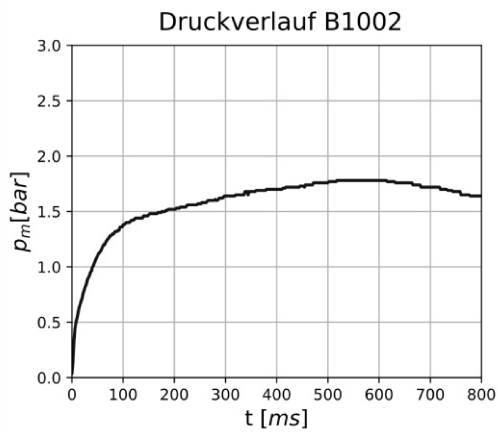


Abbildung 56: Druckverlauf B1002

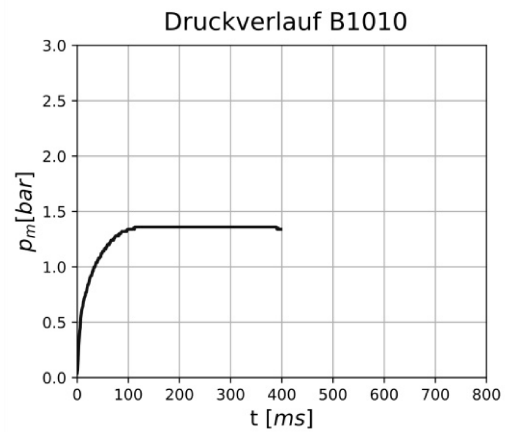


Abbildung 57: Druckverlauf B1010

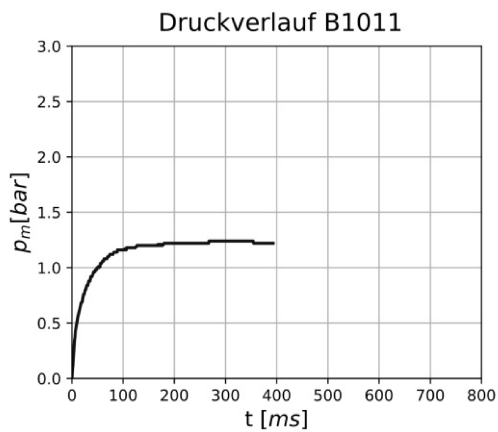


Abbildung 58: Druckverlauf B1011

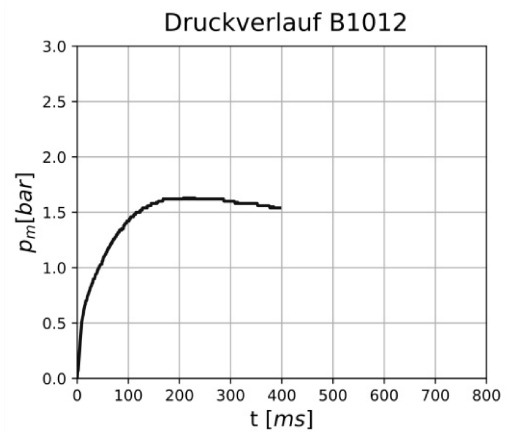


Abbildung 59: Druckverlauf B1012

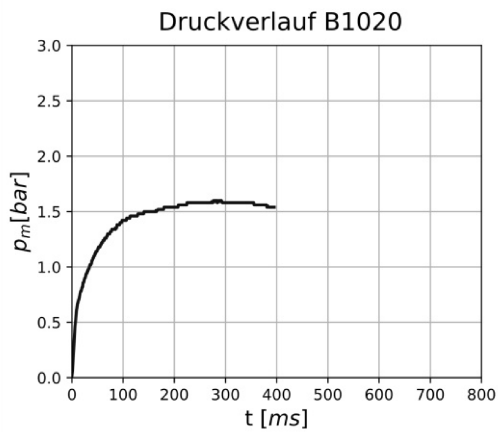


Abbildung 60: Druckverlauf B1020

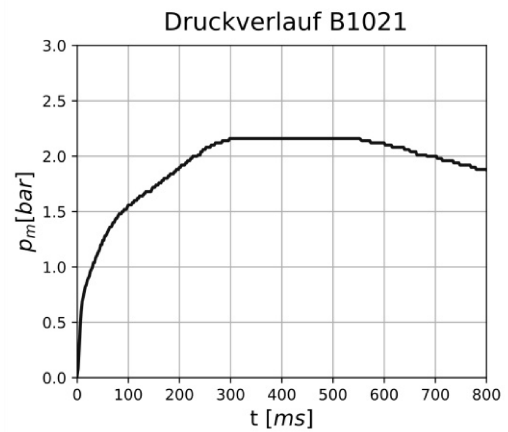


Abbildung 61: Druckverlauf B1021

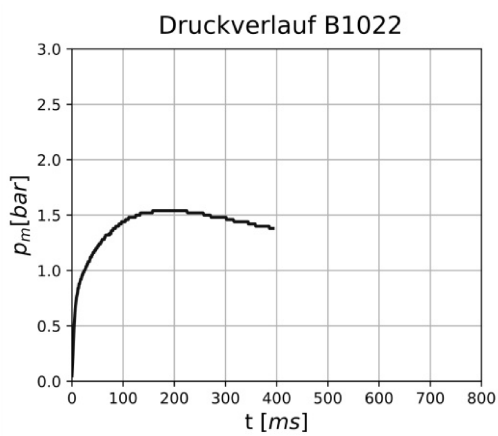


Abbildung 62: Druckverlauf B1022

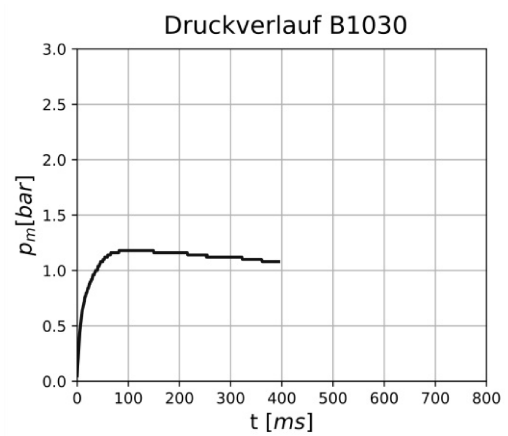


Abbildung 63: Druckverlauf B1030

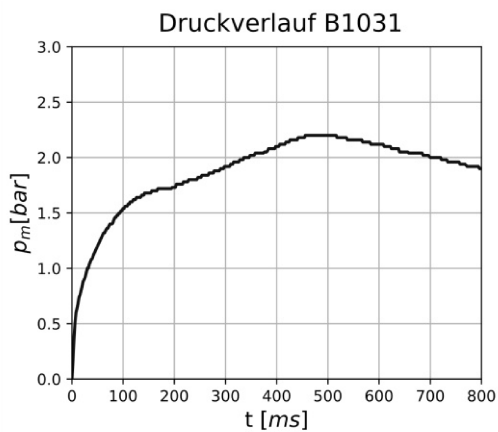


Abbildung 64: Druckverlauf B1031

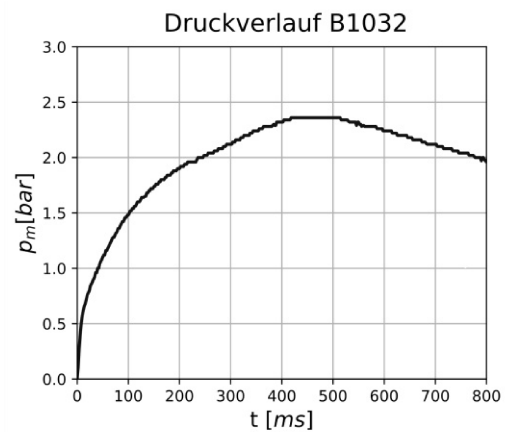


Abbildung 65: Druckverlauf B1032

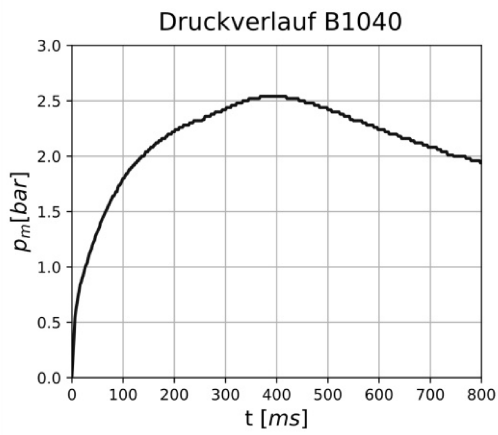


Abbildung 66: Druckverlauf B1040

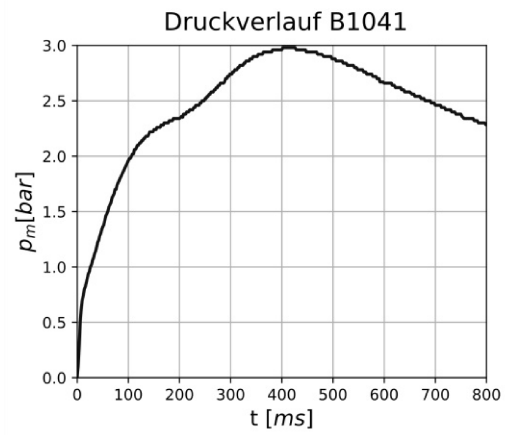


Abbildung 67: Druckverlauf B1041

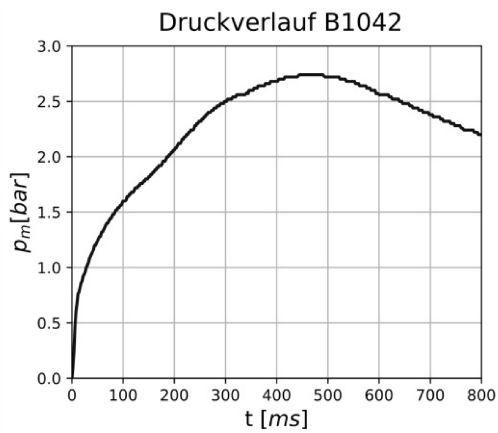


Abbildung 68: Druckverlauf B1042

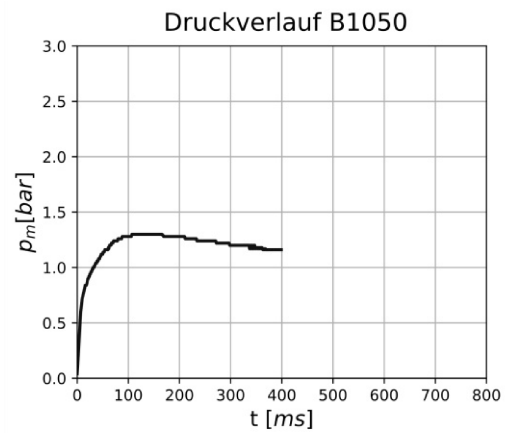


Abbildung 69: Druckverlauf B1050

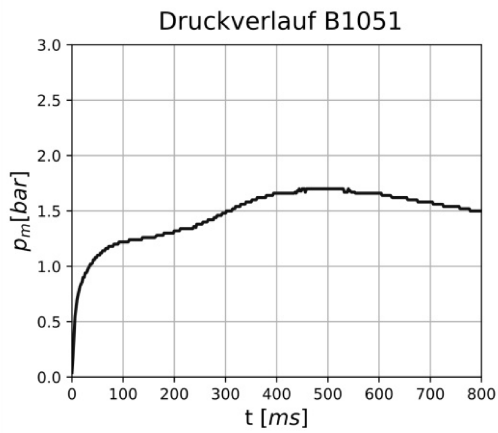


Abbildung 70: Druckverlauf A B1051

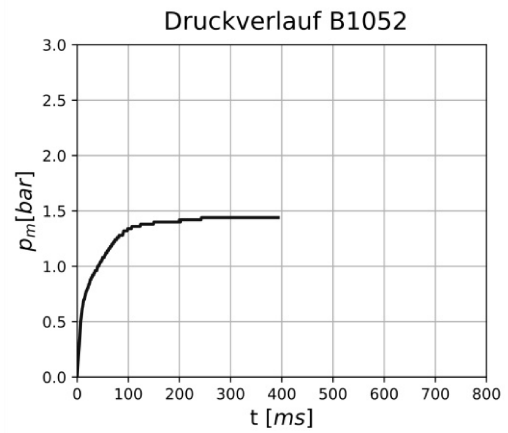


Abbildung 71: Druckverlauf B1052

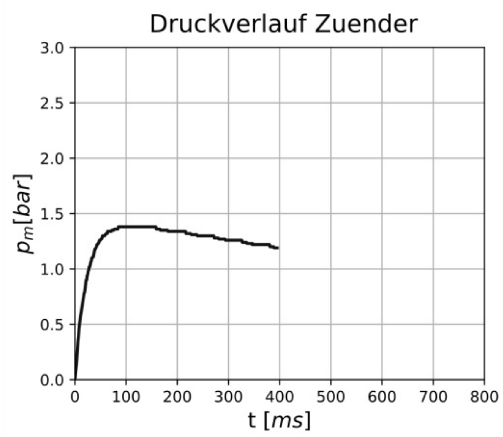
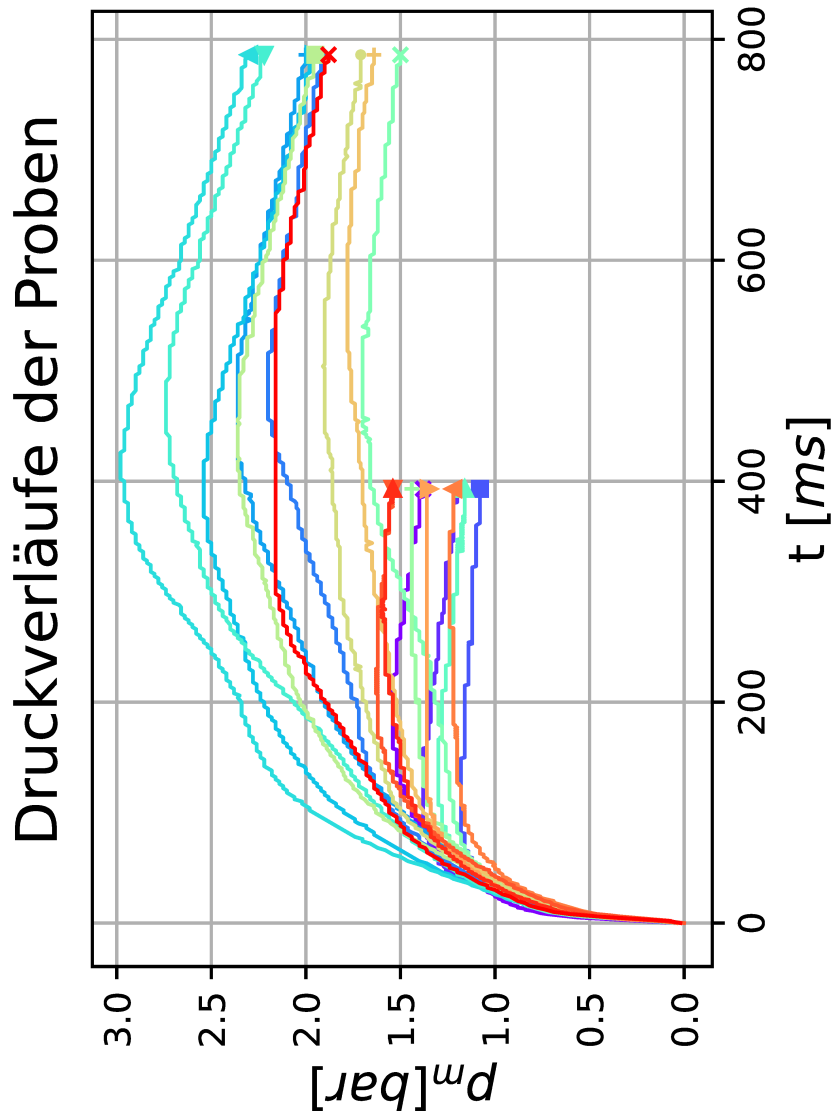


Abbildung 72: Druckverlauf Zünder 10kJ



- ✖ p(t) B1022
- + p(t) Zuender
- p(t) B1030
- p(t) B1031
- + p(t) B1032
- ▶ p(t) B1040
- ▶ p(t) B1041
- ▼ p(t) B1042
- ▶ p(t) B1050
- ✖ p(t) B1051
- + p(t) B1052
- p(t) B1000
- p(t) B1001
- + p(t) B1002
- ▶ p(t) B1010
- ▶ p(t) B1011
- ▼ p(t) B1012
- ▶ p(t) B1020
- ✖ p(t) B1021

Abbildung 73: Druckverläufe Staub B mit 10kJ

VI. Ediketten der gekauften Stäube



Abbildung 74: Ediketten aller gekauften Stäube

VII. Krongrößenverteilung DRI

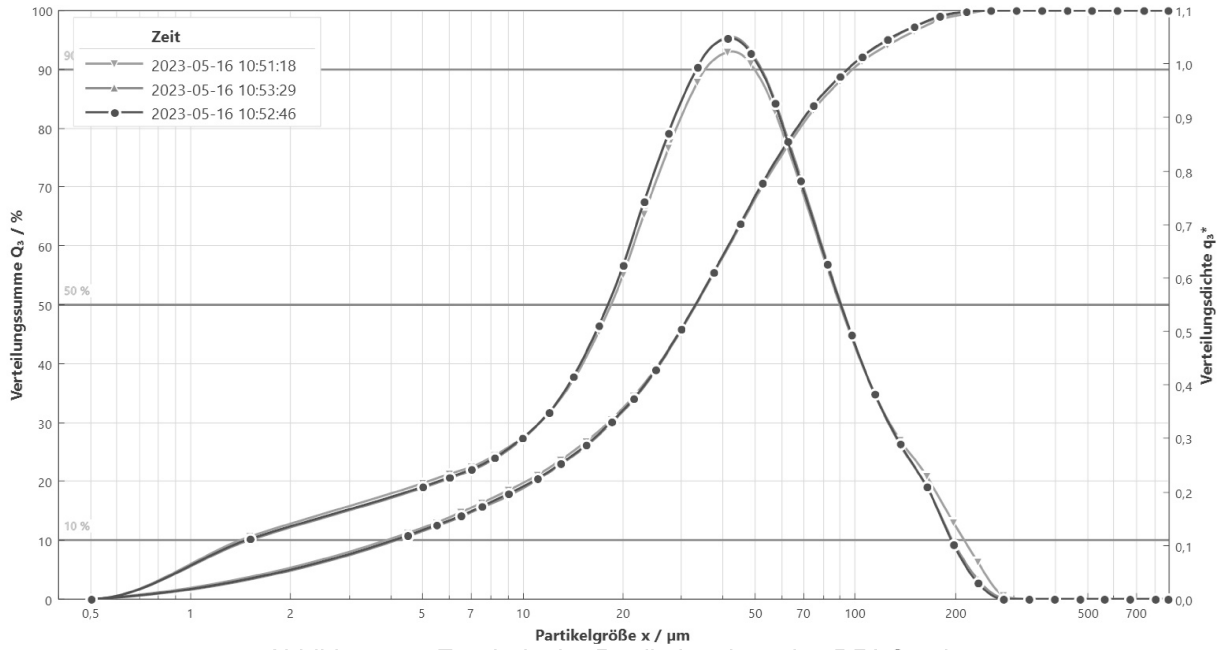


Abbildung 75: Ergebnis der Partikelanalyse des DRI-Staubes