

Bild 2. Abhängigkeit der Verteilgenauigkeit von PSM als Funktion der Probeneinwaage; 1 Einzelkorn  $\approx 0,03$  g; bei Einzelkörnern  $n = 180$ , bei 1 g, 2 g und 5 g  $n = 30$

gibt, daß erhebliche Mengen von Carbofuran mit dem Luftstrom im Kreislauf geführt werden und teilweise erst auf die Folgecharge gelangen. Das kann verhindert werden, wenn das Carbofuran-Mittel mit den spezifisch schwersten Hüllmassenkomponenten oder ohne Feststoff angelagert wird.

Durch Vergleichsmessungen erhaltene Konzentrationen von 2 bis 5 mg/l für beide PSM in der festen und flüssigen Phase des Abwassers gestatten eine Aussage für die Neutralisierung bzw. für Berechnungen einer dritten Reinigungsstufe an der Großanlage. In der Abluft ermittelte PSM-Mengen liegen mit etwa  $0,005 \text{ mg/m}^3$  in der gleichen Größenordnung wie die minimalsten MAK-Werte für Gifte der Abteilung 1. Vergleichende Werte für die verwendeten PSM existieren z. Z. noch nicht.

### 5. Schlußfolgerungen

Statistischen Gesetzmäßigkeiten folgend kann die PSM-Konzentration auf Einzelkörnern bei hoher Verteilqualität vermindert werden. Die Anforderungen dürfen jedoch nicht zu hoch angesetzt werden, da sie dann mit vertretbarem Aufwand technisch nicht zu realisieren sind.

Unter dieser Voraussetzung ist es möglich, die Chargengröße im Wirbelschichtreaktor (Pilotanlage) von 21 kg auf 35 kg zu erhöhen. Das bedeutet eine wesentliche Steigerung der Kapazität.

Die Messungen von PSM-Konzentrationen im Abwasser nach der 2. Reinigungsstufe und in der Abluft gestatten Aussagen zur Festlegung von Grenzwerten und zur Projektierung von Reinigungsanlagen.

Mit Hilfe der gewonnenen Ergebnisse ist es möglich, grundlegende Verbesserungen der Applikationsgenauigkeit auf der Großproduktionsanlage zu erreichen. Diese Erkenntnisse sind bereits verarbeitet. Messungen an der Großproduktionsanlage dienen zur Überprü-

fung der gefundenen Lösung, zur weiteren Optimierung der Anlagerungsgenauigkeit und zur Unterbietung der MAK-Werte sowie der Emissionswerte von hochgiftigen PSM.

Die Anwendung radiometrischer Untersuchungsmethoden an größeren Anlagen erfordert aus Strahlenschutzgründen die Messung größerer Proben im Grammbereich. Mit einer relativen Standardabweichung  $< 3\%$  bei 3-g-Proben wird eine PSM-Verteilung auf Einzelkörnern mit  $S\% < 40\%$  ausreichend genau garantiert.

Insgesamt wird eingeschätzt, daß, vergleichend zur Kartoffel- und Getreidebeizung mit Hilfe modernster Maschinen, im Wirbelschichtreaktor eine sehr gute PSM-Verteilung auf pilliertem Rübensaatgut erreicht wird [3, 4].

### Literatur

- [1] Fuchs, H.; Brandt, W.: Radiometrische Ortung von Rübensaatgut im Boden. messen - steuern - regeln, Berlin 18 (1975) 2, S. 39-40.
- [2] Doerffel, K.: Statistik in der analytischen Chemie. Leipzig: VEB Dt. Verlag für Grundstoffindustrie 1966.
- [3] Hartung, L.: Radiometrische Messung der Beizmitteldosierung und -verteilung am Pflanzkartoffelbeizer GUMOTOX 60. Forschungszentrum für Mechanisierung der Landwirtschaft Schlieben/Bornim, Untersuchungsbericht 1979 (unveröffentlicht).
- [4] Fuchs, H.: Ermittlung der Arbeitsqualität der ungarischen Beizeinrichtung GRANOGAT. Forschungszentrum für Mechanisierung der Landwirtschaft Schlieben/Bornim, Untersuchungsbericht 1983 (unveröffentlicht).

A 4588

## Labor- und Kleinmischer zur Herstellung von Versuchsmischungen

Dr.-Ing. M. Fehlaue/Chem.-Ing. H. Fuchs  
Forschungszentrum für Mechanisierung der Landwirtschaft Schlieben/Bornim der AdL der DDR

### 1. Einleitung

Bei der Prüfung und Zulassung neuer Futterinhaltsstoffe (Wirkstoffe, Spurenelemente, biologisch aktive Substanzen) müssen zunächst im Labor die homogene Einmischbarkeit nachgewiesen und Versuchschargen produziert werden. Daraus ergeben sich die entsprechenden Anforderungen der unterschiedlichen Einrichtungen aus dem Futtermittelsektor, von Prüf- und Kontrollinstitutionen sowie der chemischen Industrie nach technischen Realisierungsmöglichkeiten zur Erzeugung von Kleinchargen  $< 100 \text{ kg}$  und zum Nachweis der homogenen Einmischbarkeit bis hin in den Mikrobereich.

Die Homogenität der Verteilung der Futtermittelinhaltsstoffe muß in einsatzabhängigen Probengrößen zwischen  $0,1 \text{ g}$  und  $1000 \text{ g}$  (in Übereinstimmung mit dem ASMW und Tierernährern) durch eine relative Standardabweichung (Variationskoeffizient) von  $S\% \leq 5\%$  gekennzeichnet sein. Mischer der geforderten Größenordnung

werden vom VEB Plasttechnik Greiz angeboten. Sie sind in den interessierenden Anwendungsfällen aufgrund ihrer hohen mechanischen und thermischen Gutbelastung bevorzugt dort einsetzbar, wo eine zusätzliche Zerkleinerung erreicht werden soll.

Für Einsatzfälle, bei denen das Gut schonend behandelt werden muß, waren im Forschungszentrum für Mechanisierung der Landwirtschaft Schlieben/Bornim (FZM) Muster von mechanisch wirkenden Horizontal- und Vertikalmischern zu testen, deren Fertigung in den Jahren 1986/87 im Zentralen Wissenschaftlichen Gerätebau der AdL vorgesehen ist.

### 2. Wirkprinzip der verwendeten Labormischer

Für das Herstellen von Feststoffmischungen aus mehreren Komponenten mit einem relativ breiten Korngrößenspektrum sowie voneinander abweichenden Stoffkenngrößen, wie Schüttdichte, Agglomerationsverhalten,

Hygroskopizität, Reibwerte u. a., sind mechanische Mischer zweckmäßig einsetzbar.

Die im FZM verwendeten Chargenmischer CM20 und CM100 sind durch mischaktive Volumina von jeweils  $20 \text{ l}$  bzw.  $100 \text{ l}$  gekennzeichnet. Die Mischwirkung wird durch schneckenförmige Mischwerkzeuge, die mit geringer Drehzahl in einem zylindrischen Mischbehälter rotieren, erzeugt (Bild 1). Durch Anordnung von inneren und äußeren Bandschneckensegmenten mit unterschiedlicher Förderrichtung erfolgt der konvektive und diffusive Ausgleich. Fliehkraft und auch Schwerkraft beeinflussen den Mischvorgang nur gering. Es existiert eine optimale Drehzahl, bei der der Mischvorgang am intensivsten abläuft. Die mechanische Belastung des Gutes ist wesentlich herabgesetzt, lediglich leichte Agglomerate werden z. T. zerstört.

### 3. Messung der Homogenität des Mischgutes

Die in den o. g. Chargenmischern erreich-

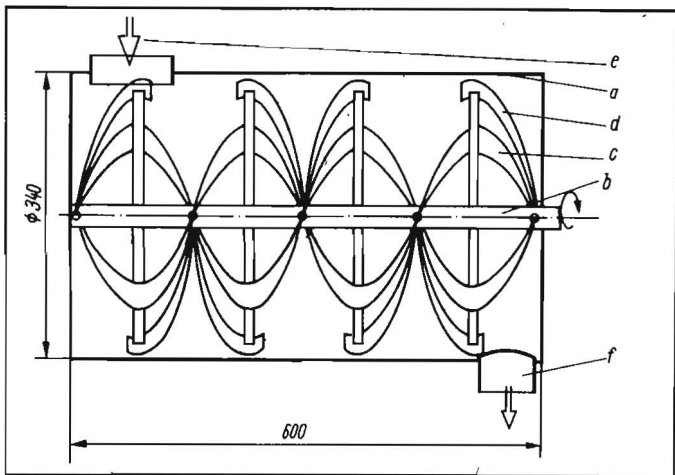


Bild 1. Wirkschema des Chargenmischers CM20; a Mischbehälter, b Welle, c inneres Bandschneckensegment, d äußeres Bandschneckensegment, e Einfüllöffnung, f Auslaßöffnung

Bild 2. Szintillationsmeßanordnung, bestehend aus Abschirmkammer mit Detektor und Meßbecher (links) sowie Meßgerätekombination (rechts) ▶

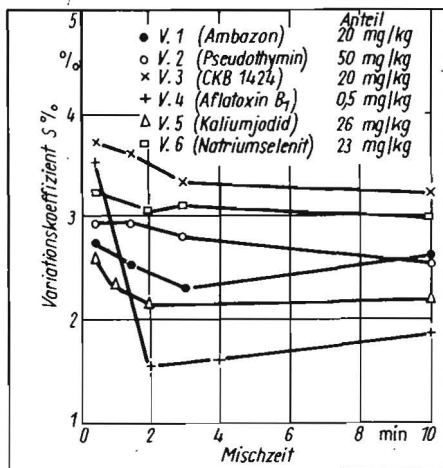


Bild 3. Mischer-Zeit-Kurven des Chargenmischers CM20 (Probengröße 50 g)

bare Homogenität der Verteilung der Futtermittelinhaltsstoffe wurde mit der radiometrischen Indikatormethode untersucht.

Die Methode beruht auf der radioaktiven Markierung der interessierenden Komponente und deren Nachweis in der Feststoffmischung über die Messung der Radioaktivität in Einzelproben. Bei Beachtung gleicher geometrischer Bedingungen (Probengröße, Meßanordnung u. a.) stellt die Zählrate als Meßgröße der Radioaktivität den Anteil der interessierenden Komponente dar. Das Ausmessen der Proben erfolgt in einer speziellen Szintillationsmeßanordnung (Bild 2).

Die ermittelten Zählraten je Probe haben die gleiche Wertigkeit wie eine chemische Analyse. Durch die Möglichkeit des Ausmessens einer Vielzahl von Proben in einem kurzen Versuchszeitraum ( $t_{\text{Meß}} < 20 \text{ s}$ ) wird eine hohe statistische Sicherheit gewährleistet.

Zur Markierung der zu untersuchenden Komponente hat sich das Radionuklid Au-198 bewährt. Aufgrund der kurzen Halbwertszeit von 2,7 d und der geringen Einsatzaktivität sind Fütterungsversuche nach einer Abklingzeit von 10 bis 14 d ohne Beeinflussung möglich.

Neben einem funktionstüchtigen Mischer ist zum Herstellen einer gut homogenisierten Mischung ein ausreichender Zerkleinerungsgrad, vor allem der Mikrobestandteile, erforderlich [1]. Wenn Komponenten bei der Zer-

kleinerung zur Agglomeration neigen, muß ein Antibackmittel, z. B. Knochenfutttermehl, zugesetzt werden.

Mikrokomponenten  $< 20 \text{ mg/kg}$  müssen in gelöster Form über eine Bürette dem Mischer zugeführt werden.

#### 4. Anwendungsbeispiele

Zur Kennzeichnung des Einmischverhaltens einer Mikrokomponente in eine Feststoffmischung dient die Mischer-Zeit-Kurve, bei der es sich um die Zeitfunktion des Variationskoeffizienten S% handelt.

Jeder Meßpunkt resultiert aus den Zählraten von 30 Einzelproben. Bei allen Indikatorsubstanzen wird bereits nach einer Mischzeit von 0,5 min die geforderte Homogenität erreicht (Bild 3). Teilweise sind leichte gutspezifische Entmischungstendenzen zu erkennen.

Höhere Rezepturanteile bedingen wegen der Priorität des Zerkleinerungsgrades nicht zwangsweise eine bessere Homogenität. In den o. g. Beispielen wird ein Mischungsverhältnis bei Fest-Fest-Komponenten von 1:20000 und 1:50000 realisiert. Die Angaben der Homogenität sind immer nur im Zusammenhang mit der angegebenen Probengröße gültig. Zwischen der erreichten Homogenität und der Probengröße existiert eine funktionelle Abhängigkeit [2].

Die Zugabe in gelöster Form ist im praktisch interessierenden Bereich konzentrationsunabhängig (Bild 3). Je größer die Probeneinwaage gewählt wird, um so besser wird die Homogenität der Mischung (Bild 4).

Die Probengröße sollte sich immer nach dem folgenden Wertungsschritt der Mischung richten und in der Tierfütterung der mittleren täglichen Freßration entsprechen.

Liegen in dieser Richtung keine speziellen Forderungen vor, kann aus dieser Darstellung die Probengröße abgelesen werden, bei der der Variationskoeffizient  $S\% < 5\%$  wird.

Wird statt des verwendeten CM20 der Mischer CM100 genutzt, ergibt sich wegen der größeren Versuchsgutmenge eine Verlängerung der Mischzeit auf 1,5 min.

#### 5. Zusammenfassung

Im Beitrag wurden horizontale Chargenmi-

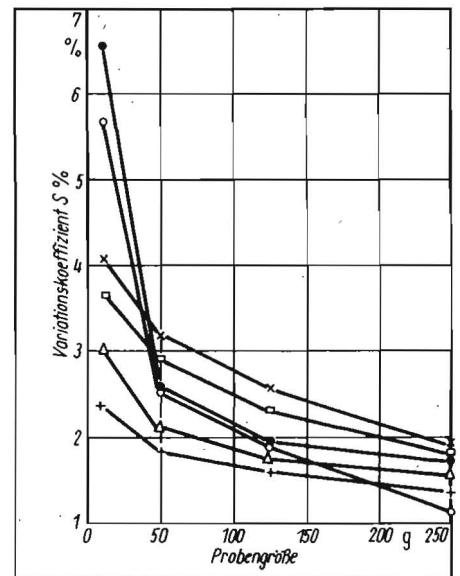


Bild 4. Abhängigkeit der Homogenität von der Probengröße (Chargenmischer CM20, Mischzeit 10 min); Legende s. Bild 3

scher mit mischaktiven Volumina von 20 l und 100 l zur Herstellung von Versuchsmischungen beschrieben. Die Mischer sind vor allem im Labormaßstab einzusetzen. Beide Mischer sind Bestandteil des Geräteinformationskatalogs des Zentralen Wissenschaftlichen Gerätebaus der AdL.

Die Prüfung der Einmischbarkeit von Wirkstoffen, Spurenelementen und biologisch aktiven Substanzen erfolgte mit Hilfe der radiometrischen Indikatormethode.

#### Literatur

- [1] Fuchs, H.; Beer, M.: Probleme der „homogenen“ Vermischung von Spurenelementen in Mineralstoffmischungen. Chem. Technik, Leipzig 25 (1973) 7, S. 415-418.
- [2] Stange, K.: Die Mischgüte einer Zufalls-mischung als Grundlage zur Beurteilung von Mischversuchen. Chem.-Ing.-Techn., Weinheim 26 (1954) 6, S. 331-337.