



## **Schlussbericht**

### **AiF-Forschungsvorhaben Nr. 14650 N**

#### **Trennung von organischen und anorganischen Feinstoffen aus Altpapiersuspensionen**

Fachgebiet Papierfabrikation und Mechanische  
Verfahrenstechnik (PMV),  
Technische Universität Darmstadt

Leiter: Prof. Dr.-Ing. Samuel Schabel

Dipl.-Ing. Georg Hirsch  
Dr.-Ing. Hans-Joachim Putz

Institut für Mechanische Verfahrenstechnik und  
Mechanik,  
Universität Karlsruhe (TH)

Leiter: Prof. Dr.-Ing. habil. Hermann Nirschl

Dipl.-Math. techn. Markus Feist

Darmstadt, Juli 2009

## **Zusammenfassung**

Ziel des Recycling-Prozesses von Altpapier ist, unerwünschte Stoffe aus den Altpapiersuspensionen zu entfernen. Der steigende Anteil an Mineralien (Füllstoffe und Pigmente) im Altpapier bereitet den Herstellern neuer Papiere aus Altpapier Probleme bei der Erreichung von Festigkeitseigenschaften und bei der Einstellung konstanter Prozessbedingungen. Deshalb gibt es Bestrebungen von Seiten der Papierindustrie, die mineralischen Partikel aus dem Prozess gezielt auszuschleusen. Zurzeit geschieht dies mittels Flotation oder Wäsche. Beide Verfahren besitzen aber keine gute Trennschärfe und entfernen mit den Füllstoffen und Pigmenten viele Faserfeinstoffe. Aus diesem Grund wurde ein neues Verfahren auf Basis der Sedimentation gesucht, welches eine höhere Trennschärfe und eine bessere Ausbeute als die Flotation erzielt.

In diesem Bericht wird ein neues Verfahren, die Aufstromklassierung, vorgestellt, um die Aufgabe einer solchen Trennung zu lösen. Trennversuche mit Mischungen der reinen Komponenten zeigten, dass die Separierung mit Hilfe der Aufstromklassierung vielversprechend ist. Um die Realität möglichst gut abbilden zu können, wurden zwei spezielle Papiere, ein gestrichenes und ein ungestrichenes Papier, produziert, damit die nativen Komponenten den Produktionsprozess durchlaufen haben. Diese Papiere enthielten nur wenige Komponenten, deren Eigenschaften alle bekannt waren und die separat untersucht wurden. Nach Wiederauflösung der jeweiligen Papiersorte wurde die Suspension mit einem 150 µm Lochsiebkorb fraktioniert, um die langen Fasern abzutrennen. Die den Siebkorb passierenden Feinstoffe und Mineralien stellten die Modellsuspensionen dar. Die Charakterisierung der Inhaltsstoffe der Suspensionen aus den beiden Papieren zeigte, dass die Modellsuspensionen des ungestrichenen Papiers einen Faserfeinstoffanteil von 45 % und die des gestrichenen Papiers einen Faserfeinstoffanteil von 25 % aufwiesen. Durch die Automatisierung des Fraktionierprozesses konnten in der Zusammensetzung reproduzierbare Modellsuspensionen hergestellt werden.

An beiden Modellsuspensionen wurden grundlegende Sedimentationsuntersuchungen mit einer Sedimentationswaage und einer Manometerzentrifuge durchgeführt. Versuche mit der Sedimentationswaage zeigten, dass die Sedimentationsgeschwindigkeitsverteilung des ungestrichenen Papiers unabhängig von der Feststoffkonzentration monomodal ist, da auf Grund des hohen Faserfeinstoffanteils von 45 % die gegenseitige Behinderung durch die langen aber dünnen Faserstücke so groß ist, dass die langsamen Teilchen die schnelleren ausbremsen bzw. die schnellen Teilchen die langsamen mitreißen. Die Sedimentationsgeschwindigkeitsverteilung des gestrichenen Papiers zeigt ein anderes Verhalten. Die Verteilung ist bei Massenkonzentrationen zwischen 0,5 und 2 Massenkonzentration (Ma%) bimodal, denn die wenigen Agglomerate aus Faserfeinstoffen und größeren Partikeln sedimentieren zuerst, die restlichen Feinstoffe später. Die Bimodalität wird also, zum einen durch den höheren Feinstoffanteil, der hauptsächlich aus anorganischen Partikeln besteht, bedingt. Zum anderen sind durch den geringeren Faserfein-

stoffanteil die gegenseitige Behinderung und das Abbremsen während der Sedimentation nicht so groß wie beim ungestrichenen Papier. Ab 3 % Ma% ist dagegen die Verteilung monomodal, da es durch den hohen Feststoffgehalt zur gegenseitigen Behinderung kommt.

Durch Variation des pH-Werts erkennt man, dass die mittlere Sedimentationsgeschwindigkeit sinkt, je höher der pH-Wert gewählt wird. Dies lässt auf eine Stabilisierung der Suspension schließen, so dass die Agglomeration der Faserfeinstoffe während der Sedimentation behindert wird. Ein weiteres grundlegendes Ergebnis ist, dass je nach Faserfeinstoffgehalt die Sedimentation faser- oder partikeldominiert abläuft. Faserfeinstoffe richten sich während der Sedimentation aus und bilden Agglomerate. Wenn sich weniger Fasern in der Suspension befinden, können diese nicht agglomerieren und sedimentieren einzeln.

Die Aufstromklassierung hat die Phänomene aus den Grundlagenuntersuchungen voll bestätigt. Bei Variation des pH-Werts wird die Klassierleistung im Vergleich zu dem Original-pH-Wert schlechter. Durch die zunehmende Stabilisierung können die Faserfeinstoffe keine Agglomerate mehr bilden und werden einzelnen ausgetragen. Dies wird zusätzlich durch eine Variation der Massenkonzentration bestätigt, da bei einer geringen Massenkonzentration der Klassiereffekt ebenfalls schlechter ist.

Das Hauptergebnis ist allerdings, dass die Trennung mittels Aufstromklassierung möglich ist. Sie ist aber nur so gut wie man in der Lage ist, die festen Bindungen, die während der Papierproduktion zwischen Füllstoffpartikeln und Fasern bzw. Faserfeinstoffen entstehen, aufzubrechen. Dies zeigt die deutliche Verbesserung in der Trennung von Faserfeinstoff und Partikel, falls eine Vorbehandlung der Proben durch mechanische Energie gewährleistet ist. Der Trennerfolg der Faserfeinstoffe von den anorganischen Feinstoffen hängt neben der mechanischen Vorbehandlung von Faserfeinstoffgehalt und den Strömungsverhältnissen in der Aufstromklassierung ab.

Die in diesem Projekt entwickelte Trennapparatur besteht aus einer konischen Sedimentationszelle, die kontinuierlich betrieben werden kann. Mit dieser Sedimentationszelle können Feinstoffsuspensionen in erheblich reinere organische und anorganische Fraktionen aufgetrennt werden als mit der Flotation. Ein wirtschaftlicher Betrieb der Sedimentationszelle ist aufgrund des geringen Durchsatzes in der Industrie selbst für Teilstrombehandlungen nicht möglich. Eine Übertragung der Trennung in das Zentrifugalfeld würde die Trennung wirtschaftlicher machen.

Das Ziel des Vorhabens wurde erreicht.

## Inhaltsverzeichnis

1	Wissenschaftlich-technische und wirtschaftliche Problemstellung.....	1
1.1	Ausgangssituation.....	2
1.2	Wissenschaftlich-technische Problemstellung - Fasersortierung.....	4
2	Forschungsziel und Lösungsweg.....	6
2.1	Forschungsziel.....	6
2.2	Lösungsansatz .....	6
2.3	Lösungsweg .....	12
3	Ergebnisse .....	13
3.1	Charakterisierung der Suspensionen.....	13
3.2	Verhalten der Suspensionen während des Trennprozesses .....	23
3.3	Modellierung des Sedimentationsverhaltens .....	32
3.4	Optimierung des Trennprozesses.....	37
3.5	Untersuchung eines mehrstufigen Trennprozesses .....	55
3.6	Vergleich der Trennleistung des neuen Trennprozesses mit der Trennleistung der Flotation.....	60
3.7	Untersuchung von Industrieproben .....	64
3.8	Abschätzung eines industriellen Einsatzes des sedimentativen Trennprozesses.....	67
4	Veröffentlichungen und Vorträge.....	67
4.1	Veröffentlichungen .....	67
4.2	Vorträge und Konferenzen.....	68
5	Danksagung.....	70
6	Literatur .....	71

## Abkürzungsverzeichnis

A	Partikeldurchmesser
CaCO <sub>3</sub>	Calciumcarbonat
F	Kraft
Fa%	Faserfeinstoffprozent
g	Erdbeschleunigung
Ma%	Massenprozent = Stoffdichte
p	Druck
Q	Verteilungssumme
Re	Reynoldszahl
SD	Stoffdichte
t	Zeit
TGA	Thermogravimetric Analyzer
v, u	Geschwindigkeit
ζ-Potential	Zetapotential
μ	dynamische Viskosität
ρ	Dichte
ω	Winkelgeschwindigkeit

## 1 Wissenschaftlich-technische und wirtschaftliche Problemstellung

Altpapier ist mit einem Mengenanteil von derzeit durchschnittlich 69 % der wichtigste Rohstoff der deutschen Papierindustrie. Der Anteil an anorganischen Füllstoffen und Pigmenten im Altpapier steigt mit zunehmender Tendenz, weil sie Kostenvorteile bieten und Produkteigenschaften verbessern. Die Verwerter von Altpapier müssen wegen der Verunreinigung des Rohstoffes durch papierfremde Bestandteile und wegen des teilweise hohen Gehalts an anorganischem Material Verluste zwischen 5 und 40 % hinnehmen [1]. Die im Durchgang einer Siebfraction aus zerfasertem Altpapier ermittelten Feinstoffe sind anorganische Mineralien in Form von Füllstoffen und Pigmenten und organisch Faserfeinstoffe und Faserbruchstücke. Im Folgenden sind mit dem Begriff anorganische Bestandteile immer Füllstoffe und Pigmente gemeint, nicht etwa papierfremde Bestandteile wie Sand, Glas, Steine oder Metall. Die Abtrennung der anorganischen Feinstoffe konnte bisher technisch nicht zufriedenstellend gelöst werden, da die untersuchten Trennprozesse immer auch die für die Festigkeitseigenschaften des Papiers unentbehrlichen organischen Faserfeinstoffe mit ausschleusen. Sowohl die anorganischen als auch die organischen Feinstoffe treten oftmals als Agglomerate im Größenbereich zwischen 0,5 µm und 10 µm auf. Beim Abtrennen beider Fraktionen überkompensieren die negativen Folgen des Feinstoffverlustes die Vorteile durch ein Ausschleusen des anorganischen Materials, so dass sich solche Verfahren bisher nicht durchsetzen konnten.

Der hohe Gehalt an anorganischen Feinstoffen in manchen Altpapiersorten (bis 40 %) führt gerade bei der Herstellung von Verpackungspapieren zu Problemen. Festigkeitsverluste im Papier müssen durch Additive und/oder größere Rejektmengen ausgeglichen werden. Sowohl für die Additive als auch für die Entsorgung der Rejekte entstehen vermeidbare Kosten.

Vorversuche haben gezeigt, dass die Trennung von organischen und anorganischen Feinstoffen durch ein Sedimentationstrennverfahren gelöst werden kann. Die anorganische Fraktion unterscheidet sich mit einem spezifischen Gewicht von etwa 2,5 g/cm<sup>3</sup> deutlich von der organischen Fraktion mit einem spezifischen Gewicht um etwa 1,5 g/cm<sup>3</sup>. Allerdings wird die Trennaufgabe durch die geringe Größe der Teilchen, die Wirksamkeit von Oberflächenkräften, physikalisch-chemische Wechselwirkungen im wässrigen Milieu auch mit Polymeren und anderen Produktionshilfsmitteln und der hohen Konzentration von Papierfasern in den Systemen der Altpapieraufbereitung erschwert. Für diese speziellen Randbedingungen wurde in diesem Projekt ein sedimentativer Trennprozess erarbeitet.

## 1.1 Ausgangssituation

Ein Trennverfahren zur wirtschaftlichen und effektiven Trennung von organischen und anorganischen Feinstoffen kann in den Prozessen zur Herstellung von Papierprodukten für unterschiedliche Aufgaben eingesetzt werden. Die nach heutigem Wissensstand wichtigsten Zielrichtungen sind:

- (1) Die Abtrennung der anorganischen Feinstoffe, der so genannten „Asche“, zur Einstellung eines definierten Asche- bzw. Füllstoffgehaltes im Papier und zur Steigerung der Papierfestigkeiten.
- (2) Die Abtrennung anorganischer Feinstoffe aus Spuckstoffen und Rejekten, um den Reststoffstrom vor einer thermischen Verwertung von inertem Material zu entlasten.

Das erste Ziel, die Abtrennung von Füllstoffen zur Steigerung der Papierfestigkeiten, steht heute vor allem im Blickpunkt der Hersteller von Verpackungspapieren. Wellpappenrohpa-piere werden in Deutschland ausschließlich aus Altpapier hergestellt. Die steigenden Füllstoffgehalte im Altpapier führen dazu, dass die Papierhersteller zur Erzielung der erforderlichen Papierfestigkeiten zusätzlich chemische Additive einsetzen und größere Reststoffmengen entsorgen müssen. Darüber hinaus steigen die Qualitätsanforderungen in diesem größten Produktsegment der Papierindustrie in Deutschland weiter. Die Tendenz zu leichteren Wellpappenrohpa-pieren und deren Verarbeitung zur Mikrowellpappe verlangt dem Rohstoff den hohen Maschinengeschwindigkeiten entsprechende Festigkeiten ab. Die Auswirkungen von Schwankungen im Aschegehalt, welche beim Eintrag von Altpapier erheblich sein können, werden bei sinkendem Flächengewicht immer gravierender. Beispielsweise führt eine Erhöhung des Anteils der im Papiergefüge eingelagerten anorganischen Komponenten von 12 auf 22 % zu einer Reduzierung des Berstwiderstandes um 30 % und zur Verringerung des Stauchwiderstandes (SCT-Wert) um 25 % [2].

Die vorhandene und erprobte Trenntechnik für die Aufbereitung von Altpapier, welche zur Reduzierung des Aschegehaltes eingesetzt werden kann, schleust neben den anorganischen Anteilen immer auch Faserfeinstoffe aus, weshalb diese Verfahren keine wirtschaftliche Lösung für Verpackungspapierhersteller sind. Bei Anwendung der bekannten Trennverfahren und Apparate, wie der Flotation oder von Hydrozyklonen, entstehen Zusatzkosten durch eine größere Menge an zu entsorgenden Reststoffen, durch den erhöhten Verfahrensaufwand für Abtren-

nung und Entsorgung und durch den verstärkten Einsatz von Additiven, die die Qualitätseinbußen durch Faserfeinstoffverluste kompensieren müssen. Diese Situation verlangt nach einer Trenntechnik mit einer ausreichend scharfen Trenngrenze zwischen anorganischen und organischen Feinstoffen. Das Potenzial solcher Trennverfahren wurde aufgrund der hohen wirtschaftlichen Relevanz dieses Themas schon von verschiedenen Autoren untersucht und aufgezeigt. Sie beziffern die erreichbaren Trenngrade für die Ascheentfernung mit 33 bis 71 %. Die damit einhergehenden Feststoffverluste von 4 bis 25 % setzten sich nur zu 35 bis 55 % aus anorganischem Material (Glührückstand) zusammen [2]. Die vorliegenden Untersuchungen beschäftigen sich ausschließlich mit in der Altpapieraufbereitung bekannten Trenntechniken und haben zum Ergebnis, dass diese bekannten Verfahren für das hier beschriebene Problem keine ausreichende Trennschärfe aufweisen.

Das zweite Ziel, die Abtrennung von anorganischen Feinstoffen für eine effektivere und zielgerichtete Verwertung von Reststoffen, ist bei der Herstellung von grafischen Papieren, von Papieren für Hygieneanwendungen und ebenfalls bei der Herstellung von Verpackungspapieren von Bedeutung. Dieses Problem wird durch die TA Siedlungsabfall verschärft, welche ab dem 01.07.2005 das Deponieren von Reststoffen mit einem Anteil an organischen Substanzen von mehr als 5 % nicht mehr zulässt. Bei der Herstellung von grafischen Papieren wird das Trennverfahren der Flotation eingesetzt, um Druckfarbe auszuschleusen. Zur Herstellung von Hygienepapieren wird die Wäsche angewendet, um die Asche möglichst vollständig abzutrennen. Insbesondere das Waschverfahren ermöglicht Entaschungsgrade bis 80 %. Allerdings nehmen dabei mit zunehmendem Entaschungsgrad die Stoffverluste zu, d. h. zunehmend organische Feinstoffe werden entfernt. Zweistufige Flotationsverfahren lassen je nach Auslegung eine Verringerung des Gehaltes anorganischer Bestandteile in Altpapierstoffen für die Erzeugung von Wellpappenrohpapieren um 40 bis 70 % erwarten. Der Feststoffverlust beträgt dabei 6 bis 10 % [2]. Bei Wellpappenrohpapierherstellern wird eine derartige Entaschung deshalb bisher nur dort eingesetzt, wo werksintern Verbrennungsanlagen das Reststoffmaterial verwerten können [3].

Hersteller von grafischen Papieren oder Hygienepapieren nehmen bisher die Verluste an organischem Feinstoff durch Flotation oder Wäsche in Kauf, weil ohne diese Trennprozesse auch die Druckfarbe nicht zu entfernen ist. Im Fall der Hygienepapierherstellung sind überdies anorganische und teilweise auch organische Feinstoffe im Produkt gänzlich unerwünscht. Die enormen Rejektmengen mit relativ hohem organischem Anteil sind heute ein Entsorgungsproblem. Die Rejekte der Altpapier verarbeitenden Industrie im grafischen und im Hygienepapier-



Bereich aus Flotation und Wäsche (Code-Nummer im Europäischen Abfallkatalog EAK: 030305) enthalten erhebliche Anteile organischen Materials, welches dem Produkt Papier mangels einsetzbarer Verfahrenstechnik nicht zugeführt werden kann. Für die Lösung dieses Problems sind nicht nur Trennverfahren notwendig, sondern auch Lösungen zur Entwässerung der Reststoffe. Beispielsweise erfordert die heute übliche Entwässerung von Reststoffen in Schneckenpressen einen Faserfeinstoffanteil von ca. 8 %. Welche Chancen sich bei Einsatz neuer Trennprozesse für eine stoffliche Verwertung der dann schärfer getrennten organischen und anorganischen Feinstofffraktionen bieten ist noch zu klären. Beispielsweise werden für die Wiederverwertung von Füllstoffen und Pigmenten zur Papierherstellung nach wie vor Forschungsprojekte durchgeführt. Erhebliche Potenziale könnten auch in der Verwertung in anderen Bereichen liegen. Bisher nutzen Zement- oder Ziegelhersteller diese Stoffe.

## **1.2 Wissenschaftlich-technische Problemstellung - Fasersortierung**

Die Suspensionen und Reststoffschlämme der Stoffaufbereitungsanlagen für die Papiererzeugung enthalten neben Faserfeinstoffen deutliche Anteile anorganischer Feinstoffe im Mikronen bis Submikronen Bereich, wie in **Abbildung 1-1** dargestellt. Der Anteil dieser anorganischen Feinstoffe liegt für grafische Papiere derzeit bei durchschnittlich 23 % und wird in Zukunft weiter steigen [2]. Zurzeit werden die Reststoffmischungen nach einer mechanischen Entwässerung durch Deponieren oder thermische Verwertung entsorgt. Aufgrund des steigenden Anteils an anorganischen Bestandteilen in solchen Stoffgemischen und den damit verbundenen negativen Auswirkungen auf die Qualität der altpapierhaltigen Papiere sowie aufgrund der gestiegenen gesetzlichen Anforderungen bei der Reststoffentsorgung besteht die Notwendigkeit, geeignete Verfahren für die Trennung der anorganischen und organischen Feinstoffe zu entwickeln. Die organischen Faserfeinstoffe in solchen Suspensionen und Reststoffen sind in ihren Abmessungen dabei deutlich länger als der mittlere Partikeldurchmesser der anorganischen Feinstoffe. In Vorversuchen mit verschiedenen Reststoffsuspensionen aus der Papierherstellung wurde eine gegenüber den feinen anorganischen Partikeln hohe Sedimentationsgeschwindigkeit der Faserfeinstoffe festgestellt, wobei das Sedimentationsverhalten stark von der Feststoffkonzentration abhängt. Bei Ausgangs- bzw. Ur-pH war eine Koagulationsneigung bei höheren Feststoffkonzentrationen zu erkennen.

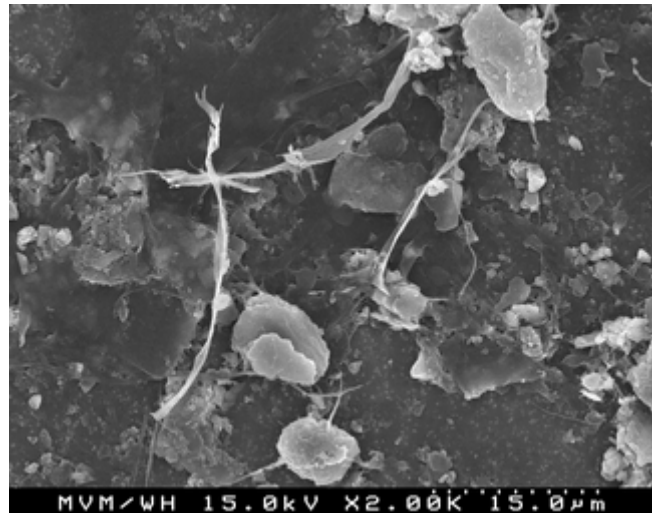


Abbildung 1-1: REM-Aufnahme eines Sediments des Flotationsschaums von Deinkingware

Problematisch bei einer Faserabtrennung aus dem in Abbildung 1-1 dargestellten Feststoffgemisch ist die Gleichfälligkeit von Feststoffen unterschiedlicher Größe und Dichte. So kann ein kleines Teilchen hoher Dichte beispielsweise die gleiche Sinkgeschwindigkeit aufweisen wie ein großes Teilchen geringer Dichte. Bei dem im Rahmen dieses Forschungsvorhabens zu untersuchenden Stoffsystem kommt erschwerend hinzu, dass sich die Partikel deutlich hinsichtlich ihrer Form, die wiederum das Sinkverhalten beeinflusst, unterscheiden. Das Formspektrum reicht dabei von lang gestreckten, runden bzw. aufgespreizten Fasermaterial über plättchenförmiges Kaolin hin zu kantigen Produkten wie Titandioxid und Kalkstein.

Da sich all diese Produkte hinsichtlich ihrer physiko-chemischen Eigenschaften unterscheiden, spielen auch diese eine entscheidende Rolle für den Erfolg des zu entwickelnden Trennprozesses. Im Original-pH-Wert des Gemisches kann es zur sog. Heterokoagulation kommen, wodurch der für einen guten Trennschritt entscheidende Sinkgeschwindigkeitsunterschied zwischen anorganischen Bestandteilen und Faserfeinstoffen minimiert wird.

Für eine erfolgreiche Bearbeitung dieser Fragestellung zur Entwicklung eines Verfahrens für die Trennung von organischen und anorganischen Feinstoffen aus Faserstoffsuspensionen sind einerseits Erfahrungen mit Stoffsuspensionen der Papierherstellung erforderlich und die Kenntnisse der Anforderungen an geeignete Trennprozesse in der Papierherstellung gefragt. Andererseits ermöglichen Grundlagenwissen über die Trennung von feinsten Partikeln in Suspensionen und die Bedeutung der physiko-chemischen Wechselwirkungen sowie Erfahrungen mit geeigneter Messtechnik die Erarbeitung technischer Lösungen der damit verbundenen Probleme.

## **2 Forschungsziel und Lösungsweg**

Im Rahmen dieses Forschungsprojektes wurde ein Verfahren für die Trennung von organischen und anorganischen Feinstoffen aus Papierfasersuspensionen erarbeitet. Während andere Autoren diese Fragestellung durch Anwendung von Trennverfahren im Vollstrom untersuchten [2,4,5,6] wurde hier ein mehrstufiger Prozess angestrebt, bei dem in einem ersten Trennschritt die längeren Fasern von der Feinstofffraktion abgetrennt werden. Hierfür existieren technische Lösungen, wie z. B. die Wäsche oder als Druckfilter betriebene Drucksortierer, die auch in der Papierindustrie eingesetzt werden [7,8].

Vorversuche an beiden Forschungsstellen haben gezeigt, dass diese Trennaufgabe durch ein Sedimentationsverfahren im Schwerkraftfeld prinzipiell gelöst werden kann. Deshalb sollte das beschriebene Problem durch ein für diese Fragestellung optimiertes Sedimentationsverfahren gelöst werden. Andere Autoren sowie eigene Arbeiten am PMV zeigten, dass auch durch Flotationsverfahren ein entsprechender Trenneffekt erreicht werden kann. Die mit bisher untersuchten Flotationsprozessen erreichten Ergebnisse versprechen jedoch aufgrund der nicht ausreichenden Trennschärfe und der schlechten Ausbeute keinen wirtschaftlichen Betrieb [2]. Im Rahmen dieses Projektes wurden Vergleichsuntersuchungen zwischen dem neu zu entwickelnden Sedimentationsverfahren und dem schon bekannten Flotationsverfahren durchgeführt.

### **2.1 Forschungsziel**

Ziel des Forschungsprojektes war ein Sedimentationsverfahren mit deutlich besserer Trennschärfe und Ausbeute als die bekannten Flotationsverfahren zu entwickeln. Die Wirtschaftlichkeit des Sedimentationsverfahrens sollte überprüft werden.

### **2.2 Lösungsansatz**

Es hat sich herausgestellt, dass das Zusammenmischen der reinen Komponenten nicht hinreichend gut die Realität widerspiegelt, denn es ist entscheidend, dass die Stoffe den Papierproduktionsprozess durchlaufen haben. So wurden zwei Modellsuspensionen aus speziell produzierten Papieren hergestellt. Damit war man in der Lage, Unterschiede im Sedimentationsverhalten in Abhängigkeit der Partikelkonzentration als auch vom Faserfeinstoff-Partikel Verhältnis zu erkennen. Bei den Modellpapieren handelte es sich um ein ungestrichenes und ein gestrichenes Papier. Das ungestrichene bestand aus Zellstoff und hauptsächlich  $\text{CaCO}_3$ . Das gestrichene Papier hatte als Basispapier das ungestrichene Papier und besaß einen Vorstrich aus

100 %  $\text{CaCO}_3$  und einen Deckstrich aus 50 %  $\text{CaCO}_3$  und 50 % Kaolin. Die Komponenten der Streichfarbe des Deckstrichs sind in **Tabelle 2-1** aufgelistet.

Tabelle 2-1: Bestandteile des Deckstrichs

Material	Anteil / %
$\text{CaCO}_3$	43,8
Kaolin	43,7
Binder	11,0
Carboxymethylcellulose	0,5
Polyvinylalkohol	0,4
Blancophor	0,6

Der Binder dient zur besseren Haftung der Pigmente an den Fasern. Die Carboxymethylcellulose und der Polyvinylalkohol verändern die rheologischen Eigenschaften. Das Blancophor ist ein optischer Aufheller und macht das Papier unter UV Beleuchtung weißer.

Für die Sedimentationsuntersuchungen der Feinstoffe wurden beide Modellpapiere wieder zerkleinert und über einen Lochsiebkorb (PMV) mit einem Lochdurchmesser von 150  $\mu\text{m}$  fraktioniert, um die Fasern abzutrennen. Die den Siebkorb passierenden Feinstoffsuspensionen waren schließlich die Modellsuspensionen, die für die Untersuchungen benutzt wurden und bei denen die Faserfeinstoffe von den Füllstoffpartikeln getrennt werden sollten. Zur Vereinfachung seien ab jetzt die Modellsuspensionen mit gestrichenem und ungestrichenem Papier bezeichnet.

Dass diese Suspensionen die Realität widerspiegeln, zeigten Versuche mit realen Suspensionen aus zwei unterschiedlichen Stoffaufbereitungsanlagen. Im Rahmen des Projektes konnten ein Wäscherfiltrat aus einer Stoffaufbereitung für Hygienepapiere und ein Flotationsschaum aus einer Stoffaufbereitung für grafische Papiere untersucht werden. Aus beiden Suspensionen wurden die enthaltenen Fasern mit dem oben erwähnten Lochsiebkorb entfernt. Die erhaltenen Feinstoffsuspensionen wurden auf Zusammensetzung und Abtrennbarkeit der Feinstoffe untersucht. Die Ergebnisse sind in **Abbildung 2-1** dargestellt.

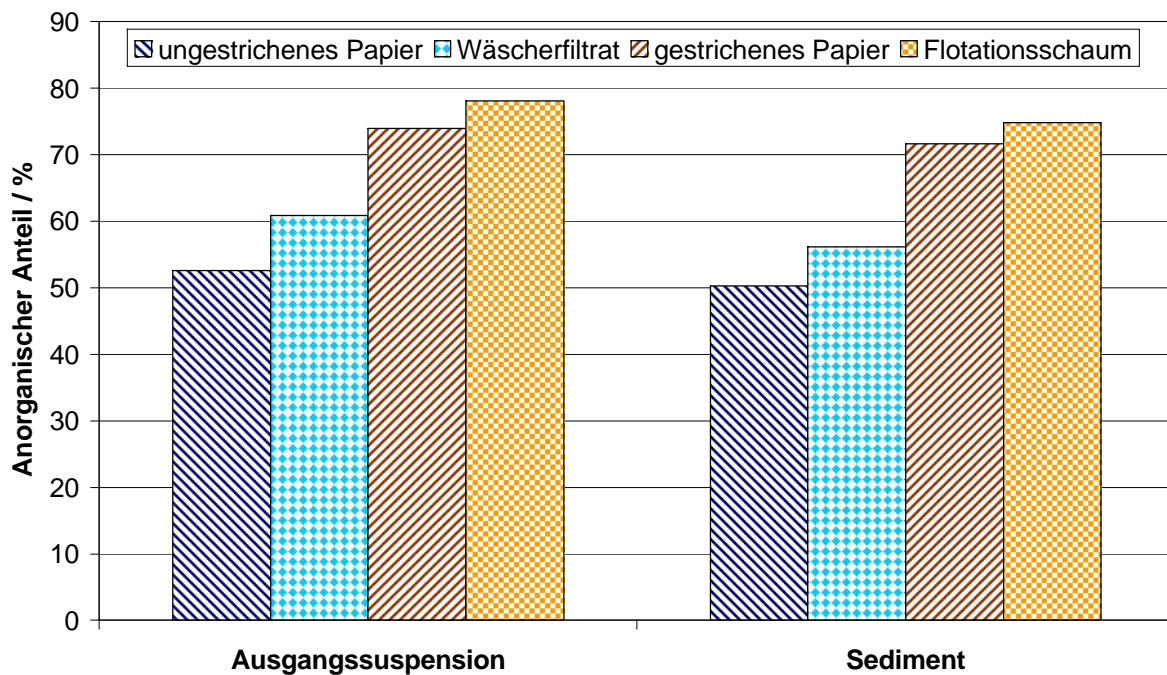


Abbildung 2-1: Anorganischer Anteil der Modellsuspensionen und zweier Industrieproben vor und nach der Trennung durch den Sedimentationsprozesses

Auf Grund der über Prozessleitsystem gesteuerten Regelung des Fraktionieraggregats im Technikum des PMV konnten aus beiden Papieren beliebige Mengen an Modellsuspensionen mit vergleichbarer Zusammensetzung hergestellt werden. Die durchschnittlichen Zusammensetzungen der Modellsuspensionen sind **Tabelle 2-2** zu entnehmen.

Tabelle 2-2: Filtratzusammensetzung von gestrichenem und ungestrichenem Papier

	Gestrichenes Papier	Ungestrichenes Papier
Anorganischer Anteil	75 %	55 %
davon Calciumcarbonat	54 %	44 %
davon Kaolin	21 %	11 %
Organischer Anteil	25 %	45 %

Mit diesen Modellsuspensionen war man nun in der Lage, Unterschiede im Sedimentationsverhalten in Abhängigkeit der Partikelkonzentration als auch vom Faserfeinstoff-Partikel Verhältnis zu erkennen. Im Gegensatz zu der Suspension aus gestrichenem Papier, die lediglich 25 % Faserfeinstoffe und 75 % anorganische Partikel enthielt, bestand die Suspension des ungestrichenem Papiers aus 45 % Faserfeinstoffen und 55 % anorganischen Partikeln. Neben den bei-

den Modellsuspensionen wurden die Einzelkomponenten, wie Streichfarbe,  $\text{CaCO}_3$ , etc. untersucht, um die Unterschiede zu reinen Partikelsuspensionen hervorzuheben. Alle Versuche wurden bei Massenkonzentrationen von 0,5 bis 3,0 % durchgeführt. Bei den reinen Partikelsuspensionen sogar bis 20 Ma%. Weiterhin wurde der pH-Wert verändert, um die physikalisch-chemischen Wechselwirkungen zu untersuchen.

Für die Sedimentationsuntersuchungen im Erdschwerefeld wurde die Sedimentationswaage (Mettler HE 10) benutzt. Wegen der Größe der Partikel und der daraus resultierenden sehr langsamen Sedimentationsgeschwindigkeit, reicht das Erdschwerefeld für die Sedimentation oft nicht aus, so dass die Gravitationskraft mit Hilfe einer Zentrifuge erhöht werden muss. Hierzu wurde eine Manometerzentrifuge benutzt, siehe **Abbildung 2-2** und [12]

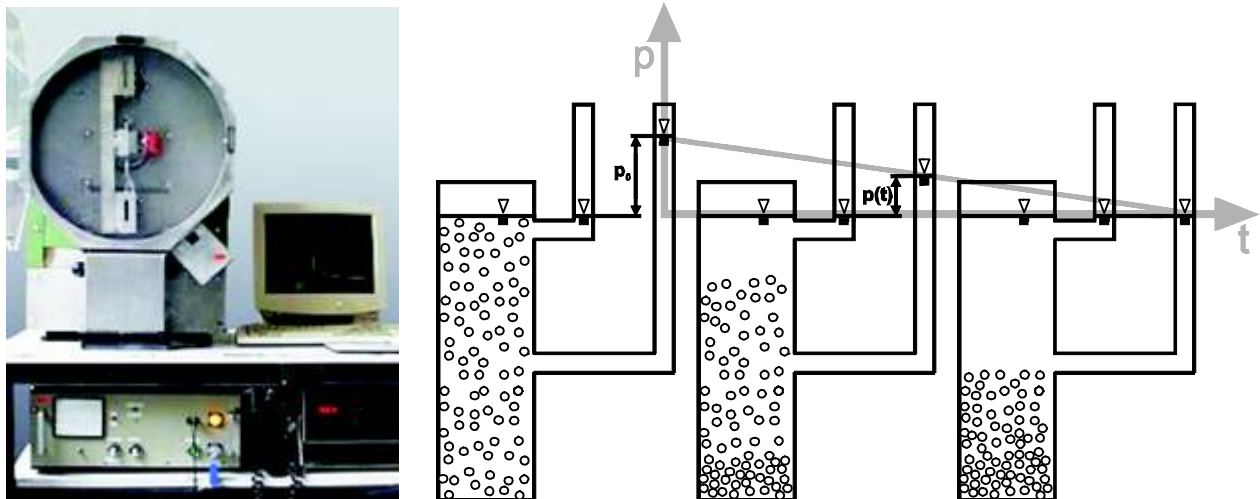


Abbildung 2-2: Messprinzip der Manometerzentrifuge

Diese Messmethode nutzt die Druckunterschiede zwischen zwei Messpunkten aus. Die zu untersuchende Suspension wird in eine Küvette, die sich am Ende eines langen Zentrifugenarms befindet, gefüllt. Die Druckdifferenz zwischen den zwei Messpunkten in der Küvette hängt von der Konzentration der Partikel ab. Diese Konzentration nimmt während der Sedimentation ab, weil die Partikel aus dem Messbereich sedimentieren. Das Ergebnis ist eine Druckdifferenz, die in Abhängigkeit von der Zeit geringer wird. Zusätzlich gilt folgender Zusammenhang zwischen der Sedimentationsgeschwindigkeits-Verteilung und der Partikelkonzentration bzw. der Druckdifferenz:

$$-Q_3(u_p) = \frac{\Delta p(t_1)}{\Delta p_0} + \frac{t_1}{\Delta p_0} \left| \frac{d\Delta p(t)}{dt} \right|_{t_1} \quad (2.1)$$

Bei den Experimenten wurden sowohl die Massenkonzentration als auch der Faserfeinstoffanteil der Suspensionen variiert, um den Einfluss der Faserfeinstoffe auf die Sedimentation zu erkennen. Die pH-Wert Variation, welche im basischen Bereich mit Natronlauge und im sauren Bereich mit Salpetersäure vorgenommen wurde, diente zur Untersuchung des Einflusses des  $\zeta$ -Potentials auf die Sedimentationsgeschwindigkeit. Das  $\zeta$ -Potential wurde mit dem AcoustoSizer II und der Pen Kem 501 gemessen.

Erste Trennuntersuchungen wurden in einer Sedimentationszelle aus Plexiglas durchgeführt. Die Zelle hat eine keilartige Form. Die Zellentiefe beträgt 105 mm. Der Keilwinkel lässt sich zwischen  $40^\circ$  und  $60^\circ$  variieren. An der Keilspitze wird Frischwasser in die Zelle zugeführt, an einer der planparallelen Platten wird die zu behandelnde Suspension eingeleitet und am Keilstumpf wird der Überlauf abgeführt. Ein Bild dieser Sedimentationszelle ist in **Abbildung 2-3** zu sehen.

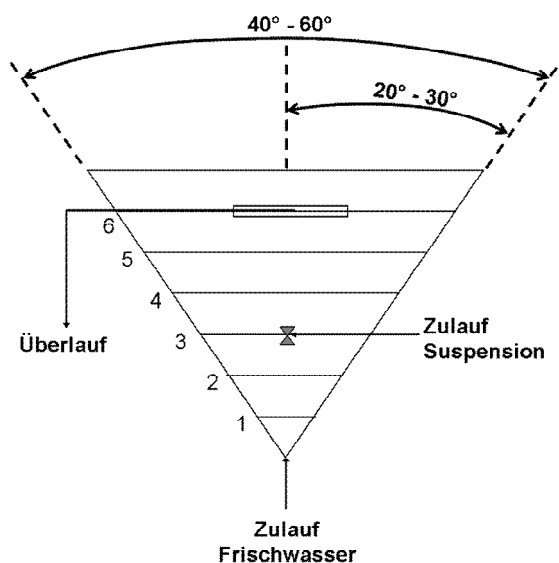
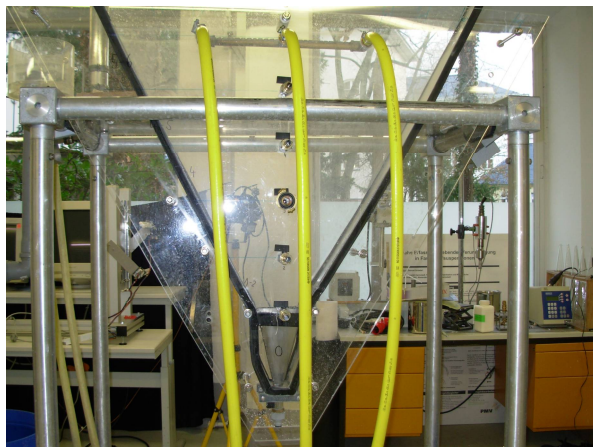


Abbildung 2-3: Bild (links) und schematische Darstellung (rechts) der Sedimentationszelle

Die Querschnittsflächen der Sedimentationszelle in den Ebenen 1 bis 6 stehen in **Tabelle 2-3**.

Tabelle 2-3: Querschnittflächen der Sedimentationszelle sortiert nach Öffnungswinkel und Zellenhöhe

Ebene	Zellentiefe / mm	Querschnittsfläche / mm <sup>2</sup>		
		40°	50°	60°
6 (Überlauf)	105	59321	72753	87327
5	105	49767	60512	72172
4	105	40213	48272	57016
3	105	30658	36031	41861
2	105	21104	23791	26705
1	105	11550	11550	11550

Für einen Trennversuch wird die festgelegte Suspensionsmenge einer Modellsuspension in einem Behälter vorgelegt. Die Sedimentationszelle wird von unten kontinuierlich mit einem konstanten Volumenstrom mit Frischwasser befüllt. Erreicht der Wasserpegel in der Sedimentationszelle den Überlauf, wird begonnen die vorgelegten Modellsuspensionen aus dem Behälter in die Sedimentationszelle zu pumpen. Auch hier wird ein konstanter Volumenstrom eingestellt. Ist die vorgelegte Modellsuspension vollständig in die Zelle gepumpt, wird der Zulauf der Suspension geschlossen, wohingegen Frischwasser weiter kontinuierlich in die Zelle eingeleitet wird. In der Sedimentationszelle agglomerieren während und nach Einströmen der Modellsuspension einige Feinstoffe und bilden eine Schicht, die sich je nach Anströmgeschwindigkeit auf unterschiedlichen Ebenen in der Zelle ausbilden. Nicht agglomerierte Feinstoffe, die langsamer als die Anströmgeschwindigkeit am Überlauf sinken, werden im Überlauf ausgetragen. Dadurch wird die in die Sedimentationszelle eingebrachte Modellsuspension in zwei Fraktionen getrennt, einem Sediment und einem Überlauf.

Diese beiden Fraktionen werden in einem Veraschungsautomaten dem Thermogravimetric Analyzer 701 (TGA) der Firma Leco auf ihren anorganischen Anteil untersucht. Die für die Veraschungsuntersuchungen verwendeten Temperaturen und Haltezeiten sind an ISO 1762 und DIN 54370 angelehnt und in **Tabelle 2-4** aufgelistet [9,10].



Tabelle 2-4: Angesteuerte Temperaturpunkte und Haltezeiten des Veraschungsautomaten TGA (ISO 1762, DIN 54370)

Temperatur	Haltezeit	Vorgang
105 °C	1 h	Entfernung der Wassers
450 °C	2 h	Zersetzung des größten Teils der organischen Substanzen
525 °C	6 h	Vollständige Zersetzung der organischen Substanzen sowie ein Glühverlust des Kaolin
900 °C	3 h	Zersetzung des CaCO <sub>3</sub>

Durch den keilförmigen Aufbau der Sedimentationszelle stellen sich auf verschiedenen Ebenen unterschiedliche Geschwindigkeitsfelder ein. Mit Hilfe der sich während der Trennversuche einstellenden Trenngrenzen und mit Hilfe der Bestimmung der nach der Trennung erreichten anorganischen Anteile in beiden Fraktionen ließen sich Parameter, die die Trennwirkung beeinflussen, bestimmen. Aus den Erfahrungen der Trennung mit der keilförmigen Sedimentationszelle wurde am Ende des Projektes eine konische Zelle gebaut.

### 2.3 Lösungsweg

Um das in Kapitel 3.1 beschriebene Forschungsziel zu erreichen, wurden folgende Arbeitspakete festgelegt:

- (1) Entwicklung der Modellsuspension und Laborblattbildung zur Bestimmung der papierphysikalischen Eigenschaften (PMV) und Charakterisierung der physikalischen Eigenschaften ihrer zu trennenden Komponenten (MVM).
- (2) Bau einer optischen Sedimentationszelle zur Analyse des Sedimentationsverhaltens von organischen und von anorganischen Feinstoffen in Wasser (PMV).
- (3) Laborversuche und Variantenstudie zur Trennung von organischen und anorganischen Feinstoffen durch Sedimentation mit entsprechender Analytik (PMV, MVM).
- (4) Laborversuche zur Trennung von anorganischen und organischen Feinstoffen durch Filtration (MVM).

- (5) Modellierung des Sedimentationsverhaltens zum besseren Verständnis und zur Optimierung der Trennung der organischen und anorganischen Partikel (MVM).
- (6) Untersuchungen zur Trennleistung der organischen von den anorganischen Bestandteilen für die in den vorangegangenen Schritten gebauten und untersuchten Laborapparate sowie eine Optimierung der entsprechenden Betriebsparameter (PMV, MVM).
- (7) Übertragung der in den Schritten (5) und (6) gewonnenen Erkenntnisse auf einen optimierten Trennprozess im Technikumsmaßstab und Demonstration der Effizienz des Verfahrens (PMV, MVM).
- (8) Abschätzung der Wirtschaftlichkeit des Verfahrens und dessen Anwendungsmöglichkeiten (PMV).

### 3 Ergebnisse

#### 3.1 Charakterisierung der Suspensionen

Gemäß den Arbeitspaketen 1 bis 4 wurden grundlegende Untersuchungen mit den Modellsuspensionen sowie deren Einzelkomponenten durchgeführt. Die Ergebnisse wurden von Feist et al. [11] veröffentlicht. **Abbildung 3-1** zeigt die Sedimentationsgeschwindigkeits-Verteilung von  $\text{CaCO}_3$ , einer Komponente der Streichfarbe, in Abhängigkeit von der Massenkonzentration (Ma%). Man erkennt, dass für 3 Ma% und 5 Ma% nahezu die gleiche Sedimentationsgeschwindigkeits-Verteilung vorherrscht. Die mittlere Sedimentationsgeschwindigkeit der Suspensionen mit einer Massenkonzentration von 10 Ma% bzw. 20 Ma% ist etwas schneller als bei 5 Ma%. Dies kann mit dem Effekt der Cluster- und Schwarm sedimentation erklärt werden, wie er schon von Beiser [12] und Bickert [13] beschrieben wird. Die Messungen wurden bei einem C-Wert von 200 und einer Zeit von 1000 s durchgeführt. Während dieser Zeit sedimentieren fast 80 % des Feststoffes. Im Vergleich dazu sedimentiert nur ca. 60 % des Kaolins, die zweite Komponente der Streichfarbe. Die in **Abbildung 3-2** und im Folgenden gezeigten Sedimentationsgeschwindigkeits-Verteilungen sind auf g normiert.

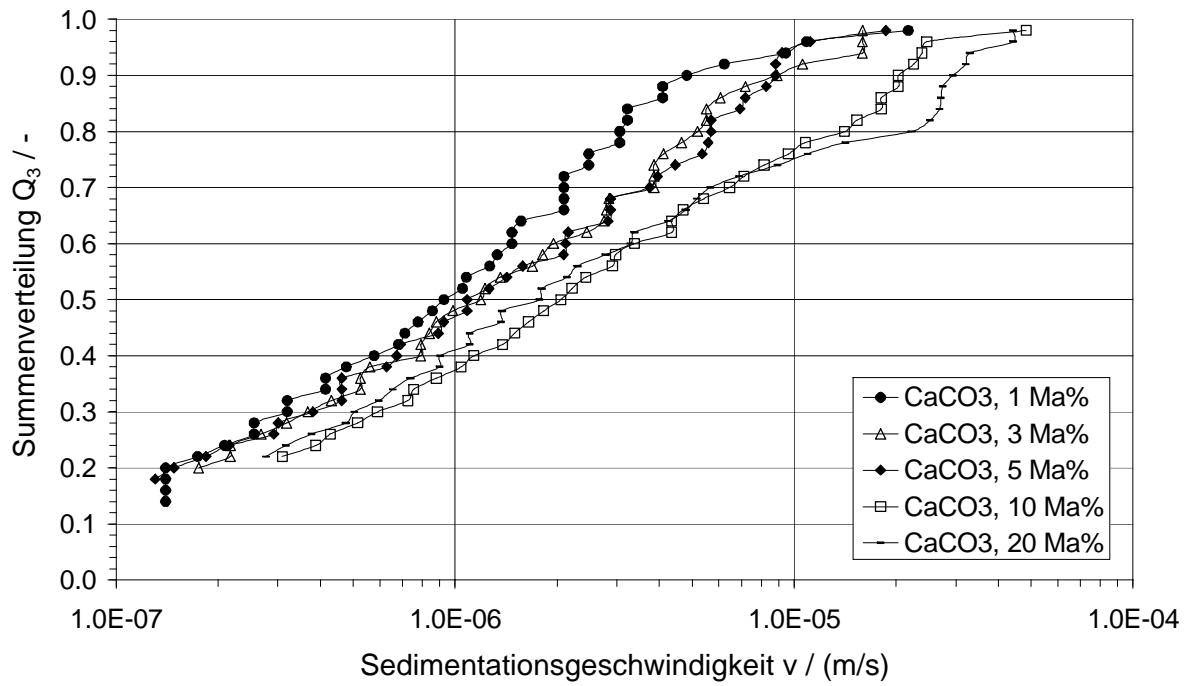


Abbildung 3-1: Sedimentationsgeschwindigkeits-Verteilung gemessen mit der Manometerzentrifuge:  $CaCO_3$ -Suspension bei verschiedenen Ma%

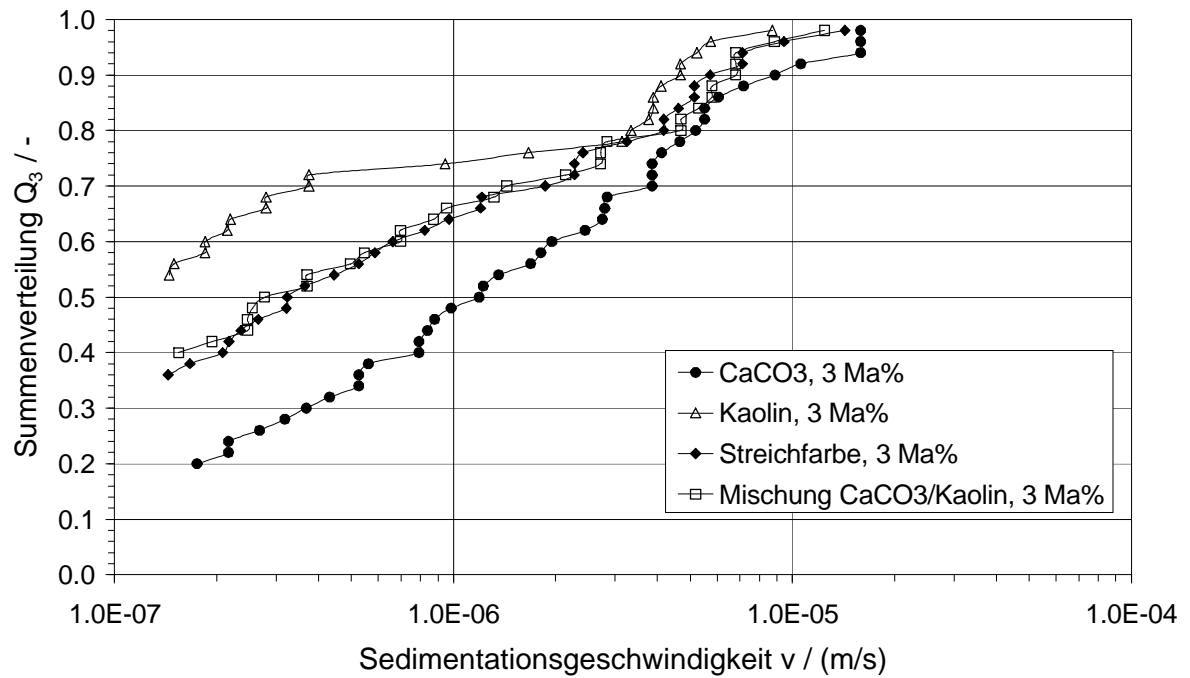


Abbildung 3-2: Sedimentationsgeschwindigkeits-Verteilung von  $CaCO_3$ , Kaolin, der Streichfarbe und der  $CaCO_3$ -Kaolin Mischung bei 3 Ma%

Daraus lässt sich schließen, dass die Kaolinpartikel kleiner als die  $\text{CaCO}_3$  Partikel sind. Des Weiteren zeigt Abbildung 3-2, dass 20 % des Kaolins eine zehn Mal höhere Sedimentationsgeschwindigkeit haben als die restlichen 80 %. Dies ist auf die Agglomerationseigenschaften des Kaolins zurückzuführen. Einige große Agglomerate sedimentieren zuerst, wohingegen die restlichen 80 % der Partikel nachsedimentieren. In Abbildung 3-2 wird auch das Sedimentationsverhalten des  $\text{CaCO}_3$ , des Kaolins, einer Mischung aus diesen Pigmenten und der Streichfarbe dargestellt. Wie erwartet liegt die Sedimentationsgeschwindigkeits-Verteilung der Mischung zwischen den Verteilungen der Einzelkomponenten. Sie ist aber mit der Sedimentationsgeschwindigkeits-Verteilung der Streichfarbe identisch. Dies lässt vermuten, dass die Binder und andere Zusätze, siehe Tabelle 2-1, keinen Einfluss auf die Sedimentationsgeschwindigkeit der Streichfarbenpartikel haben. Im oberen Geschwindigkeitsbereich haben die vier Suspensionen ähnliche Sedimentationsgeschwindigkeiten. Daher sind wenige große Agglomerate in allen Suspensionen vorhanden.

Die mittlere Sedimentationsgeschwindigkeit des ungestrichen Papiers (**Abbildung 3-3**) ist größer, je weniger Feststoff in der Suspension ist, weil die gegenseitige Behinderung während der Sedimentation kleiner wird, je geringer die Feststoffkonzentration in der Suspension ist. Die Sedimentationsgeschwindigkeits-Verteilung ist auf Grund des hohen Faserfeinstoffanteils von 45 % monomodal. Die gegenseitige Behinderung durch die langen aber dünnen Faserstücke ist so groß, dass die langsamen Teilchen die schnelleren ausbremsen bzw. die schnellen die langsamen mitreißen.

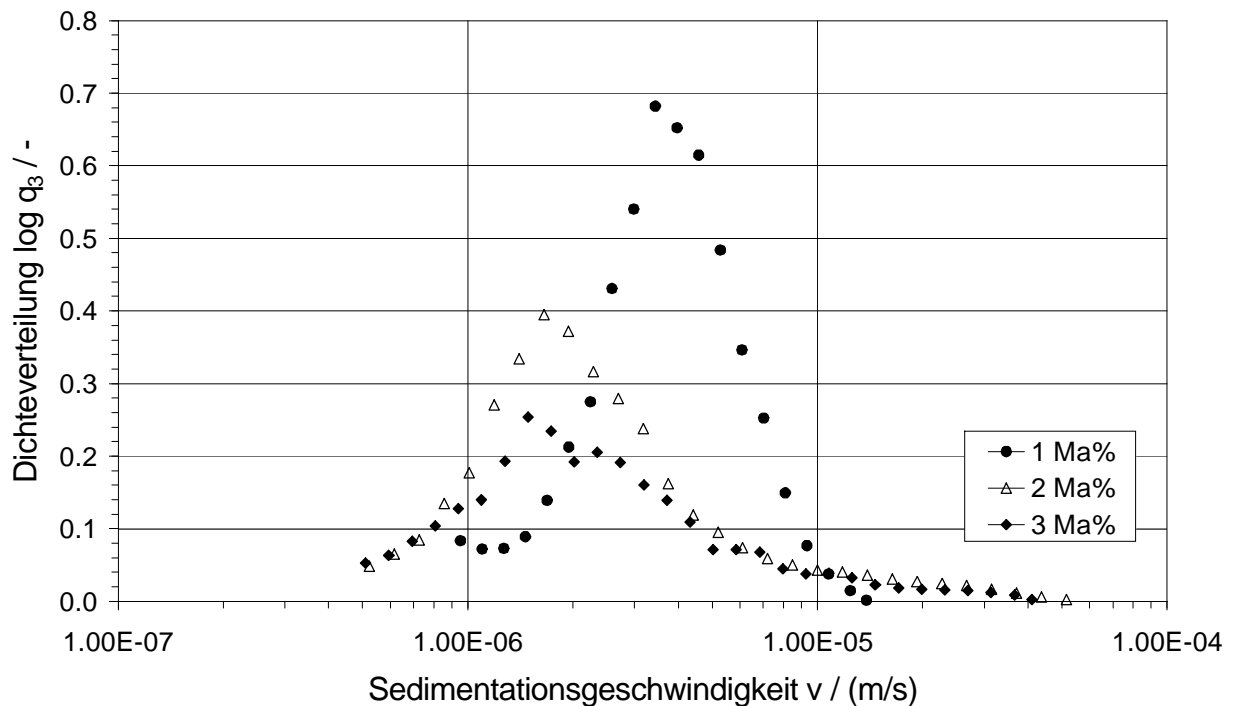


Abbildung 3-3: Sedimentationsgeschwindigkeits-Verteilung des ungestrichen Papiers, bei verschiedenen Massenkonzentrationen, gemessen mit der Sedimentationswaage

Die Sedimentationsgeschwindigkeits-Verteilung des gestrichenen Papiers, siehe **Abbildung 3-4**, zeigt ein anderes Verhalten. Die Verteilung ist zwischen 0,5 und 2 % Massenkonzentration bimodal, denn Agglomerate und größere Teilchen sedimentieren zuerst und die kleineren Teilchen sedimentieren danach. Zum einen ist der Feinstoffanteil, der hauptsächlich aus anorganischen Partikeln besteht, größer als beim ungestrichenen Papier. Zum anderen sind auf Grund des geringeren Faserfeinstoffanteils die gegenseitige Behinderung und das Abbremsen während der Sedimentation nicht so groß wie beim ungestrichenen Papier, da weniger kugelförmige Partikel vorhanden sind. Bei 3 % Massenkonzentration dagegen ist wegen des hohen Feststoffgehaltes und der dadurch zugenommenen gegenseitigen Behinderung die Verteilung monomodal.

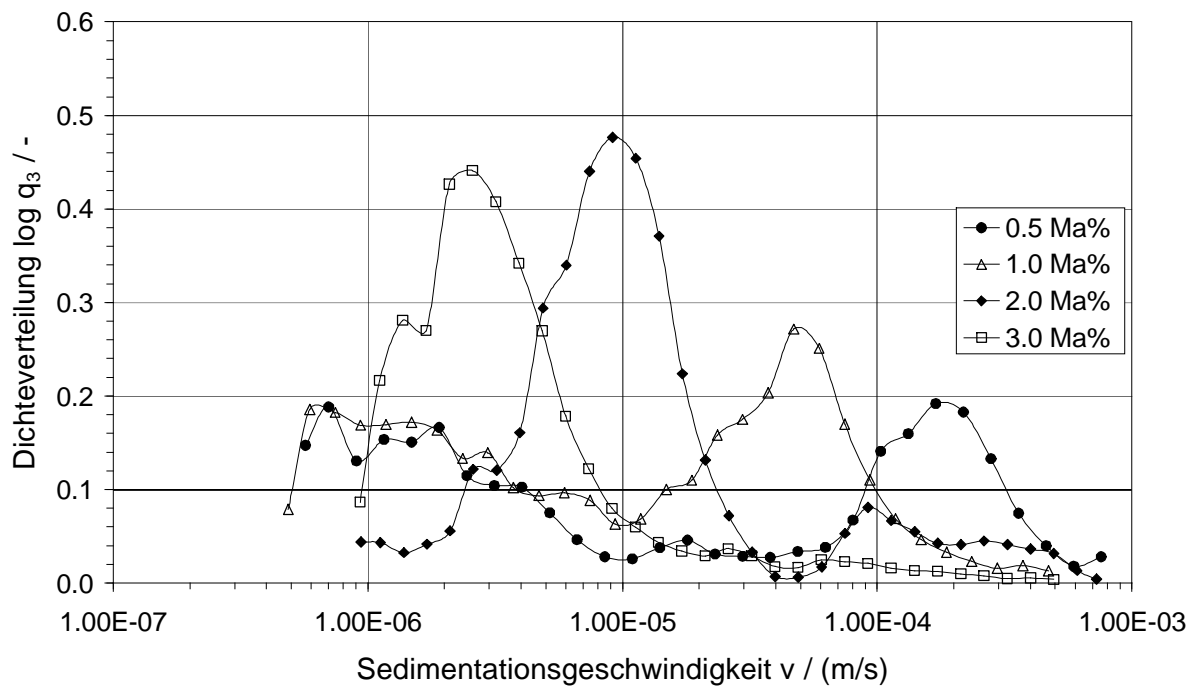


Abbildung 3-4: Sedimentationsgeschwindigkeits-Verteilung des gestrichen Papiers, bei verschiedenen Massenkonzentrationen, gemessen mit der Sedimentationswaage

Durch Agglomeration und Ausrichtung der Faserfeinstoffe während der Sedimentation bilden sich Cluster, die schneller sedimentieren als einzelne Faserfeinstoffe. Diese Erscheinung wird von Bulter und Shaqfeh [14] sowie Herzhaft und Guazelli [15] für Fasern beschrieben, die eine ähnliche Form wie die Faserfeinstoffe besitzen.

Das Ziel ist zu erkennen, bei welchem Faserfeinstoffanteil der Umkehrpunkt vom Bereich der partikeldominierten Sedimentation zur faserdominierten Sedimentation liegt. Um den Umkehrpunkt zu bestimmen, wurden Suspensionen mit verschiedenen Faserfeinstoffanteilen ( $F_a\%$ ) hergestellt. Der Faserfeinstoffanteil der Suspension wurde durch Mischen des gestrichen Papiers mit ungestrichenem Papier oder mit Streichfarbe verändert. Die Ausgangssuspension in **Abbildung 3-5** ist das gestrichene Papier. Dieses wird mit ungestrichenem Papier gemischt, um Faserfeinstoffanteile über 24 % zu erhalten. Bei Mischung mit der reinen Streichfarbe erhält man Faserfeinstoffanteile unter 24 %. Die Ausgangssuspension in **Abbildung 3-6** ist das ungestrichene Papier. Dieses wird mit gestrichenem Papier und Streichfarbe gemischt, um Faserfeinstoffanteile unter 45 % zu erhalten. Die Messungen wurden alle bei einer Massenkonzentration von 2 % durchgeführt.

In Abbildung 3-5 ist zu sehen, dass zwischen 24 Fa% und 35 Fa% mit zunehmendem Faserfeinstoffanteil mehr Faserfeinstoffe mit der gleichen Sedimentationsgeschwindigkeit sedimentieren, die mittlere Sedimentationsgeschwindigkeit aber langsamer wird. Bei 35 Fa% sedimentieren schließlich 90 % des Feststoffes mit der gleichen Sedimentationsgeschwindigkeit, bei 24 Fa% sind es nur 75 %. Dies liegt an der zunehmenden Behinderung zwischen den Partikeln und Faserfeinstoffen. Zwischen 5 Fa% und 24 Fa% nimmt die mittlere Sedimentationsgeschwindigkeit umso deutlicher ab, je weniger Faserfeinstoffe in der Suspension sind. Je weniger Faserfeinstoffe in der Suspension sind desto weniger Agglomerate bilden sich und desto langsamer sinkt der gesamte Feststoff. Man erkennt ebenfalls, dass die Sinkgeschwindigkeitsverteilung wesentlich breiter wird, denn die gegenseitige Behinderung nimmt aufgrund des geringeren Faseranteils ab.

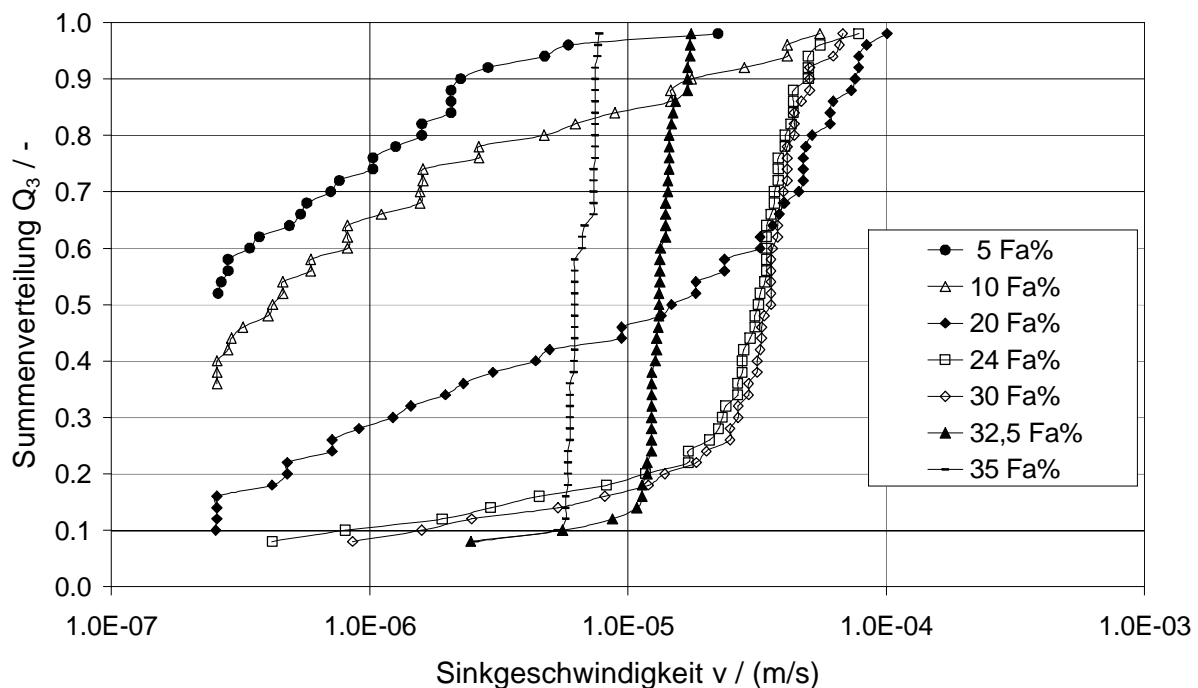


Abbildung 3-5: Sedimentationsgeschwindigkeits-Verteilung der Mischungen des ungestrichenen und gestrichenen Papiers bei 2 % Massenkonzentration und verschiedenen Faserfeinstoffanteilen, gemessen mit der Langarm Zentrifuge, Ausgangssuspension ist das gestrichene Papier

Ein ähnliches Verhalten zeigt das ungestrichene Papier, siehe Abbildung 3-6. Es ist zu erkennen, dass die Faserdominanz etwas früher auftritt. So sedimentieren bei einem Faserfeinstoffanteil von 25 % schon 80 % des Feststoffes mit der gleichen Sedimentationsgeschwindigkeit. Es

ist ebenfalls zu erkennen, dass die mittlere Sedimentationsgeschwindigkeit bei hohen Faserfeinstoffkonzentrationen bei dieser Suspensionsmischung etwas niedriger ist als bei der Suspensionsmischung, die das gestrichene Papier als Ausgangssuspension hatte. Dies ist ein Indiz dafür, dass die Faserfeinstoffe des ungestrichenen Papiers leichter, d.h. mit nicht so vielen Partikeln beladen sind, wie die Faserfeinstoffe des gestrichenen Papiers.

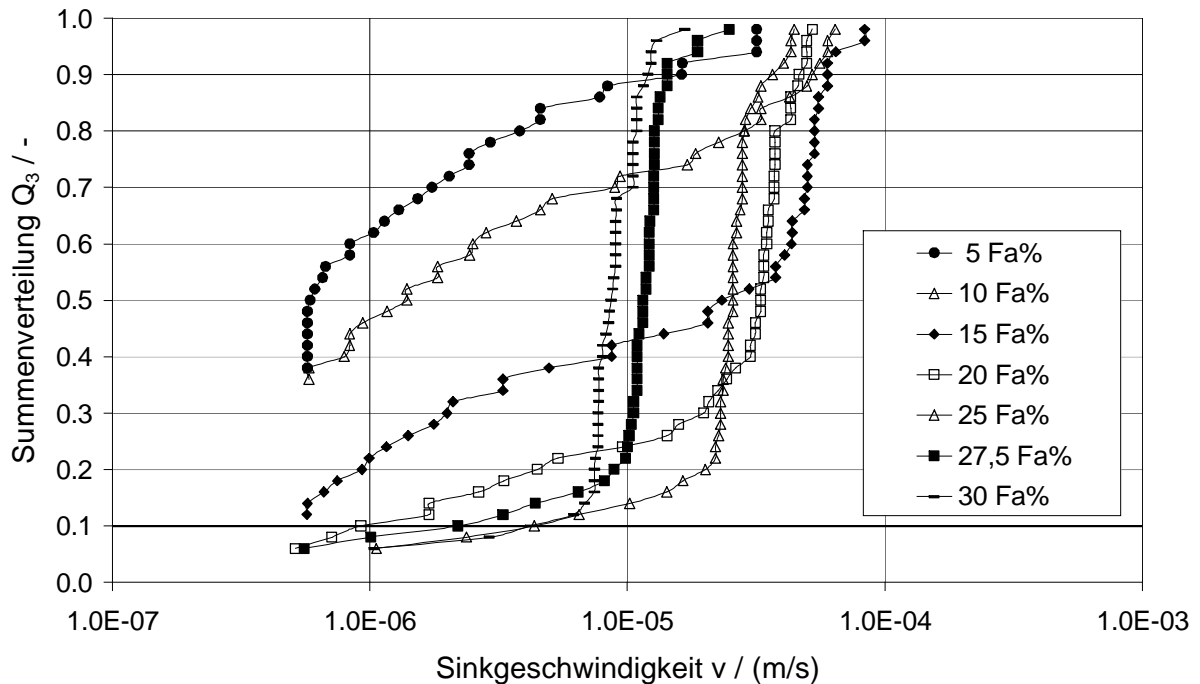


Abbildung 3-6: Sedimentationsgeschwindigkeits-Verteilung der Mischungen des ungestrichenen und der Streichfarbe, bei 2 % Massenkonzentration und verschiedenen Faserfeinstoffanteilen, gemessen mit der Langarm Zentrifuge, Ausgangssuspension ist das ungestrichene Papier

Dieses Ergebnis wird auch durch die Siebanalyse unterstützt (**Tabelle 3-1**). Grundsätzlich ist festzustellen, dass sich das ungestrichene Papier besser in einen organischen Anteil und in einen anorganischen Anteil klassieren lässt.



Tabelle 3-1: Zusammensetzung der Siebrückstände einer Siebanalyse von gestrichenem und ungestrichenem Papier (links gestrichen, rechts ungestrichen)

	Durchgang 150 µm Sieb		Rückstand 150 µm Sieb		Rückst. 50 µm Sieb		Rückst. 20 µm Sieb		Rückst. 10 µm Sieb		Durch. 10 µm Sieb	
Anorganischer Anteil / %	80	55	-	6	47	13	66	37	75	52	87	86
davon CaCO <sub>3</sub> / %	49	43	-	5	26	11	44	28	45	36	63	73
davon Kaolin / %	31	12	-	1	21	2	22	9	30	16	24	13
Organischer Anteil / %	20	45	-	94	53	87	34	63	25	48	13	14

In **Abbildung 3-7** ist das  $\zeta$ -Potential der Papiersuspensionen und der Suspensionen der einzelnen Komponenten in Abhängigkeit vom pH-Wert aufgetragen. Im sauren Bereich ist das  $\zeta$ -Potential der Modellsuspensionen positiv und das CaCO<sub>3</sub> geht in Lösung. Beim Original-pH-Wert (ca. 7,5) der Suspensionen ist das  $\zeta$ -Potential des ungestrichenen Papiers höher, als das der Einzelkomponenten. Das des gestrichenen Papiers liegt zwischen dem der einzelnen Komponenten. Bei Erhöhung des pH-Wertes verringert sich das  $\zeta$ -Potential der einzelnen Komponenten schneller, als das der Modellsuspensionen, so dass bei einem pH-Wert von 10 die Füllstoffe und Streichfarben ein geringeres  $\zeta$ -Potential haben als die Modellsuspensionen. Auf Grund des niedrigeren  $\zeta$ -Potentials bei einem pH-Wert von 10 sollten die Agglomerate kleiner sein. Dies zeigt auch die Sedimentationsgeschwindigkeits-Verteilung in **Abbildung 3-8**. Diese in den Grundlagenuntersuchungen erzielten Ergebnisse, lassen sich mit den Ergebnissen aus realen Trennversuchen mit der Aufstromklassierung korrelieren.

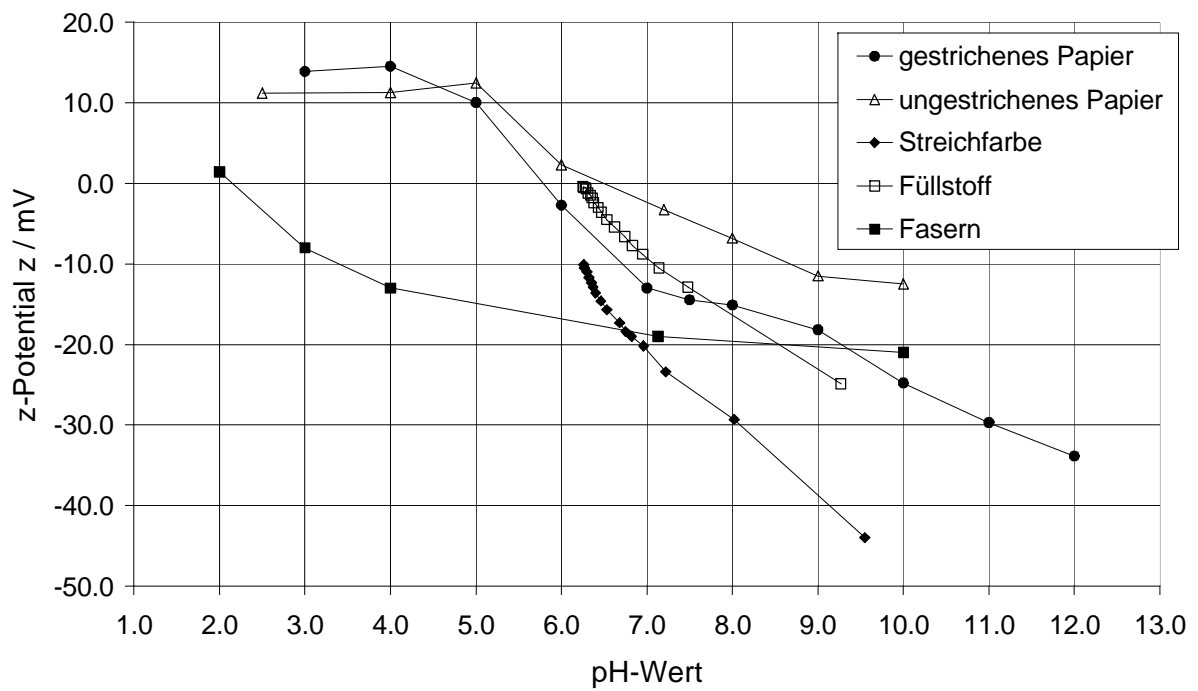


Abbildung 3-7:  $\zeta$ -Potential der gestrichen und ungestrichen Papiers bei verschiedenen pH-Werten

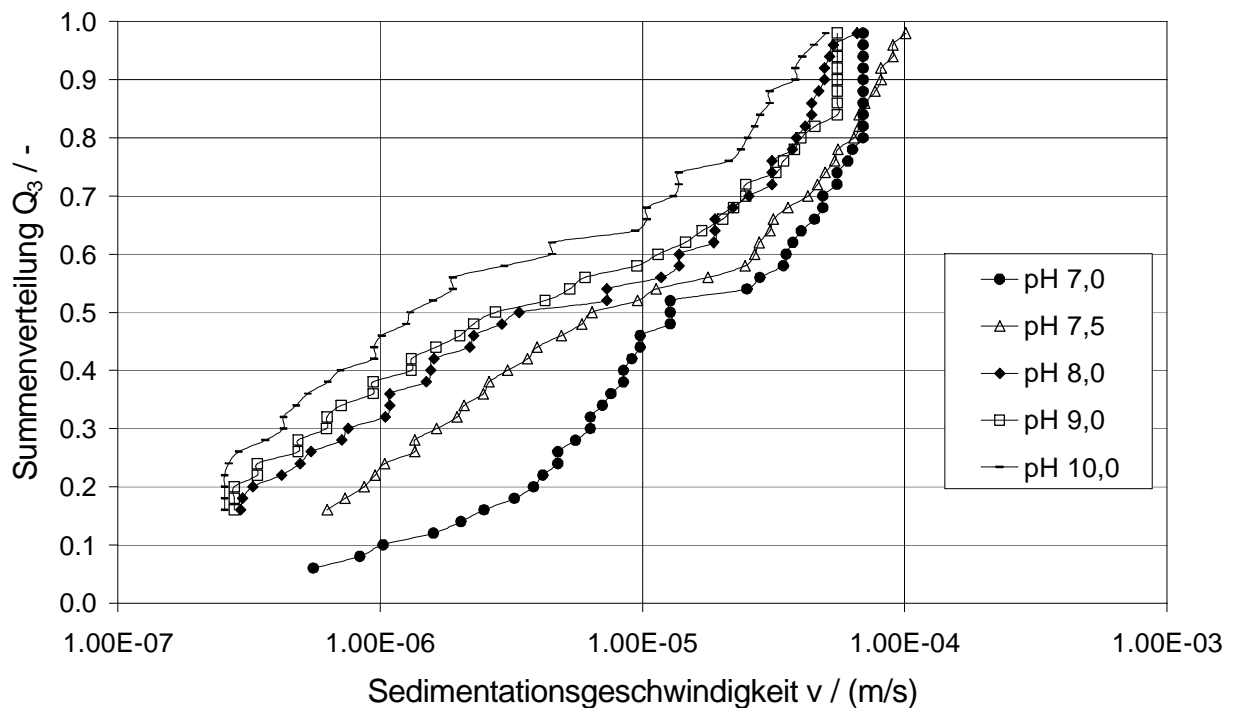


Abbildung 3-8: Sedimentationsgeschwindigkeits-Verteilung des gestrichenen Papiers bei verschiedenen pH-Werten

Reale Trennversuche mit gestrichenem Papier bei pH-Werten von 6, 8 (Original-pH) und 12 bestätigen die Grundlagenuntersuchen (**Abbildung 3-9**). Bei pH 12 lässt sich die Modellsuspension erheblich schlechter trennen als bei pH 8 (Original-pH). Die Faserfeinstoffe können bei höheren pH-Werten keine so großen Flocken mehr ausbilden, wie es für eine Trennung in der Sedimentationszelle nötig wäre. Aus diesem Grund befinden sich bei pH 12 etwa so viele Faserfeinstoff im Sediment wie im Überlauf, was eine Trennung mittels Sedimentation unmöglich macht. Die Steigerung des anorganischen Anteils in der Ausgangssuspension gegenüber dem Filtrat der Sortierung mit dem 150 µm Lochsieb entsteht durch die Verschiebung des Kalk-Kohlensäure-Gleichgewichts in Richtung  $\text{CaCO}_3$ . Bei pH 6, also im sauren Bereich, lässt sich die Trennaufgabe ebenfalls nicht lösen, da auch hier die Trennversuche keine Anreicherung einer Feinstoffart im Sediment oder im Überlauf zeigten. Zusätzlich kommt das Problem hinzu, dass sich das  $\text{CaCO}_3$  im sauren Milieu durch die Verschiebung des Kalk-Kohlensäure-Gleichgewichts in Richtung Kohlensäure zersetzt, was sich in der Reduktion des anorganischen Anteils in der Ausgangssuspension um 10 % gegenüber dem Filtrat der Sortierung zeigt.

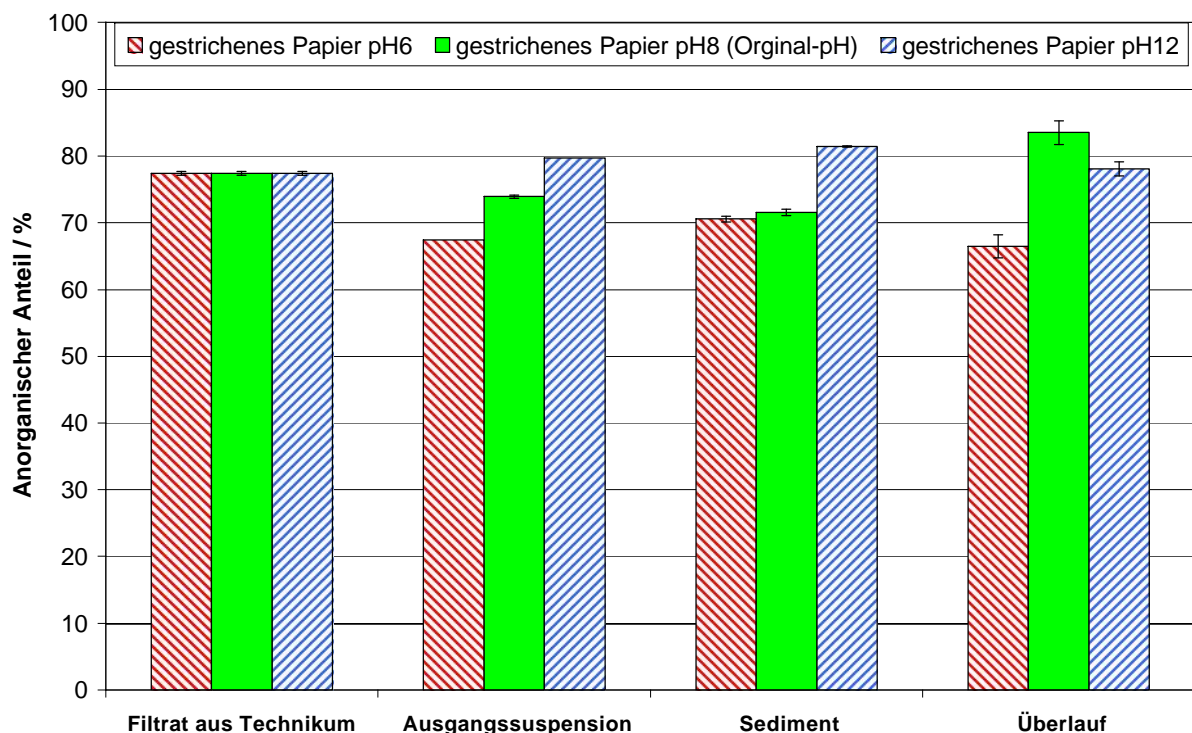


Abbildung 3-9: Anorganischer Anteil des gestrichenen Papiers vor und nach der Aufstromklassierung bei verschiedenen pH-Werten

### 3.2 Verhalten der Suspensionen während des Trennprozesses

In vielen Versuchsreihen wurden die beiden Modellsuspensionen in der Sedimentationszelle einer Trennung unterzogen, um festzustellen, wie sich die Faserfeinstoffe und anorganischen Feinstoffe während des Trennprozesses verhalten. Dazu wurden zuerst Versuche ohne Hilfsmittel durchgeführt. In allen Versuchen war eine deutliche Anreicherung der anorganischen Feinstoffe im Überlauf zu erkennen, eine Abreicherung der anorganischen Feinstoffe im Sediment war aber kaum feststellbar. Dies ist in **Abbildung 3-10** zu sehen. Durch diese Versuche hat sich jedoch gezeigt, dass die Faserfeinstoffe während des Einström- und Trennprozesses Flocken bilden. Diese Flocken sinken auf Grund ihrer Größe schneller als die anorganischen Feinstoffe, obwohl die Faserfeinstoffe eine deutlich geringere Dichte als die anorganischen Feinstoffe aufweisen.

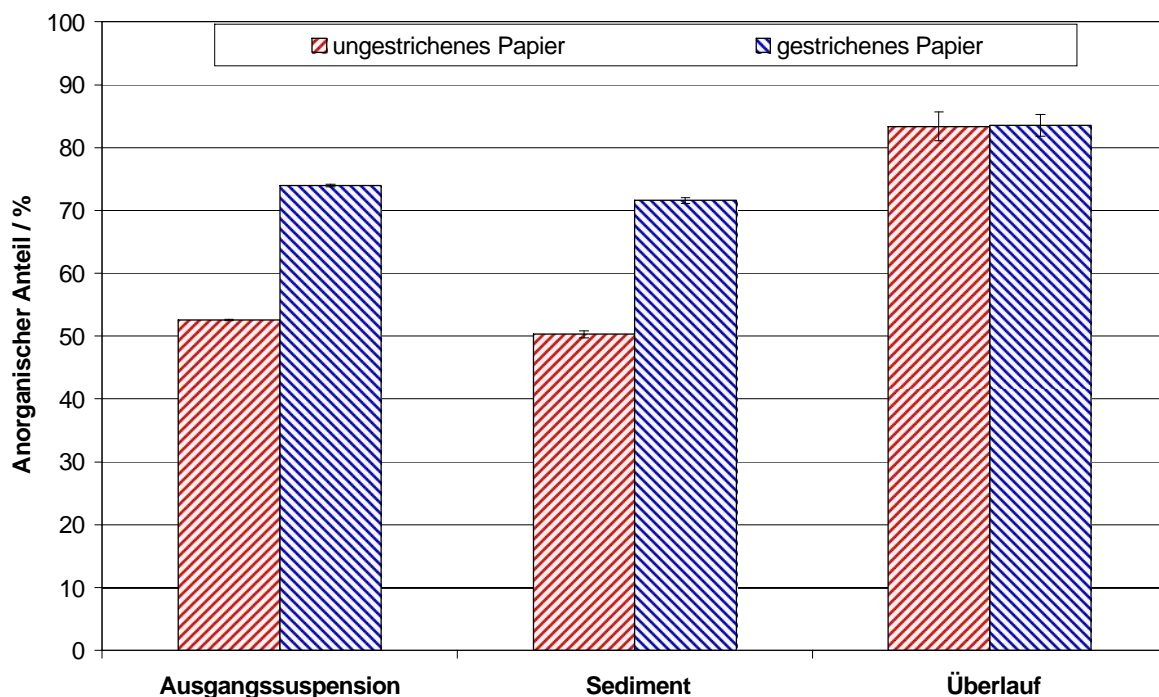


Abbildung 3-10: Trennergebnis der Sedimentationszelle mit ungestrichenen und gestrichenem Papier

Um festzustellen ob eine Abreicherung an anorganischem Feinstoff im Sediment überhaupt möglich ist, wurde eine Feinstoffsuspension aus Einzelkomponenten, die den Papierproduktionsprozess nicht durchlaufen haben, mit einer ähnlichen Zusammensetzung wie das gestrichene Papier hergestellt. Diese Feinstoffsuspension wurde in der Sedimentationszelle der Trennung

unterzogen. Das Trennergebnis ist in **Abbildung 3-11** dargestellt. In diesem Trennversuch war eine starke Abreicherung von 40 % der anorganischen Feinstoffe im Sediment feststellbar. Ebenso konnte trotz des hohen anorganischen Anteils in der Ausgangssuspension eine Anreicherung der anorganischen Feinstoffe im Überlauf beobachtet werden. Die anorganischen Feinstoffe lassen sich somit von den Faserfeinstoffen mittels eines Sedimentationsverfahrens trennen, wenn beide Feinstoffarten nicht fest agglomeriert sind.

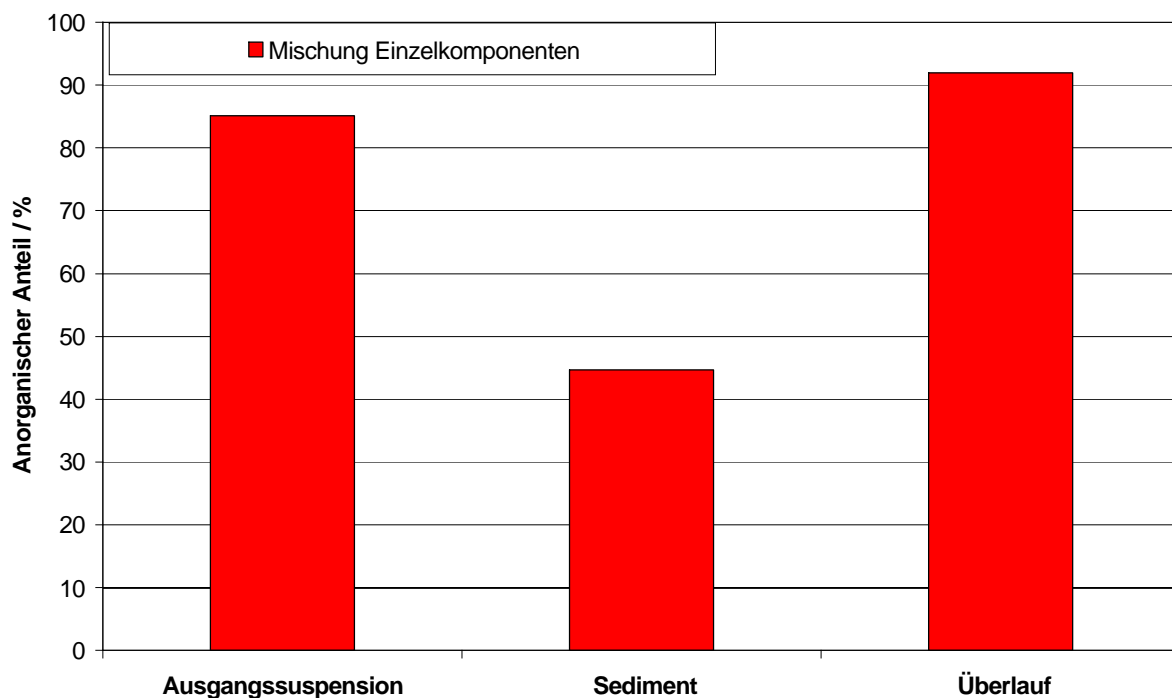


Abbildung 3-11: Trennergebnis der Sedimentationszelle mit der aus Einzelkomponenten hergestellten Feinstoffsuspension

Anhand der Ergebnisse aus den Trennversuchen mit den Modellsuspensionen und dem Trennversuch mit der Feinstoffsuspension aus den Einzelkomponenten konnte als mögliche Ursache für den geringen Trennerfolg mit den Modellsuspensionen eine „Verklebung“ der anorganischen Feinstoffe mit den Faserfeinstoffen ermittelt werden. Diese Verklebung wird durch chemische Additive wie Retentionsmittel und Bindemittel in Kombination mit dem Trocknungsprozess in der Papiermaschine erzeugt. Beim Zerfaserungsprozess in der Stoffaufbereitung werden die Klebestellen nicht zerstört, sondern eher Faserbruchstücke also Faserfeinstoffe aus den Fasern herausgelöst. Dadurch haften die Faserfeinstoffe an den anorganischen Feinstoffen. Eine Trennung dieser ist somit unmöglich. Um die Feinstoffe einer Trennung zugänglich zu machen, müssen diese Verbindungen aufgebrochen werden.

Hirsch et al. [16] beschreibt die Trennung von gestrichenem Papier in einer Aufstromklassierung. Man ist in der Lage mit mechanischer Vorbeanspruchung der Suspension die Bindungen zwischen Faserfeinstoffen und Partikeln aufzubrechen und das Trennergebnis zu verbessern. In den Untersuchungen wurden drei Vorbehandlungsarten getestet. Es wurden eine Feinstoffmahlung, eine Ultraschallbehandlung und eine Knetdispergierung miteinander verglichen. Bei der Mahlung wurden Suspensionen mit Feststoffmassenkonzentrationen zwischen 2,0 % und 6,8 % zwischen einem schnell drehenden Rotor, der mit Umdrehungszahlen von 4.000 bzw. von 8.000 Umdrehungen pro Minute betrieben wurde, und einem Stator geleitet. Es wurden immer 31,5 l Suspension 60 min lang behandelt. Bei der Ultraschallbehandlung wurde Suspensionen, die eine Feststoffmassenkonzentration von 6,8 % hatten, in 10 min eine Energie von 84 kJ mit einem Tauchschwinger eingebracht. Bei der Knetdispergierung wurden auf ca. 40 % Massenkonzentration eingedickte Suspensionen im Beken-Kneter 20 min lang bei 90 °C geknetet. Die mit den drei Vorbehandlungsarten behandelten Suspensionen wurden einer Trennung in der Sedimentationszelle unterzogen. Alle drei Vorbehandlungsarten verbesserten das Trennergebnis. Die Trennversuche der mit dem Beken-Kneter mechanisch behandelten Suspensionen waren aber am vielversprechendsten. Die Suspensionen der Ultraschallbehandlung lieferten auch sehr gute Trennergebnisse, während der sedimentativen Trennung bildeten sich aber Flocken, die kaum mehr aufzuschlagen waren. Da grundlegendere Untersuchungen zur mechanischen Vorbehandlung nicht vorgesehen waren, wurde für alle folgenden Untersuchungen die Knetdispergierung ausgewählt. Den Einfluss der thermo-mechanischen Vorbehandlung im Beken-Kneter auf das Trennergebnis zeigt **Abbildung 3-12**.

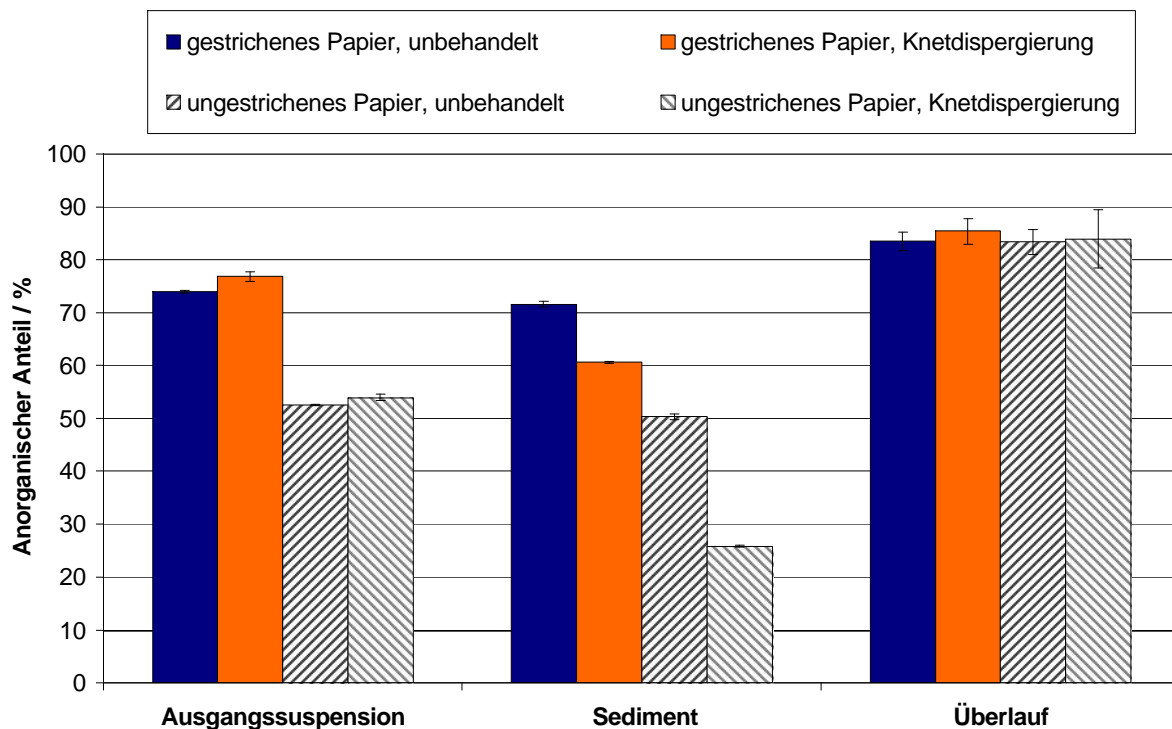


Abbildung 3-12: Einfluss der thermo-mechanischen Vorbehandlung im Beken-Knetter auf das Trennergebnis

Alle anschließend untersuchten Suspensionen wurden vor der Trennung einer thermo-mechanischen Behandlung von 20 min bei einer Feststoffmassenkonzentration von 40 % im Beken-Knetter unterzogen. In die Suspensionen wurde dabei eine Energie von etwa 97 kWh/t eingebracht. An diesen vorbehandelten Suspensionen wurden Grundlagenuntersuchungen in der Manometerzentrifuge durchgeführt.

**Abbildung 3-13** zeigt die Ergebnisse dieser Untersuchungen zwischen dem gekneteten gestrichenen Papier im Vergleich zum unbehandelten gestrichenen Papier bei verschiedenen Faserfeinstoffanteilen. Diese Ergebnisse wurden von Feist et al. [17] veröffentlicht. Man erkennt, dass die mittlere Sinkgeschwindigkeit durch das Kneten der Suspension zum einen langsamer wird, was auf ein Aufbrechen der Agglomerate und Entstehen kleiner Partikel schließen lässt. Zum anderen und dies ist viel entscheidender für die Klassierung, wird die Sedimentationsgeschwindigkeits-Verteilung breiter, d. h. besonders die Agglomerate, die zwischen Faserfeinstoffen und Partikeln existiert haben, sind aufgebrochen worden. Dies erklärt auch den besseren Trennerfolg, der von Hirsch et al. [16] beschrieben wird.

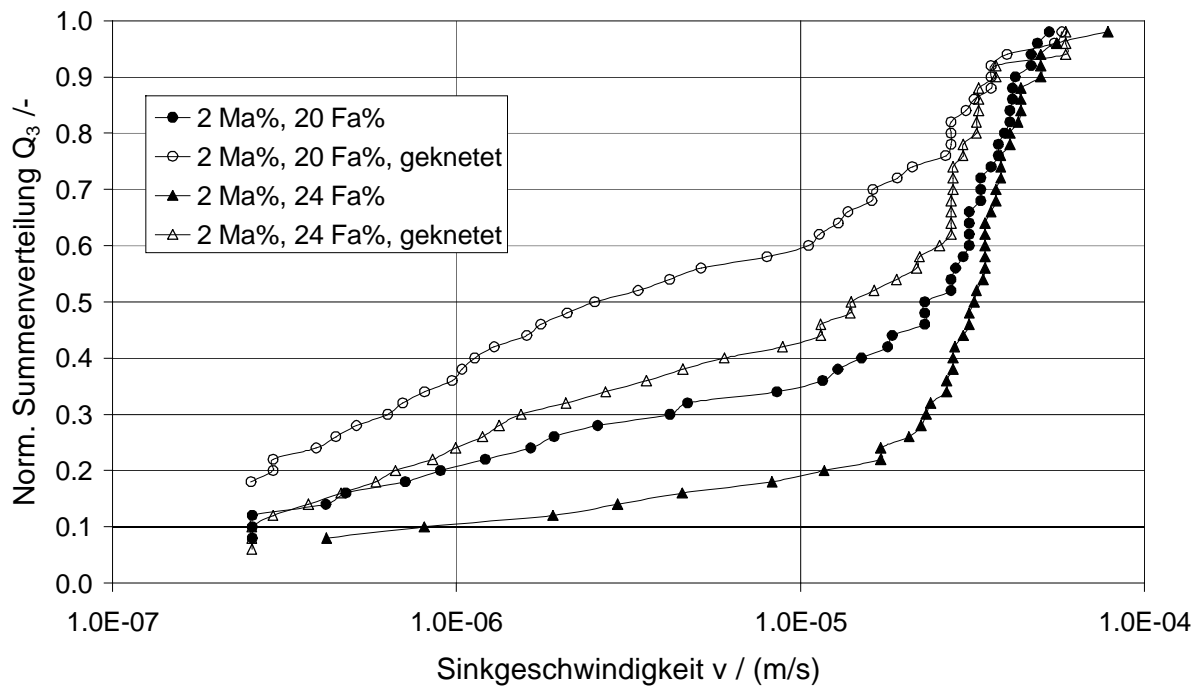


Abbildung 3-13: Sedimentationsgeschwindigkeits-Verteilung des gestrichen Papiers, bei verschiedenen Faserfeinstoffkonzentrationen und unter Vorbehandlung mit einem Knetzer, gemessen mit der Manometerzentrifuge

Nach der Festlegung der thermo-mechanischen Vorbehandlung im Beken-Knetzer wurden am gestrichenen und am ungestrichen Papier Untersuchungen zur Bestimmung der Parameter, die das Trennergebnis in der Sedimentationszelle beeinflussen, durchgeführt. Zusätzlich wurde der Einsatz des Dispergiermittel PolyStabil AN der Firma Ashland, einem Natriumpolyacrylat, während der Vorbehandlung geprüft. Das Dispergiermittel wurde zur Unterstützung der mechanischen Vorbehandlung eingesetzt. Der Einfluss der Vorbehandlung mit und ohne Dispergiermittel ist in **Abbildung 3-14** zu sehen. Die thermo-mechanische Vorbehandlung verbessert das Trennergebnis in der Sedimentationszelle deutlich. Mit Hilfe der thermo-mechanischen Vorbehandlung konnte der anorganischen Anteil im Sediment von 72 %, der beim unbehandelten gestrichenen Papier erzielt wurde, auf 61 % gesenkt werden, ohne die starke Anreicherung an anorganischen Feinstoffen im Überlauf zu senken. Die Anwesenheit des Dispergiermittels während der Vorbehandlung reduziert den anorganischen Anteil im Sediment nochmals um 10 %.



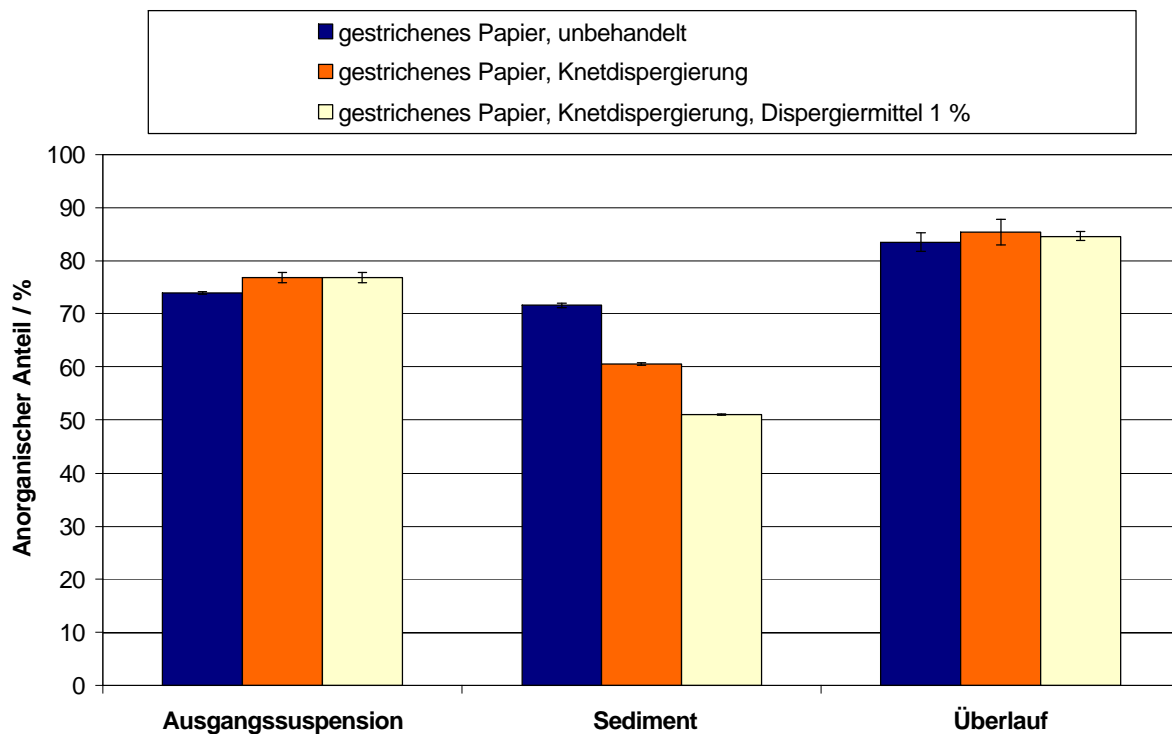


Abbildung 3-14: Vergleich der erzielter Trennergebnisse mit und ohne thermo-mechanische Vorbehandlung und mit und ohne Dispergiermittel während der thermo-mechanischen Vorbehandlung

Um einen Anhaltspunkt über eine geeignete Konzentration des Dispergiermittels während des Knetvorgangs zu erhalten, wurden drei Dispergiermittelkonzentrationen, 0,1 %, 0,5 % und 1 % bezogen auf die Feststoffmasse der anorganischen Feinstoffe, zu Beginn der Knetung in das gestrichene Papier dosiert. Die im Sediment erreichten anorganischen Anteile sind in **Abbildung 3-15** aufgetragen. Der anorganische Anteil im Sediment lag bei einer Konzentration von 0,1 % auf demselben Niveau wie bei einer Konzentration von 1,0 %. Mit einer Konzentration von 0,5 % war der niedrigste anorganische Anteil erzielbar. Das Dispergiermittel wurde deshalb für die nachfolgenden Versuche mit einer Konzentration von 0,5 %, bezogen auf die Feststoffmasse der anorganischen Feinstoffe in der zu knetenden Suspension, eingesetzt.

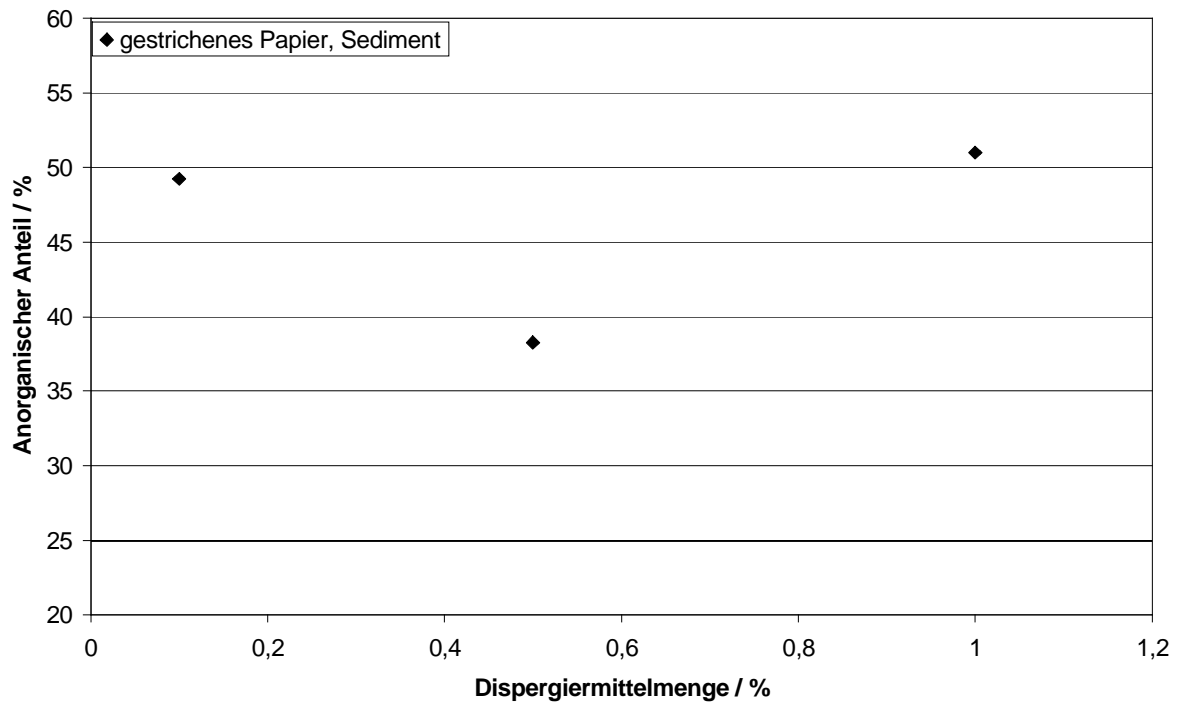


Abbildung 3-15: Einfluss der Dispergiertmittelkonzentration während der thermo-mechanischen Vorbehandlung auf den anorganischen Anteil des Sediments nach der Trennung in der Sedimentationszelle

Nachdem die Untersuchungen zur Vorbehandlungen abgeschlossen waren, wurden die Vorbehandlungsparameter auf die in **Tabelle 3-2** angegebenen Einstellungen festgelegt. Ein Überblick des überarbeiteten Verfahrensaufbau des gesamten Prozesses von der Suspension bis zur Trennung ist in **Abbildung 3-16** dargestellt.

Tabelle 3-2: Vorbehandlung der Modellsuspensionen

Gerät	Temperatur	Dauer	Füllmenge je Knetversuch	Chemikalie	Chemikaliendosis (bezogen auf anorg. Anteil)
Beken-Knetter	90 °C	20 min	900 g	PolyStabil AN	0,5 %

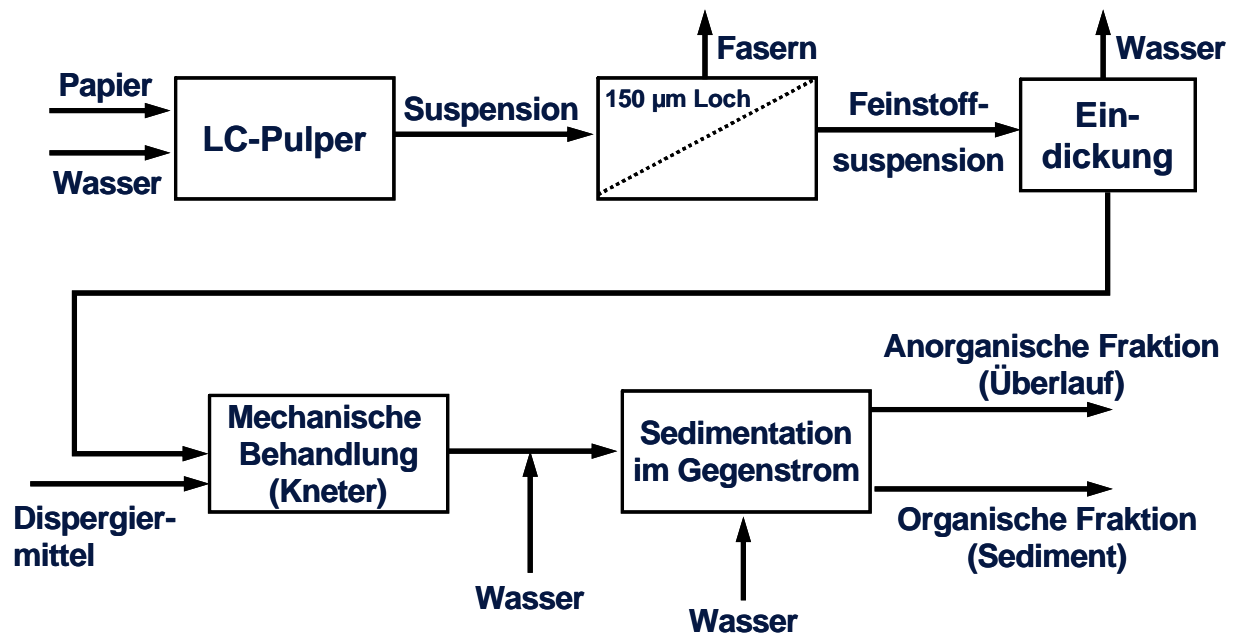


Abbildung 3-16: Prozessschema der Aufbereitung und sedimentativ behandelten Modellsuspensionen

Gemäß den Arbeitspaketen 3 und 6 (siehe Kapitel 2.3) wurden die wichtigsten Betriebsparameter des sedimentativen Trennprozesses festgestellt. Neben den Strömungsverhältnissen in der Sedimentationszelle spielt gerade der Anteil an Faserfeinstoffen einen wichtigen Einfluss, wie in **Abbildung 3-17** zu sehen ist.

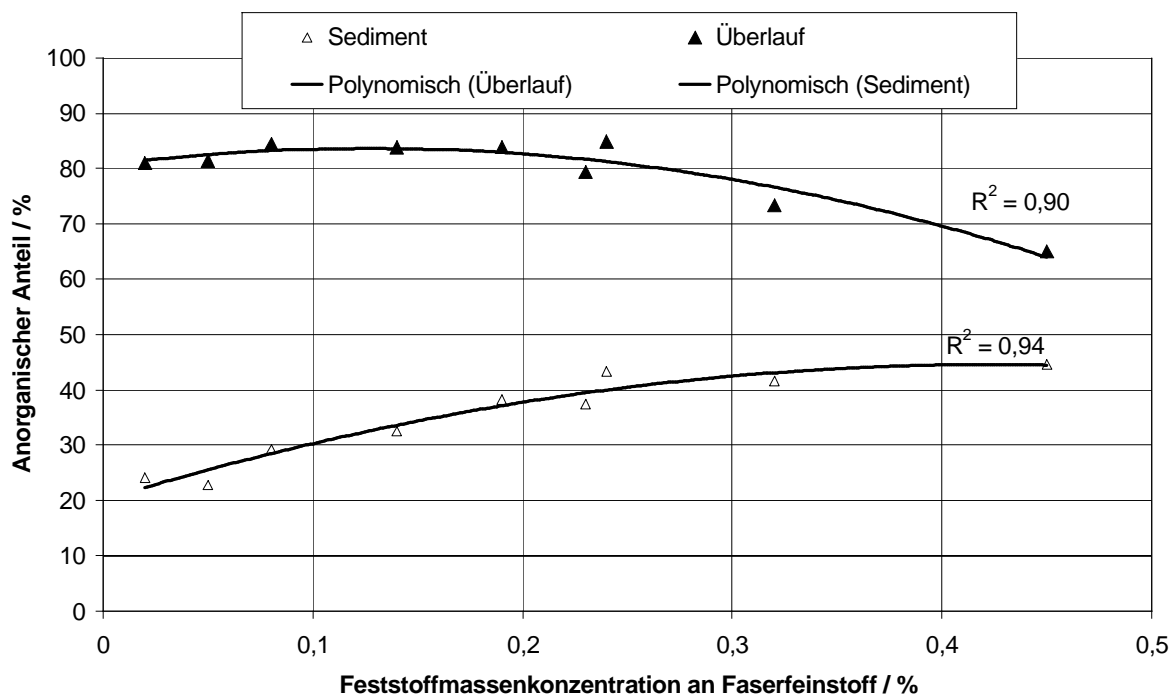


Abbildung 3-17: Anorganische Anteile im Sediment und Überlauf vom gestrichenen und ungestrichenen Papier nach der Trennung in der Sedimentationszelle in Abhängigkeit vom Faserfeinstoffgehalt

Die Abreicherung an anorganischen Feinstoffen im Sediment wird mit zunehmender Faserfeinstoffmenge schlechter. Dies lässt sich einfach durch ein verstärktes Flockungsverhalten mit zunehmender Faserfeinstoffmenge erklären. Je mehr Faserfeinstoffe vorhanden sind, desto stärker und schneller beginnen diese zu flocken. Es entstehen keine größere Flocken, sondern mehr Flocken. Dies deckt sich mit der Beobachtung von Butler und Shaqufeh [14], bzw. Herzhaft und Guazelli [15], die ebenfalls erwähnen, dass die Flocken nur bis zu einer gewissen Größe wachsen und dann immer wieder Fasern hinzukommen und abgeschert werden. Dabei schließen die Flocken anorganische Feinstoffe aus der Umgebung ein bevor diese von den Faserfeinstoffen getrennt werden. Die eingeschlossenen anorganischen Feinstoffe sind der Strömung fast nicht mehr ausgesetzt und werden somit auch nicht aus dem System ausgeschleust. Um diese anorganischen Feinstoffe abzutrennen, müssen die Faserfeinstoffflocken wieder aufgeschlagen werden. Die Anreicherung an anorganischen Feinstoffen im Überlauf nimmt mit zunehmendem Faserfeinstoffgehalt ab, da sich Faserfeinstoffe gegenseitig beim Sinken behindern. Das Sediment wächst dabei immer weiter Richtung Überlauf bis es den Überlauf erreicht. Dies lässt sich durch einen kontinuierlichen Betrieb beseitigen. Die Anreicherung anorganischer Feinstoffe im Überlauf nimmt aber bei geringen Faserfeinstoffkonzentrationen, d. h. in dieser

Sedimentationszelle bei Faserfeinstoffkonzentrationen unter 0,05 %, wieder ab. Die Auftreffwahrscheinlichkeit der Faserfeinstoffe wird umso geringer, je niedriger ihre Konzentration ist. Dadurch gelangen einige Faserfeinstoffe in keinen Flockenverbund oder nur in zu kleine Flockenverbunde und werden mit der Strömung im Überlauf also mit den anorganischen Feinstoffen ausgetragen. Die Konzentration der Faserfeinstoffe in der Suspension ist dadurch, dass die Flockenbildung entscheidend für den Trennerfolg der sedimentativen Trennung ist, ein äußerst wichtiger Parameter.

### 3.3 Modellierung des Sedimentationsverhaltens

Neben grundlegenden Experimenten ist gemäß Arbeitspaket 5 (siehe Kapitel 2.3) die mathematische Modellierung und numerische Simulation ein Hauptbestandteil für die Untersuchungen. Dazu wird die Methode der Stokesian Dynamics vorgestellt. Die Herausforderungen hierbei sind unter anderem die Betrachtung der Partikelwechselwirkungen sowie der Einfluss der Faserorientierung. Zunächst wird die Simulation an wenigen Partikeln verifiziert, um dann die Phänomene mit vielen Partikeln studieren zu können.

Das die Fasern und Partikel umgebende Fluid wird als newtonsch und inkompressibel angenommen. Zur mathematischen Beschreibung gelten daher die bekannten Navier-Stokes Gleichungen:

$$-\frac{\partial \mathbf{v}^F}{\partial t} + (\mathbf{v}^F \cdot \nabla) \mathbf{v}^F = -\nabla p^F + \frac{1}{\text{Re}} \Delta \mathbf{v}^F + \mathbf{f}, \quad (3.1)$$

$$\nabla \cdot \mathbf{v}^F = 0. \quad (3.2)$$

Unter der Annahme kleiner Reynoldszahlen (Re), welche bei der Sedimentation kleiner Partikel in Wasser ihre Gültigkeit besitzt, können die Gleichungen (3.1) und (3.2) zu den stationären Stokes Gleichungen vereinfacht werden:

$$-\Delta \mathbf{v}^F + \nabla p^F = \mathbf{f}, \quad (3.3)$$

$$\nabla \cdot \mathbf{v}^F = 0. \quad (3.4)$$

Bis auf wenige Spezialfälle sind diese Gleichungen nur numerisch und nicht analytisch lösbar. Stokes [18] entwickelte die bekannte analytische Formel für die Geschwindigkeit einer langsam sedimentierenden Kugel:

$$\mathbf{v}^{\text{ST}} = \frac{(\rho^s - \rho^f) \cdot \mathbf{a}^2}{18\mu^f} \mathbf{g}. \quad (3.5)$$

Die Sedimentation mehrerer Teilchen analytisch zu beschreiben, ist allerdings nicht möglich. Bei diesen Fragestellungen ist ein geeignetes mathematisches Modell zur numerischen Simulation zu entwickeln. Die Stokesian Dynamics, wie sie von Brady und Bossis [19] beschrieben wird, erlaubt es die Sedimentation mehrerer Kugeln zu berechnen. An dieser Stelle sollen nur die wichtigsten Zwischenergebnisse der Herleitung wiederholt werden, für die genaue Herleitung sei auf die Literatur insbesondere auf Brady und Bossis [19] und Durlofsky et al. [20] verwiesen. Grundlage dieser Methode ist die Integraldarstellung der Lösung der stationären Stokes Gleichungen (3.3) und (3.4). Mit Hilfe einer Multipolentwicklung dieser Integraldarstellung, kann nun die Störgeschwindigkeit  $v_\alpha^D$ , die durch ein Partikel  $\alpha$  erzeugt wird, in Abhängigkeit der Kraft  $F_\alpha$  und dem Moment  $T_\alpha$  angenähert werden.

Neben dem Einfluss des Fluids spielen die Einflüsse aller umgebenden Partikel  $\beta$  ebenfalls eine wichtige Rolle. Die Betrachtung aller hydrodynamischen Einflüsse ist über die sogenannten Faxen-Laws (3.6), (3.7) möglich:

$$\mathbf{v}_\alpha = -\frac{\mathbf{F}_\alpha}{6\pi\mu^f \mathbf{a}} + \left(1 + \frac{1}{6} \mathbf{a}^2\right) \mathbf{v}'(\mathbf{z}_\alpha), \quad (3.6)$$

$$\boldsymbol{\omega}_\alpha = -\frac{\mathbf{T}_\alpha}{8\pi\mu^f \mathbf{a}^3} + \frac{1}{2} \nabla \times \mathbf{v}'(\mathbf{z}_\alpha). \quad (3.7)$$

Dabei bezeichnet  $\mathbf{v}'(\mathbf{z}_\alpha) = \sum_{\beta \in \text{Partikel}, \beta \neq \alpha} \mathbf{v}_\beta^D(\mathbf{z}_\alpha)$ , die Summe über die Geschwindigkeiten aller Partikel am Ort  $\mathbf{z}_\alpha$ , mit Ausnahme des betrachteten Partikels  $\alpha$ . Sie koppeln die Geschwindigkeit  $\mathbf{v}_\alpha$  und die Winkelgeschwindigkeit  $\boldsymbol{\omega}_\alpha$  eines Partikels mit der Kraft  $\mathbf{F}_\alpha$  und dem Moment  $\mathbf{T}_\alpha$  des Fluids und mit der Summe der Störgeschwindigkeiten aller anderen Partikel  $\mathbf{v}'(\mathbf{z}_\alpha)$ , die durch das Fluid übertragen wird. Dies führt zu einem Gleichungssystem zwischen Geschwindigkeit und Winkelgeschwindigkeit aller Partikel und den Kräften und Momenten, die auf diese Partikel wirken. Die Systemmatrix  $\mathbf{M}$  wird als Mobility-Matrix bezeichnet (3.8).

$$\begin{pmatrix} \mathbf{v}_{\alpha_1} \\ \mathbf{v}_{\alpha_2} \\ \vdots \\ \boldsymbol{\omega}_{\alpha_1} \\ \boldsymbol{\omega}_{\alpha_2} \\ \vdots \end{pmatrix} = \mathbf{M} \cdot \begin{pmatrix} \mathbf{F}_{\alpha_1} \\ \mathbf{F}_{\alpha_2} \\ \vdots \\ \mathbf{T}_{\alpha_1} \\ \mathbf{T}_{\alpha_2} \\ \vdots \end{pmatrix} \quad (3.8)$$

Dieses Gleichungssystem gilt es nun unter Kenntnis der Geschwindigkeiten und Winkelgeschwindigkeiten in geeigneter Weise zu lösen, um die Kräfte und Momente zu erhalten, die auf die einzelnen Partikel wirken. Daraus werden dann jeweils mit Hilfe der Newtonschen Bewegungsgleichungen eine neue Geschwindigkeit und Winkelgeschwindigkeit für die Partikel berechnet. Wegen der Gültigkeit dieser Methode für Kugeln einer Größe wird eine Faser als Kugelskette simuliert.

Bei einem ersten Experiment mit wenigen Kugeln, werden diese in die Ecken eines Würfels unter Variation der Kantenlänge positioniert. Man erkennt ein periodisches Sedimentationsverhalten, in dem sich jeweils die oberen Kugeln im Windschatten der unteren annähern, diese überholen und schließlich in Ihre Ausgangsposition zurückbewegen. **Abbildung 3-18** zeigt die erste z-Position, bei der alle Partikel in der gleichen Ebene liegen, in guter Übereinstimmung mit den Ergebnissen von Durlofsky et al. [20].

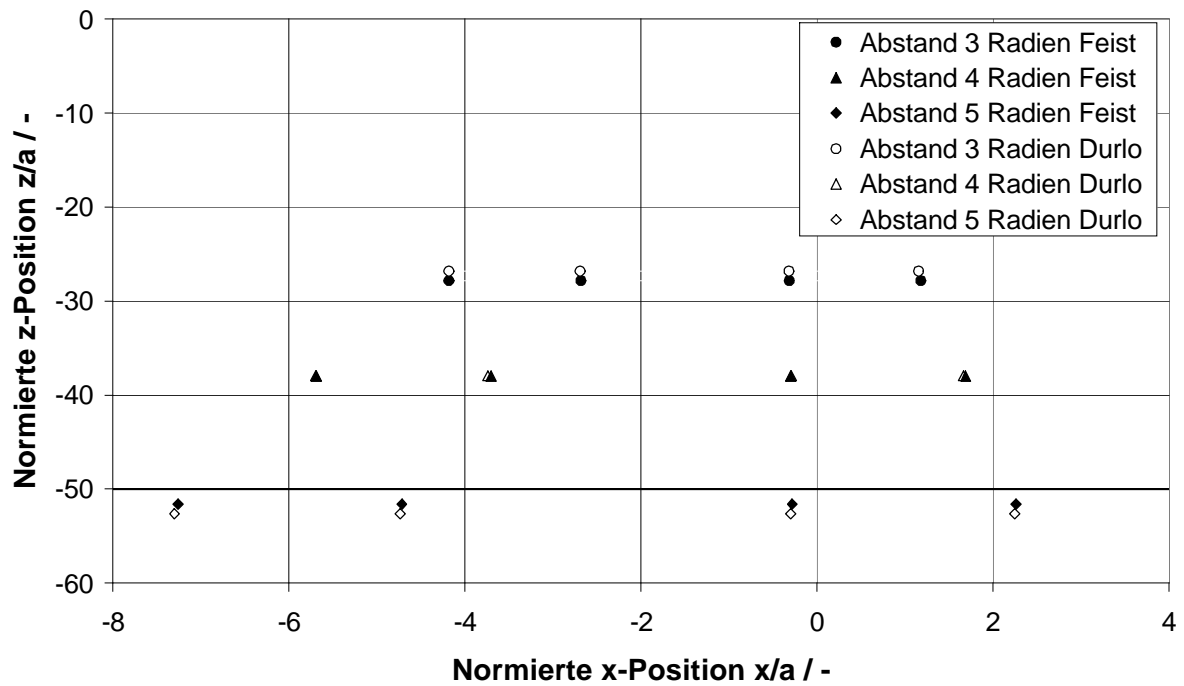


Abbildung 3-18: x-z-Projektion der Kugelmittelpunkte, die in den Ecken eines Quaders mit Kantenlängen 3, 4 oder 5 Radien gestartet sind. Es ist die Position der Kugeln aufgetragen, wenn Sie sich das Erste mal in einer Höhe befinden

**Abbildung 3-19** zeigt das Ergebnis eines Experiments, welches eine nicht periodische Anfangssituation hat. Es ist ebenfalls eine gute Übereinstimmung im Vergleich zu Durlofsky et al. [20] zu erkennen.



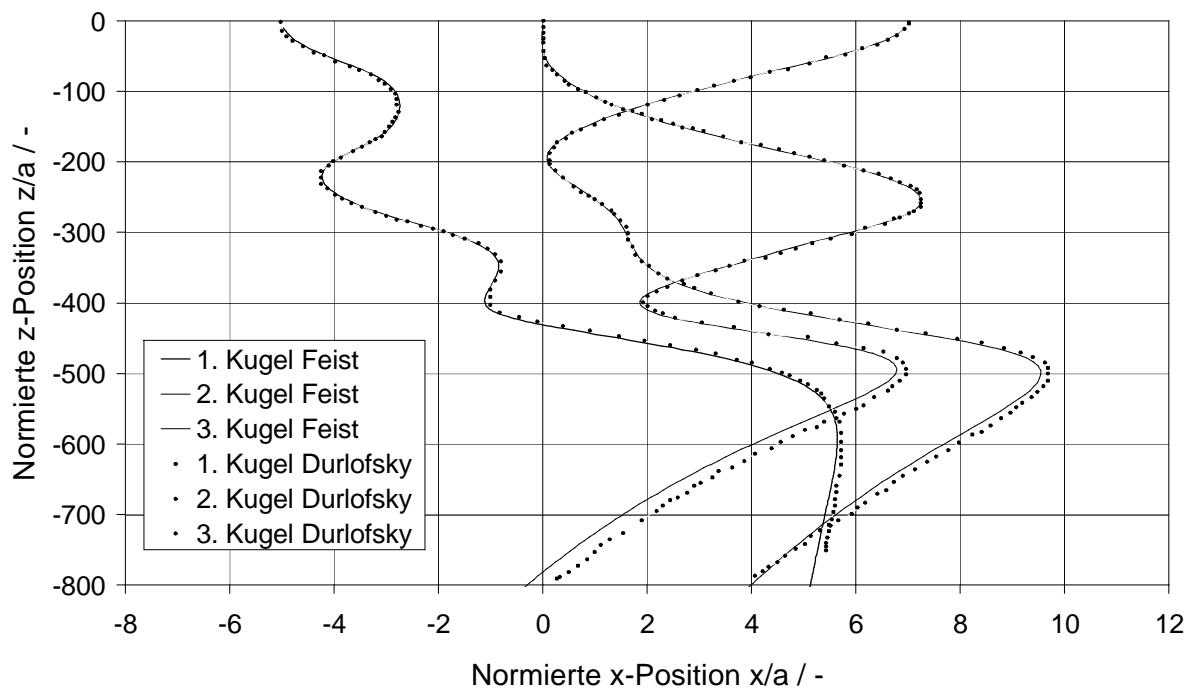


Abbildung 3-19: x-z-Projektion der Trajektorien der Mittelpunkte von drei Kugeln, die in den Positionen  $(-5,0,0)$ ,  $(0,0,0)$ ,  $(7,0,0)$ , gestartet werden

Die Stokesian Dynamics sind in der hier beschriebenen Form nur für Kugeln gültig. Daher werden die Fasern als Kugelketten modelliert. Das Verhalten von zwei Fasern mit einem Länge zu Durchmesser Verhältnis von zwei wurde mit einer Ellipsensedimentation von Claeys und Brady [21] verglichen. Man stellt fest, dass die Fasern qualitativ das richtige Verhalten zeigen, vgl. **Abbildung 3-20**.

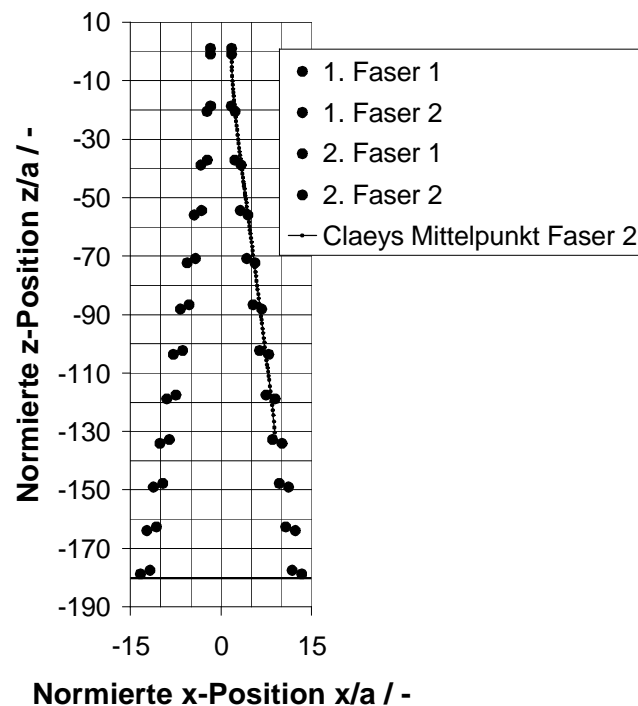


Abbildung 3-20: Sedimentation zweier Fasern, im Vergleich mit Claeys and Brady [21], mit einem Verhältnis von Länge zu Durchmesser von 2. Der Anfangsabstand beträgt 3.5 Radien

Quantitativ ist das Verhalten ein wenig anders. Dies ist darauf zurückzuführen, dass beim Kugelmodell der Fehler umso größer wird, je weniger Kugeln eine Faser abbilden, während mit Ellipsen eine exakte Lösung möglich ist. Allerdings wird das Kugelmodell genauer, je größer das Längen zu Durchmesser Verhältnis ist. Leider ist bisher nur das Verhalten von Partikeln und von wenigen Fasern berechenbar, so dass das Programm noch nicht zur Optimierung einer realen Trennung herangezogen werden kann. Allerdings konnte der in der Literatur beschriebene Effekt der Clusterbildung von Fasern, siehe Herzhaft und Guazelli [15] sowie Butler und Shaqfeh [14], schon erkannt werden.

### 3.4 Optimierung des Trennprozesses

Nach den Ergebnissen aus den Arbeitspaketen 1 bis 4 (siehe Kapitel 2.3) wurde gemäß Arbeitspaket 6 die Sedimentationszelle optimiert. Ziel des Neubaus war, einen kontinuierlichen Betrieb des Trennprozesses zu ermöglichen und die Strömungsverhältnisse in Sedimentationszelle zu verbessern. Als neue Form der Sedimentationszelle wurde ein Konus gewählt, da die Keilform der alten Zelle keine gleichmäßigen Strömungsverhältnisse über die Breite und Tiefe

einer Strömungsebene ermöglicht. Aus Erfahrungen am MVM mit einer Aufstromklassierung zur Diamantstaubklassierung wurde eine Sedimentationszelle wie in **Abbildung 3-21** gebaut.

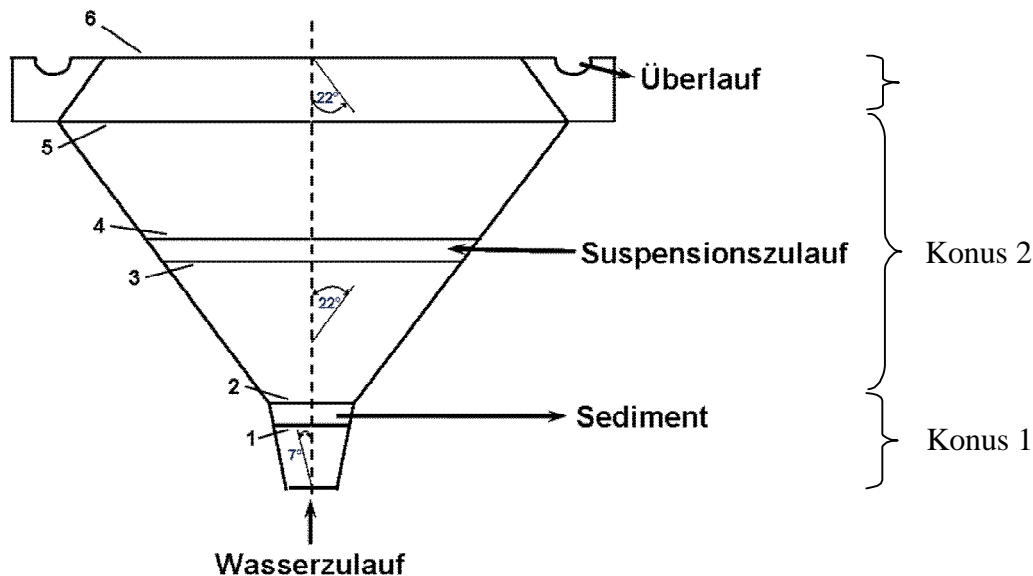


Abbildung 3-21: Schematische Darstellung der konischen Sedimentationszelle

Die Zelle besitzt einen nach unten sich verjüngenden Konus (Konus 2) mit einer Steigung von  $22^\circ$ . In die Mitte dieses Konus wird die zu trennende Suspension über 4 Öffnungen, die in gleichen Abständen rund um den Konus verteilt sind, eingeleitet. Am unteren Ende dieses Konus schließt sich ein weiterer Konus (Konus 1) mit einer Steigung von  $7^\circ$  an. Am unteren Ende des  $7^\circ$  Konus wird das Wasser, welches den Aufstrom erzeugt, eingeleitet. Am oberen Ende des  $7^\circ$  Konus wird das sich bildende Sediment, welches vor allem die Faserfeinstoffe enthält, über einen Ring mit 12 Öffnungen abgezogen. Am oberen Ende des  $22^\circ$  Konus, der Beruhigungszone mit nahezu laminarem Strömungsprofil und über die Fläche annähernder fast einheitlicher Strömgeschwindigkeit, schließt sich ein Gegenkonus (Konus 3) mit ebenfalls  $22^\circ$  Steigung an. In diesem Gegenkonus erhöht sich bis zum Überlauf wieder die Strömgeschwindigkeit. Feinstoffe, die eine geringere Sinkgeschwindigkeit als die Strömgeschwindigkeit am oberen Ende der Beruhigungszone haben, werden wieder nach oben beschleunigt und gelangen in den Überlauf, der über eine Ablaufrinne rund um die Zelle abgeführt wird. Dadurch wird das Entstehen von Wirbeln verhindert, die beim Auslaufen über einen freien Rand an der größten Querschnittsfläche entstehen würden. Somit wird im oberen Bereich des Trichters eine Vermischung der Schichten vermieden, die sich negativ auf die Trennschärfe auswirken würde. Die Querschnittsflächen an den Ebenen 1 bis 6 sind in **Tabelle 3-3** aufgelistet.

Tabelle 3-3: Radien und Querschnittsflächen der konischen Sedimentationszelle in den 6 Ebenen

Ebene	Radius / mm	Querschnittsfläche / mm <sup>2</sup>
1	118	10.936
2	124	12.076
3	199	31.103
4	218	37.325
5	294	67.887
6	257	51.875

Beim Bau der neuen Sedimentationszelle war nicht klar, welcher Winkel zum Einströmen der Suspension am besten geeignet ist. Aus diesem Grund wurden drei Zulaufsegmente gebaut. Eines realisierte eine Einströmung gegen den Aufstrom, eines eine Einströmung senkrecht zum Aufstrom und eines eine Einströmung mit dem Aufstrom. Im Folgenden wird die Einströmung gegen den Aufstrom mit „nach unten“, die Einströmung senkrecht zum Aufstrom mit „gerade“ und die Einströmung mit dem Aufstrom mit „nach oben“ bezeichnet.

Für die Optimierungsphase der Betriebsparameter wurden die Parameter Volumenstrom Wasserzulauf, Volumenstrom Suspensionszulauf, Volumenstrom Sediment und Feststoffkonzentration der Suspension in den in **Tabelle 3-4** aufgelisteten Grenzen variiert. Zusätzlich wurde der Einströmwinkel der Suspension in die drei Richtungen „nach unten“, „gerade“ und „nach oben“ verändert.

Tabelle 3-4: Variation der Betriebsparameter der konischen Sedimentationszelle während der Optimierungsphase

Parameter	Untere Grenze	Obere Grenze	Angestrebte Schrittweite
Volumenstrom Wasserzulauf / l/min	2	6	1
Volumenstrom Suspensionszulauf / l/min	0,5	2,5	0,5
Volumenstrom Sediment / l/min	0,5	2,5	0,5
Feststoffkonzentration der Suspension / %	0,2	0,8	0,15

In der Optimierungsphase zur Bestimmung geeigneter Betriebsparameter wurde nur das ungestrichene Papier eingesetzt. Es wurden Versuchsreihen mit 90 Versuchspunkten, je 30 pro Einströmwinkel, geplant und durchgeführt. Von jedem Versuchspunkt wurden eine Probe der Ausgangssuspension, eine Probe des Sediments und eine Probe des Überlaufs genommen. Alle Proben wurden über aschefreie Filter filtriert und im TGA auf ihren anorganischen Anteil untersucht. Als Wasser für den Zulauf von unten, welches den Aufstrom erzeugt, wurde ausschließlich Frischwasser eingesetzt.

In den **Abbildungen 3-22** und **3-23** sind die anorganischen Anteile in den Überläufen und in den Sedimenten bei Variation des Einströmwinkels zu sehen. In beiden Abbildungen sind je Einströmwinkel drei Messpunkte aufgetragen. Die Feststoffkonzentration des ungestrichenen Papiers wurde auf 0,35 % eingestellt. Bei den Messpunkten der Abbildung 3-22 betrug der Volumenstrom Suspensionszulauf etwa 1 l/min und der Volumenstrom Sediment ca. 1,4 l/min. Der Volumenstrom Wasserzulauf wurde zwischen 1,4 l/min und 6 l/min variiert.

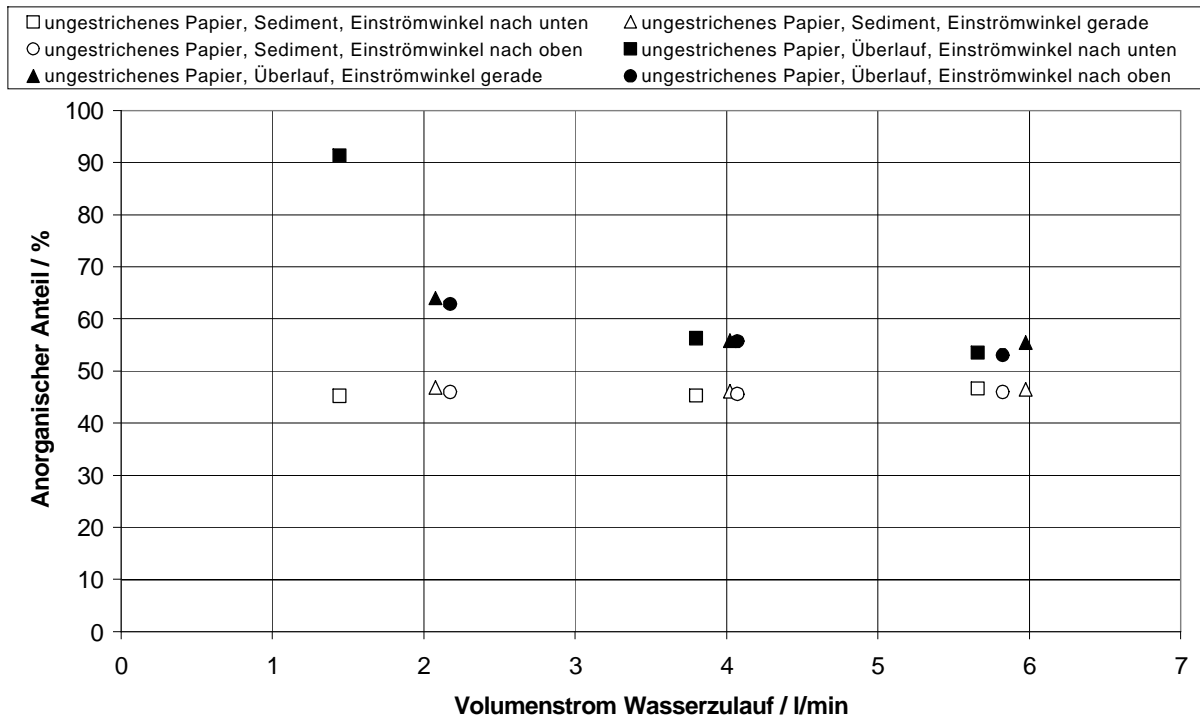


Abbildung 3-22: Einfluss des Winkels auf das Trennergebnis

Für die Messpunkte der Abbildung 3-23 wurden der Volumenstrom Wasserzulauf bei etwa 4 l/min und der Volumenstrom Sediment bei ca. 1,4 l/min festgehalten. Der Volumenstrom Suspensionszulauf wurde zwischen 0,3 l/min und 2,4 l/min variiert.

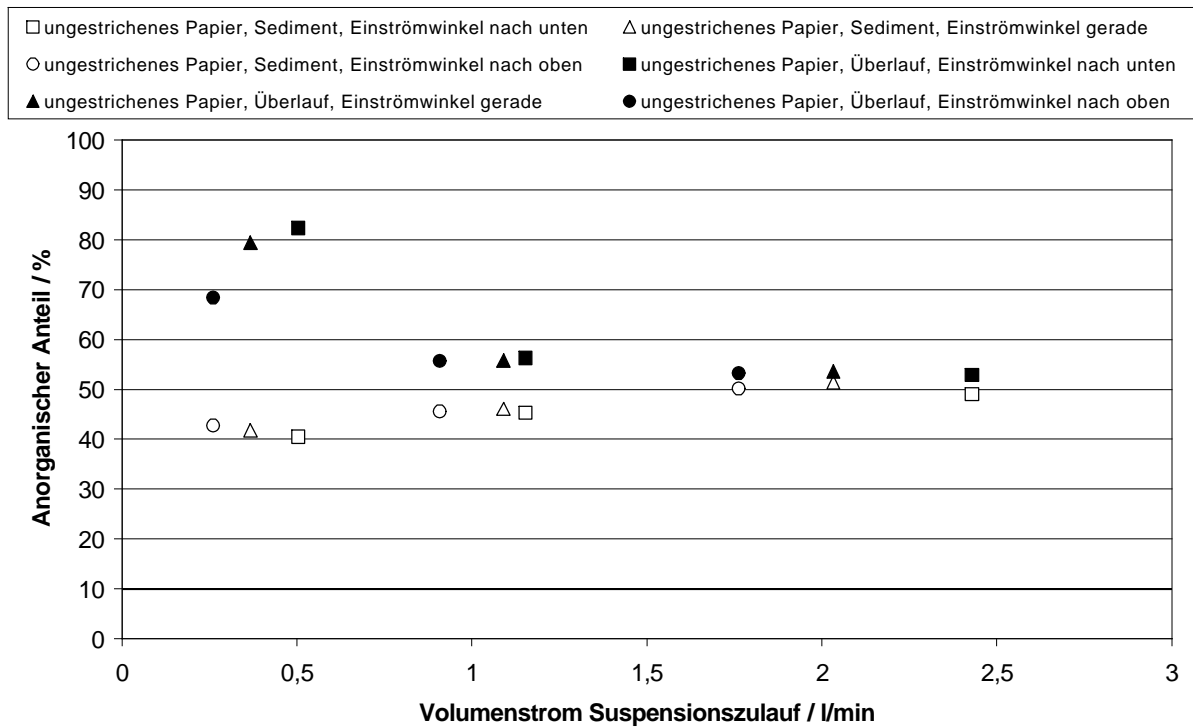


Abbildung 3-23: Einfluss des Winkels auf das Trennergebnis

In beiden Abbildungen ist zu erkennen, dass der Einströmwinkel nur bei niedrigen Volumenströmen Wasserzulauf oder bei niedrigen Volumenströmen Suspensionszulauf einen geringen Einfluss zeigt. Anhand dieser Ergebnisse ist ein nach unten gerichteter Einströmwinkel zu bevorzugen.

In **Abbildungen 3-24** sind mehrere Messpunkte bei konstant gehaltenen Volumenströmen Wasserzulauf und Sediment dargestellt. Der Volumenstrom Wasserzulauf betrug bei den Messpunkten ungefähr 3 l/min und der Volumenstrom Sediment etwa 0,9 l/min. Der Volumenstrom Suspensionszulauf wurde zwischen 0,3 l/min und 1,7 l/min variiert. Die Feststoffkonzentration (SD) betrug bei den runden Messpunkten 0,35 % und bei den viereckigen Messpunkten 0,65 %. Da der Einströmwinkel kaum einen Einfluss gezeigt hat, sind bei den runden und bei den viereckigen Messpunkten je zwei Messpunkte mit Einströmwinkel nach unten, je zwei Messpunkte mit Einströmwinkel gerade und je zwei Messpunkte mit Einströmwinkel nach oben.

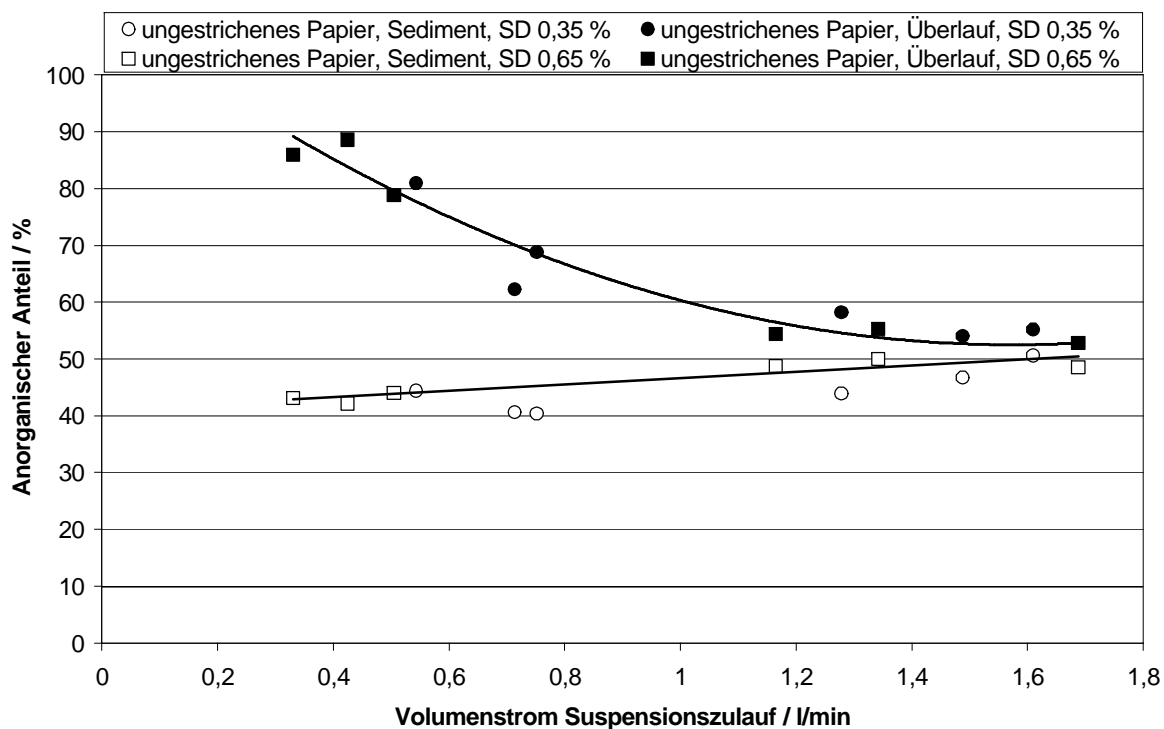


Abbildung 3-24: Einfluss des Volumenstroms Suspensionszulauf auf das Trennergebnis

In der Abbildung ist eindeutig zu erkennen, dass mit zunehmendem Volumenstrom Suspensionszulauf sich die Trennung verschlechtert. Ab einem Volumenstrom von 1,2 l/min kann nicht mehr von einer Trennwirkung gesprochen werden. Bei der Trennung war eindeutig zu beobachten, dass sich auch bei einem Volumenstrom Suspensionszulauf von 1,2 l/min und höher Flocken bildeten. Die Flockenzahl war aber so groß, dass sich die Flocken gegenseitig behinderten und gleichermaßen im Überlauf und Sediment landeten. Für eine gute Trennung ist in dieser Zelle, bei den in **Tabelle 3-5** aufgelisteten Einstellungen, ein Volumenstrom des Suspensionszulaufs kleiner 1 l/min zu wählen.

Tabelle 3-5: Einstellungen der Parameter

Parameter	Einstellung
Volumenstrom Wasserzulauf / l/min	3,0
Volumenstrom Sediment / l/min	0,9
Feststoffgehalt (SD) / % Entsprechender Faserfeinstoffgehalt / %	zwischen 0,35 und 0,65 zwischen 0,16 und 0,31



In **Abbildung 3-25** sind dieselben Messpunkte wie in **Abbildung 3-23** dargestellt. Die Messpunkte der Überläufe und Sedimente sind hier über dem Verhältnis des Volumenstroms Suspensionszulauf zum Volumenstrom Wasserzulauf aufgetragen. Bei allen Versuchspunkten in dieser **Abbildung** war der Volumenstrom Wasserzulauf konstant, nur der Volumenstrom Suspensionszulauf wurde verändert. Mit Verhältnis und somit mit steigendem Volumenstrom Suspensionszulauf verschlechtert sich das Trennergebnis, da die gegenseitige Behinderung der Flocken mit wachsender Flockenzahl zunimmt.

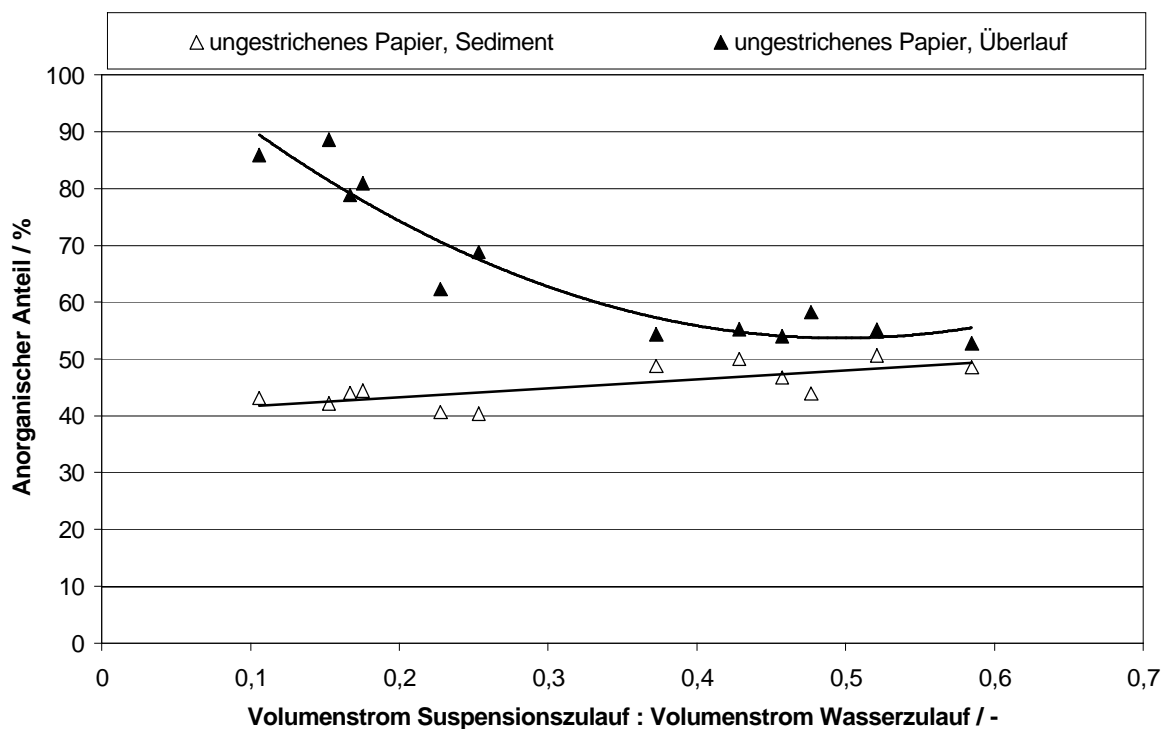


Abbildung 3-25: Einfluss des Verhältnisses Volumenstrom Suspensionszulauf zu Volumenstrom Wasserzulauf auf das Trennergebnis

In **Abbildung 3-26** sind die anorganischen Anteile aller 90 Versuchspunkte über dem Volumenstrom Suspensionszulauf aufgetragen. Der Trend, dass sich mit zunehmendem Volumenstrom Suspensionszulauf die Trennung verschlechtert, ist auch in dieser **Abbildung** eindeutig zu erkennen. Je geringer die Feststoffkonzentration und somit auch die Faserfeinstoffkonzentration, umso besser wird das Trennergebnis. Die Beobachtungen während der Trennversuche zeigten aber deutlich, dass eine Mindestkonzentration an Faserfeinstoffen für die Flockenbildung und somit für die Sedimentbildung nötig ist. Diese wurde mit den Kenntnissen aus den früheren Versuchen bei diesen 90 Versuchspunkten nie unterschritten.

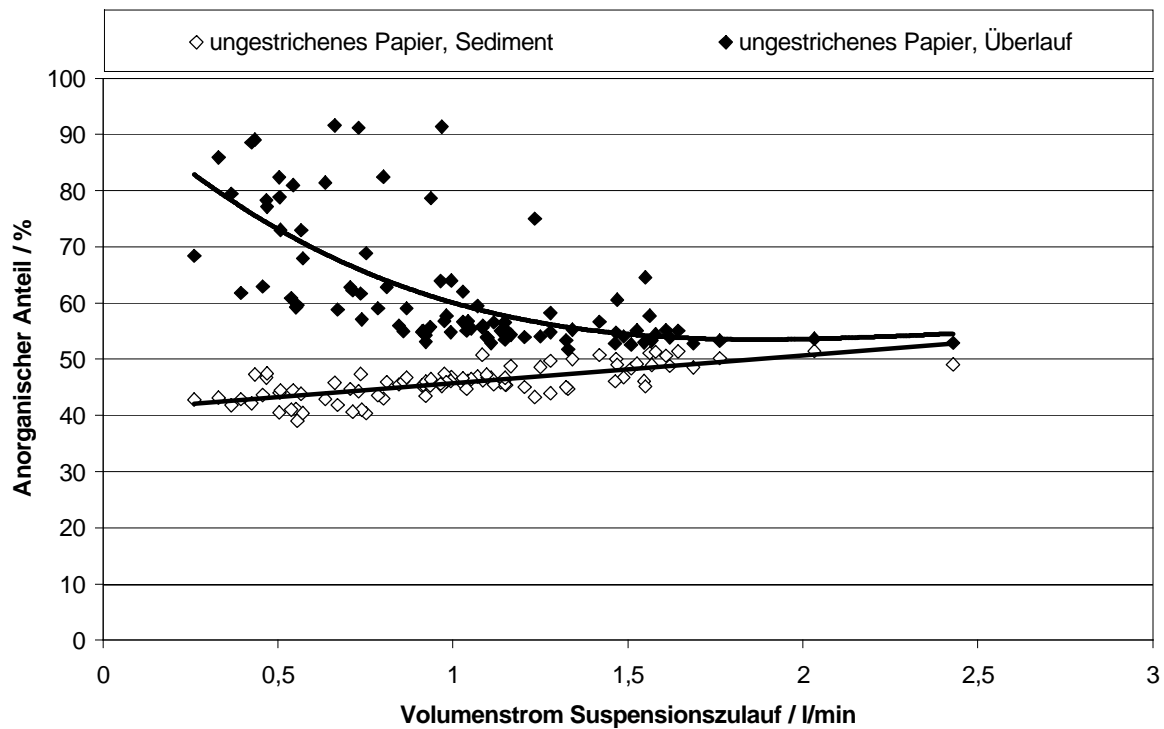


Abbildung 3-26: Anorganische Anteile der 90 Versuchspunkte aufgetragen über dem Volumenstrom Suspensionszulauf

In den **Abbildungen 3-27** und **3-28** ist der Einfluss des Volumenstroms Sediment dargestellt. Bei den Messpunkten in Abbildung 3-27 wurden Volumenströme für den Wasserzulauf von etwa 3 l/min und für den Suspensionszulauf um 0,6 l/min erreicht. Bei den Messpunkten in Abbildung 3-28 wurden Volumenströme für den Wasserzulauf von etwa 5 l/min und für den Suspensionszulauf um 0,6 l/min erreicht. Die Feststoffkonzentration der runden Messpunkte betrug 0,35 % und die der quadratischen Messpunkte 0,65 %.

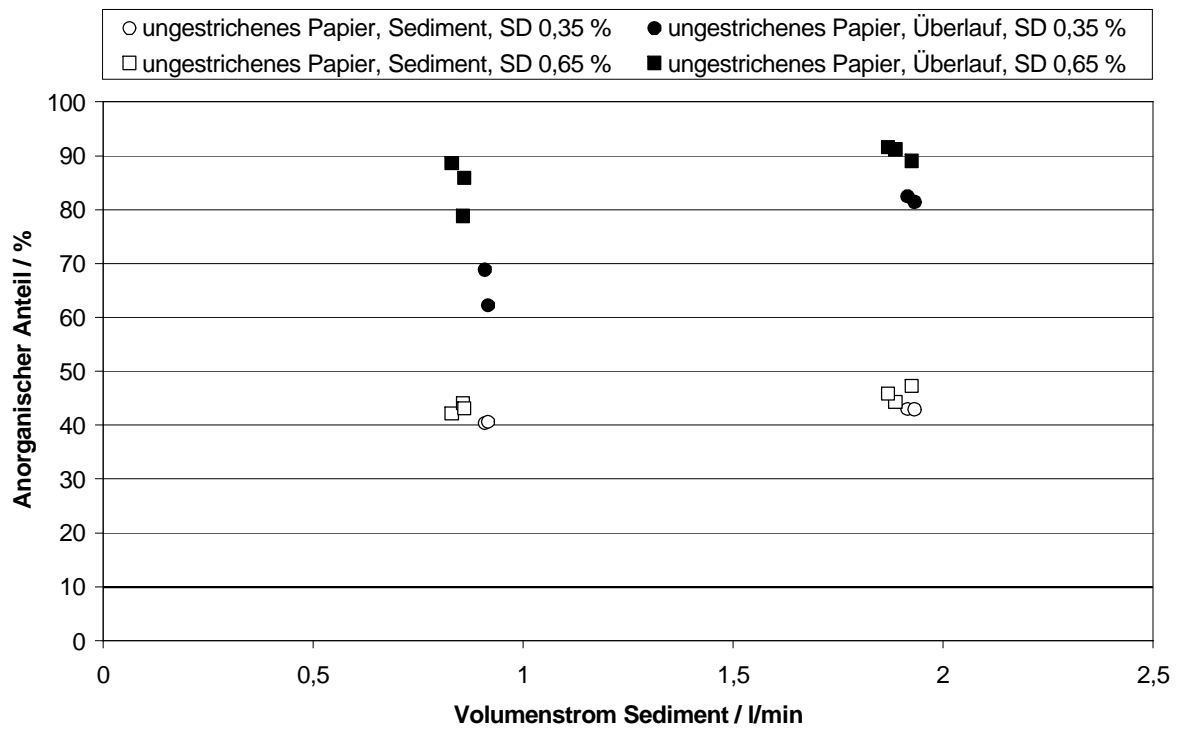


Abbildung 3-27: Einfluss des Volumenstroms Sediment auf das Trennergebnis

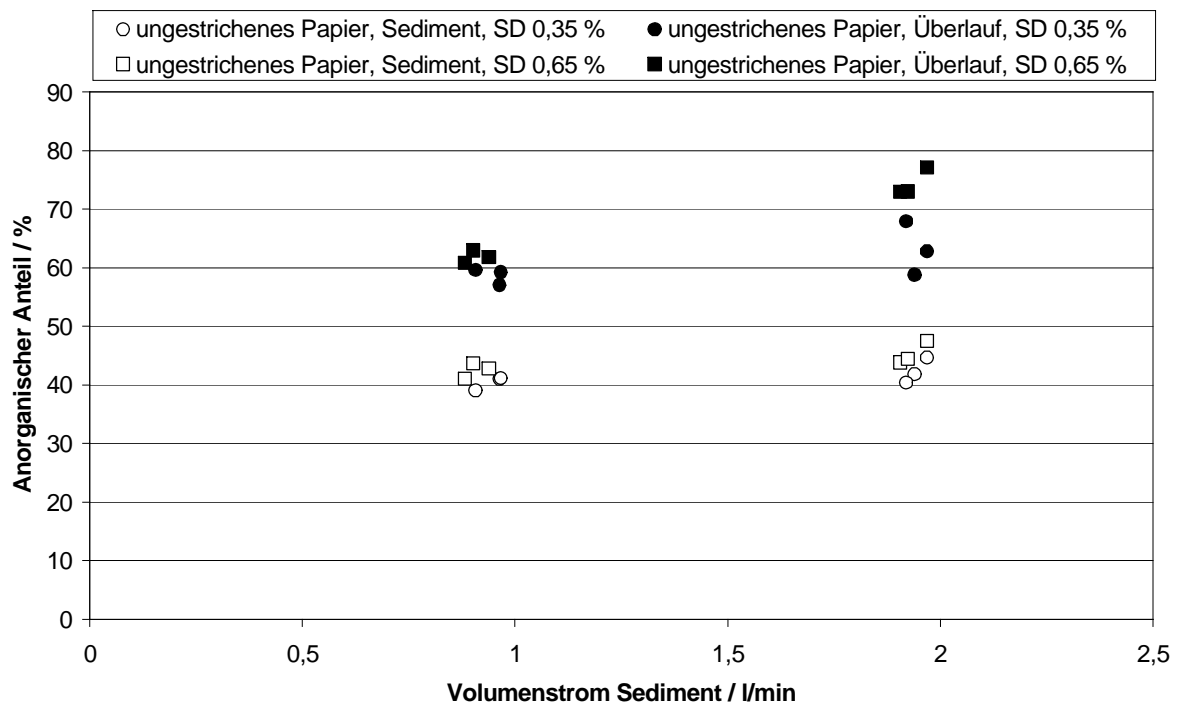


Abbildung 3-28: Einfluss des Volumenstroms Sediment auf das Trennergebnis

In beiden Abbildungen zeigt sich, dass mit zunehmendem Volumenstrom im Sediment die Anreicherung an anorganischen Partikeln im Überlauf zunimmt aber auch die Abreicherung an

anorganischen Partikeln im Sediment abnimmt. Da mit einem zunehmenden Volumenstrom Sediment mehr Sediment abgezogen wird, werden mehr Faserfeinstoffe aber auch mehr anorganische Feinstoffe abgezogen. In den Überlauf gelangen deswegen aber nicht mehr Faserfeinstoffe, sondern weniger, da von der Gesamtheit der Faserfeinstoffe mehr mit dem Sediment abgezogen werden.

Setzt man den Volumenstrom Sediment ins Verhältnis mit dem Volumenstrom Suspensionszulauf, wie es in den **Abbildungen 3-29** und **3-30** dargestellt ist, erkennt man, dass mit zunehmenden Verhältnis der Anteil an anorganischen Feinstoffen im Überlauf steigt. Der Anteil an anorganischen Feinstoffen im Sediment sinkt mit wachsendem Verhältnis bis zu einem Verhältnis von 3. Bei Verhältnissen über 4 steigt der anorganische Anteil im Sediment wieder.

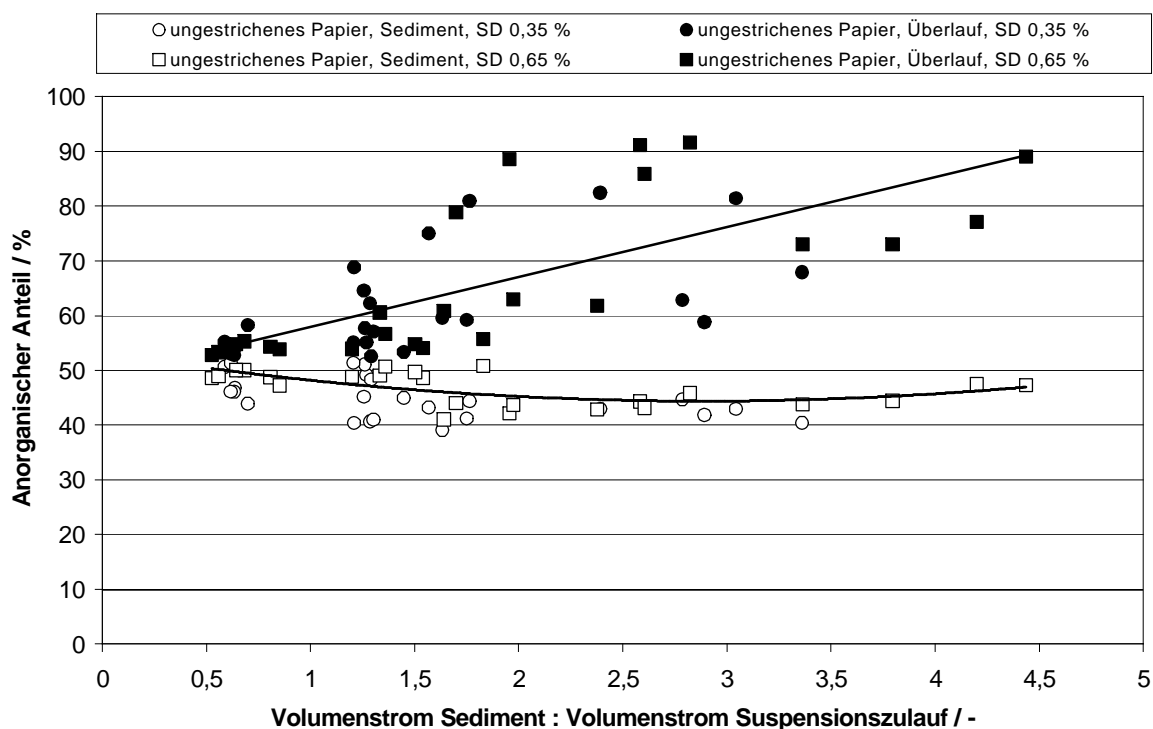


Abbildung 3-29: Einfluss des Volumenstroms Sediment auf das Trennergebnis

Abbildung 3-30 zeigt, dass der anorganische Anteil im Überlauf nicht nur vom Verhältnis Volumenstrom Sediment zu Volumenstrom Suspensionszulauf abhängt, sondern auch vom Volumenstrom Wasserzulauf. In der Abbildung sind die anorganischen Anteile über dem Verhältnis Volumenstrom Sediment zu Volumenstrom Suspensionszulauf bei Volumenströmen Wasserzulauf von 3 l/min und 5 l/min aufgetragen. Die Feststoffkonzentration in der eingeleiteten Feinstoffsuspension enthielt bei der einen Hälfte der Messpunkte 0,35 % und bei der anderen Hälfte

0,65 %. Mit höherem Wasservolumen, also mit höherer Strömgeschwindigkeit in der Sedimentationszelle, wird die Trennung schlechter. Die Abreicherung des Sediments an anorganischen Feinstoffen ist bei einem Volumenstrom des Wasserzulaufs von 3 l/min und 5 l/min gleich. Die Anreicherung des Überlaufs an anorganischen Feinstoffen ist bei 3 l/min aber deutlich besser als bei 5 l/min. Bei höherem Wasserzulaufvolumen gelangen also mehr Faserfeinstoffe in den Überlauf. Die anorganischen Feinstoffe, die in den Flocken des Sediments eingeschlossen sind, werden aber nicht durch den höheren Volumenstrom und somit der höheren Strömgeschwindigkeit aus den Flocken herausgelöst.

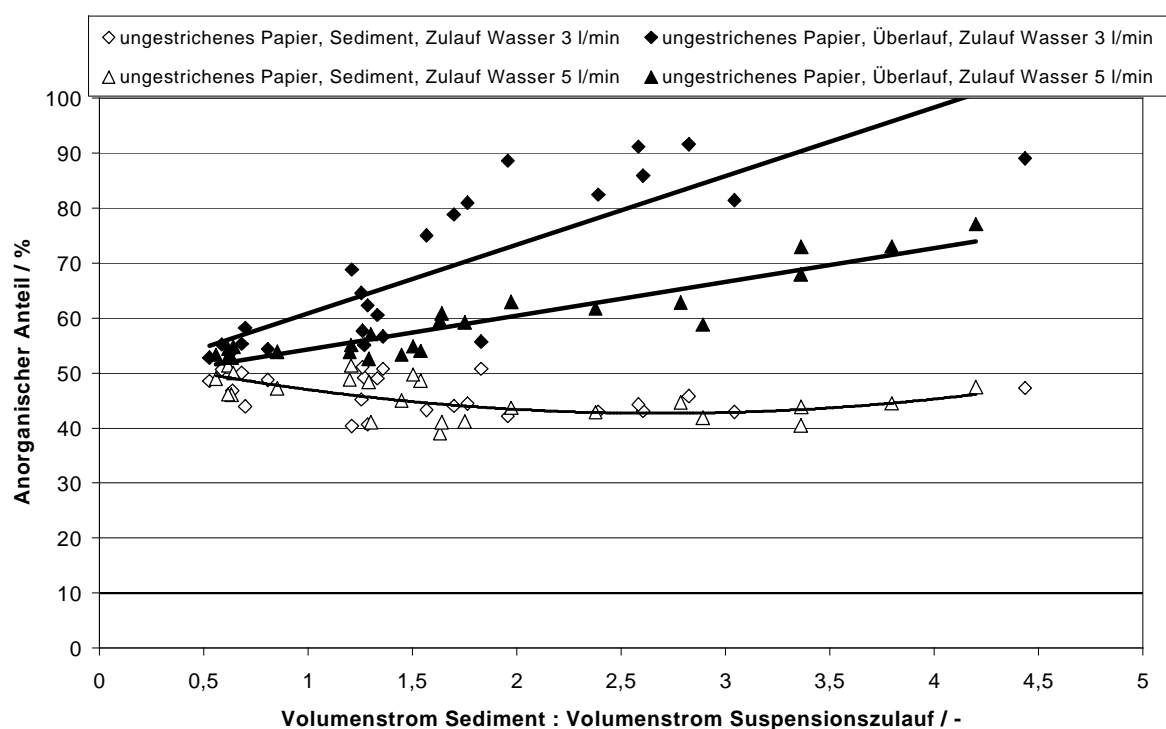


Abbildung 3-30: Anorganische Anteile im Überlauf und im Sediment aufgetragen über dem Verhältnis Volumenstrom Sediment zum Volumenstrom Suspensionszulauf bei Feststoffkonzentrationen von 0,35 % und 0,65 %

In **Abbildung 3-31** ist der Einfluss des Volumenstroms Wasserzulauf dargestellt. Mit zunehmendem Wasserzulauf nimmt die Trennschärfe ab. Bei Volumenströmen von 6 l/min wird die Feinstoffsuspension direkt, d. h. ohne Trennung im Überlauf der Sedimentationszelle ausgetragen. Die Bildung der Faserfeinstoffflocken wird mit zunehmender Strömgeschwindigkeit in der Zelle behindert. Dies bestätigt auch **Abbildung 3-32**. Mit zunehmendem Wasserzulauf sinkt der Feststoffgehalt im Sediment.

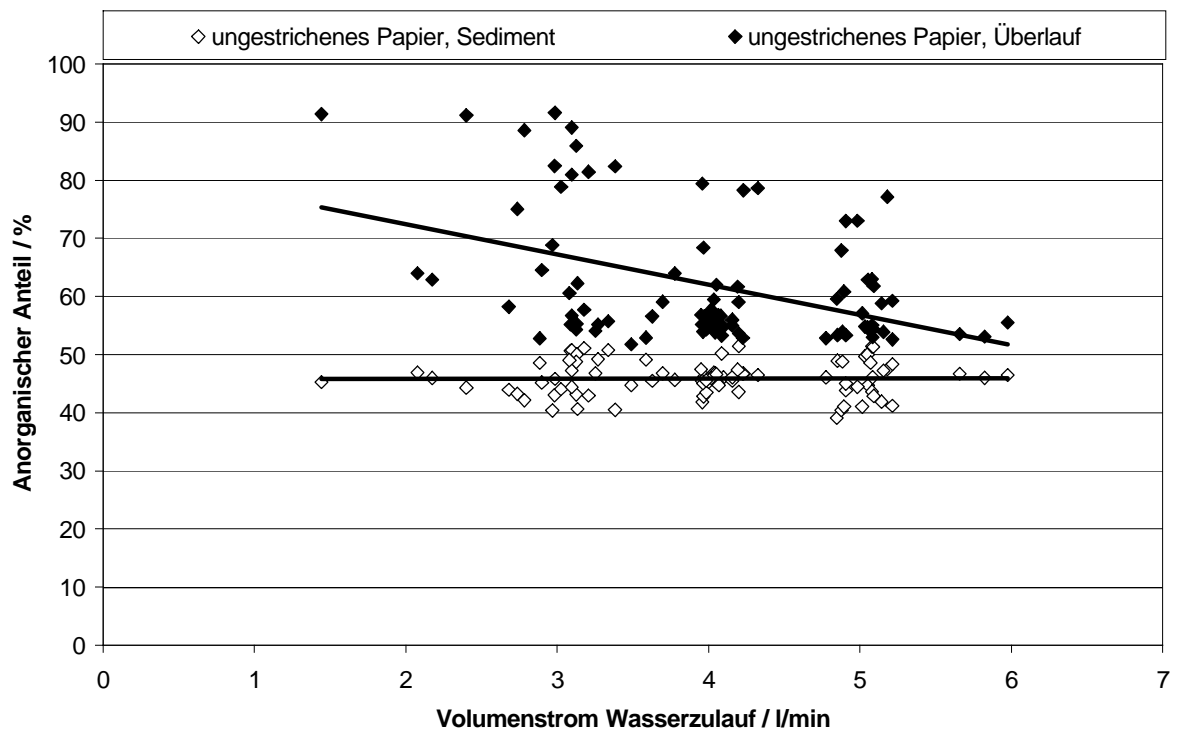


Abbildung 3-31: Einfluss des Volumenstroms Wasserzulauf

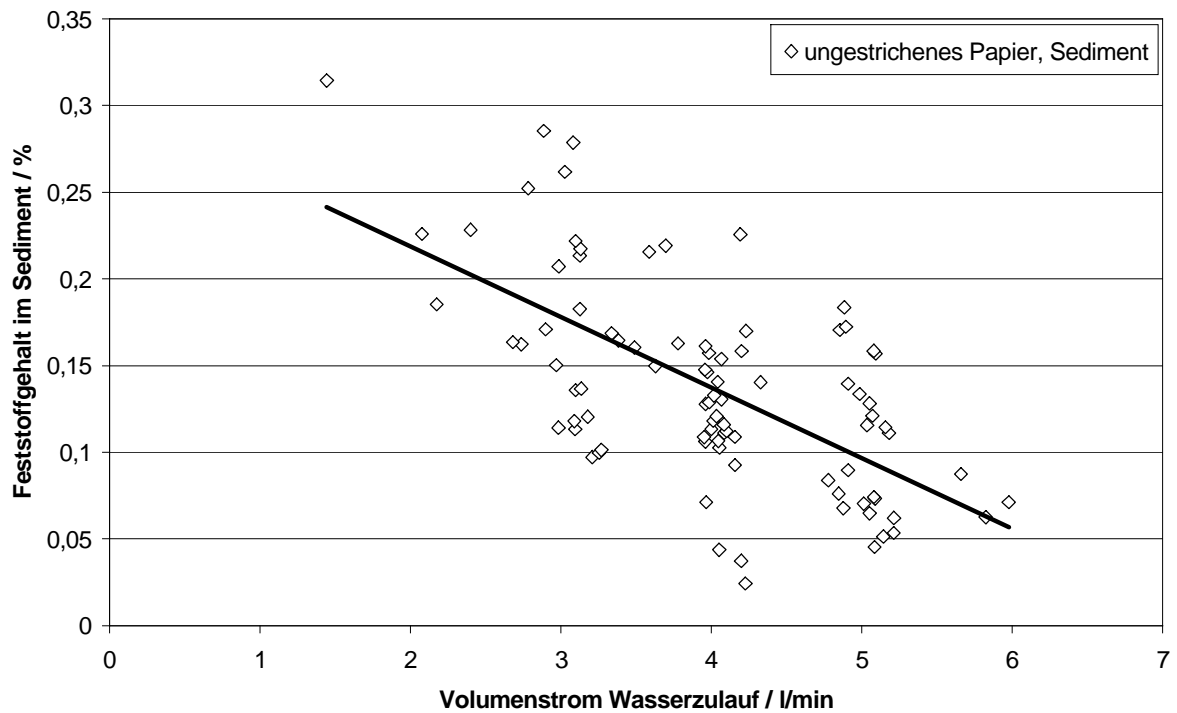


Abbildung 3-32: Feststoffgehalt im Sediment in Abhängigkeit vom Volumenstrom Wasserzulauf

**Abbildung 3-33** zeigt die Abhängigkeit des anorganischen Anteils im Überlauf und im Sediment vom Volumenstrom Überlauf. Auch diese Graphik zeigt, dass mit zunehmender Strömge-

schwindigkeit in der Sedimentationszelle der Trenneffekt abnimmt. Ab einem Volumenstrom Überlauf von mehr als 5 l/min ist kein Trenneffekt mehr vorhanden.

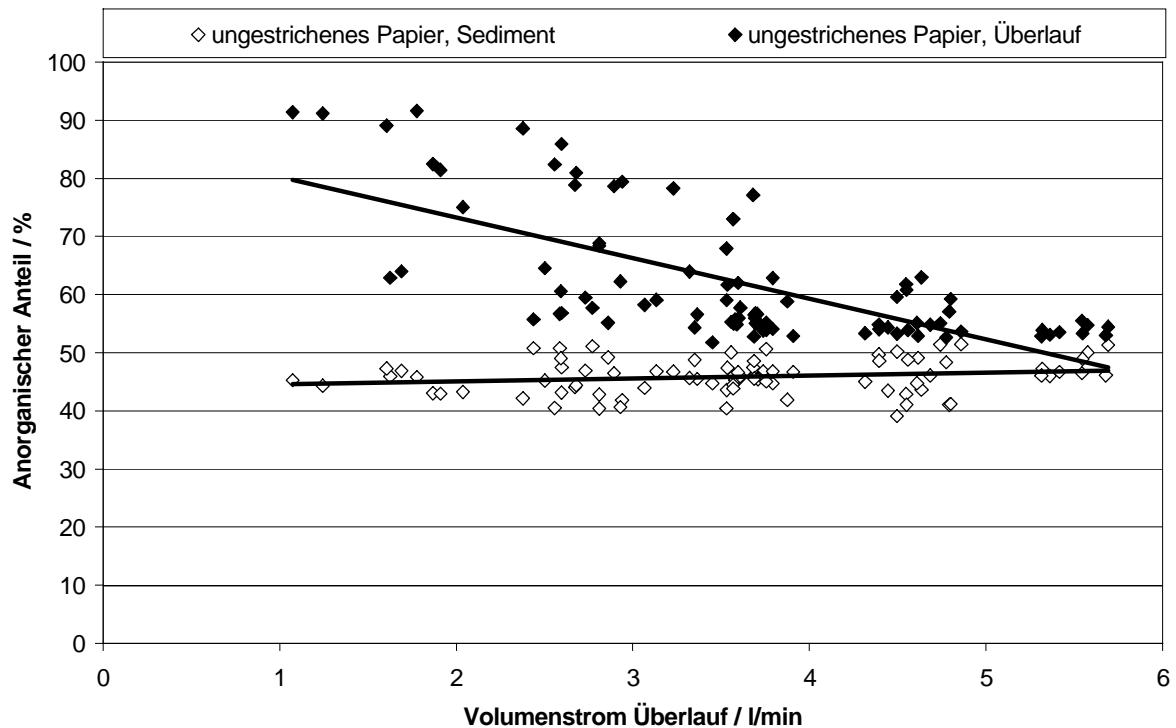


Abbildung 3-33: Einfluss Volumenstrom Überlauf auf das Trennergebnis

Nachdem die Versuchsreihen mit den 90 Versuchspunkten abgeschlossen waren, wurden gemäß Arbeitspaket 6 die in **Tabelle 3-6** aufgelisteten Versuchspunkte als geeignete Ausgangspunkte für zwei weitere Versuchsreihen ausgewählt. Diese Reihen wurden ebenfalls mit ungestrichenem Papier durchgeführt.

Tabelle 3-6: Geeignete Versuchspunkte aus den Versuchsreihen mit 90 Versuchspunkten

Modellsuspension	Ungest. Papier	Ungest. Papier
Feststoffkonzentration Modellsuspension / %	0,50	0,65
Faserfeinstoffkonzentration Modellsuspension / %	0,24	0,31
Volumenstrom Wasserzulauf / l/min	3,4	2,4
Volumenstrom Suspensionszulauf / l/min	0,5	0,7
Volumenstrom Sediment / l/min	1,3	1,9
Volumenstrom Überlauf / l/min	2,6	1,2
Verhältnis Volumenstrom Sediment zu Volumenstrom Suspensionszulauf	2,6	2,7
Einströmwinkel Suspension	Nach unten	Nach unten
Anorganischer Anteil Ausgangssuspension / %	52,5	52,6
Anorganischer Anteil Sediment / %	40,5	44,3
Anorganischer Anteil Überlauf / %	82,4	91,2

In diesen zwei Reihen wurden die Feststoffkonzentration und die Volumenströme des Suspensionszulaufs und des Sediments fest eingestellt. Angestrebt wurden die in Tabelle 3.6 aufgelisteten Werte. Die tatsächlich erreichten Werte sind in **Tabelle 3-7** aufgelistet. Der Volumenstrom des Wasserzulaufs wurde in beiden Reihen zwischen 2 l/min und 7 l/min bzw. zwischen 2 l/min und 8 l/min mit einer Schrittweite von 1 l/min verändert.



Tabelle 3-7: Erreichte Versuchseinstellungen für die Reihen mit verändertem Volumenstrom Wasserzulauf

Modellsuspension	Ungest. Papier	Ungest. Papier
Feststoffkonzentration Modellsuspension / %	0,48	0,64
Faserfeinstoffkonzentration Modellsuspension / %	0,23	0,30
Volumenstrom Suspensionszulauf / l/min	0,3	0,5
Volumenstrom Sediment / l/min	1,1	1,6
Verhältnis Volumenstrom Sediment zu Volumenstrom Suspensionszulauf	3,7	3,2
Einströmwinkel Suspension	Nach unten	Nach unten

In **Abbildung 3-34** sind die erreichten anorganischen Anteile im Sediment und Überlauf beider Versuchsreihen über dem eingestellten Volumenstrom Wasserzulauf aufgetragen. In der Abbildung ist klar zu erkennen, dass mit zunehmenden Volumenströmen Wasserzulauf und somit mit steigender Strömgeschwindigkeit in der Sedimentationszelle die Reinheit des Überlaufs abnimmt. Betrachtet man die Entwicklung der Feststoffkonzentration und des Massenstroms in den **Abbildungen 3-35** und **3-36**, nimmt die Feststoffkonzentration im Überlauf und der Massenstrom, der mit dem Überlauf ausgetragen wird, mit zunehmendem Volumenstrom Wasserzulauf zu. Setzt man dies in Verbindung mit der Entwicklung des anorganischen Anteils im Überlauf, gelangen nicht weniger anorganische Feinstoffe in den Überlauf, sondern mehr Faserfeinstoffe.

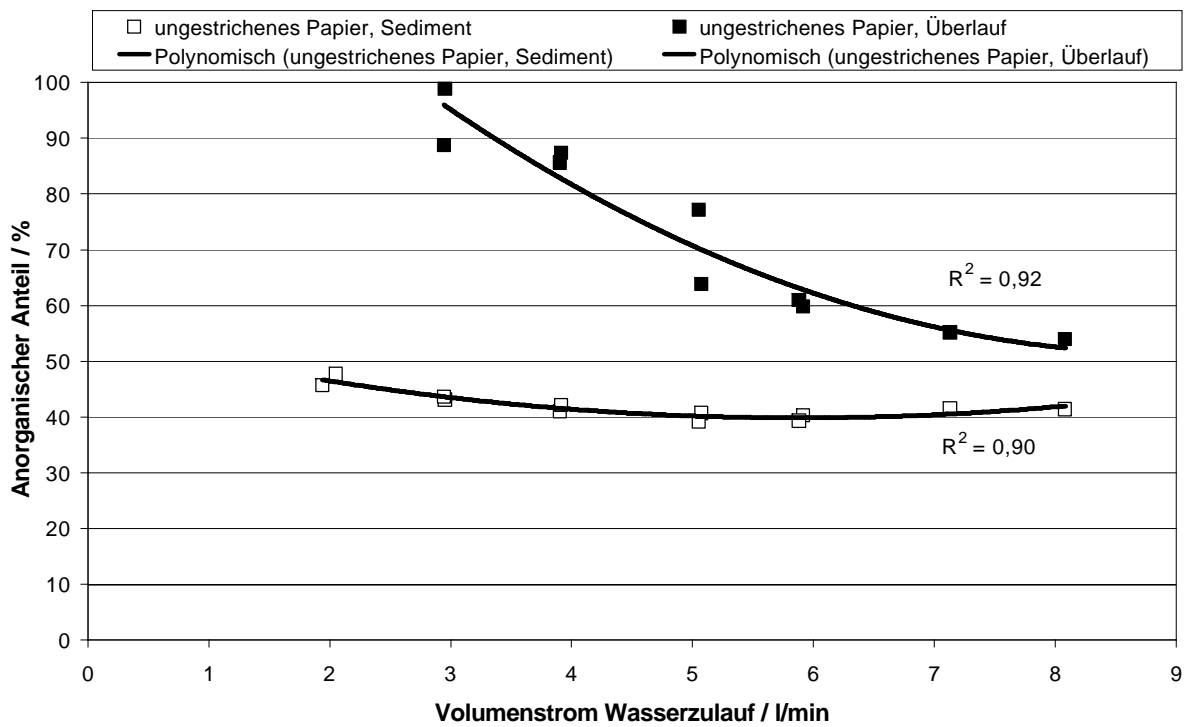


Abbildung 3-34: Einfluss des Volumenstroms Wasserzulauf auf das Trennergebnis

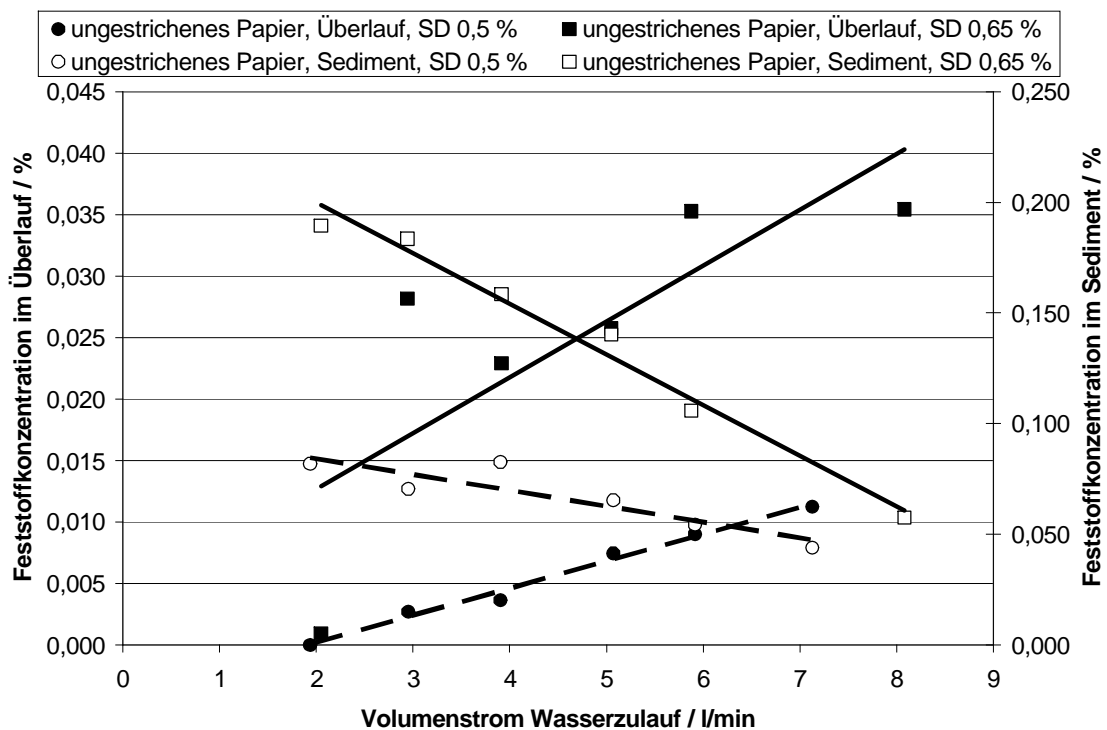


Abbildung 3-35: Entwicklung der Feststoffkonzentration in Überlauf und Sediment bei zunehmendem Volumenstrom Wasserzulauf

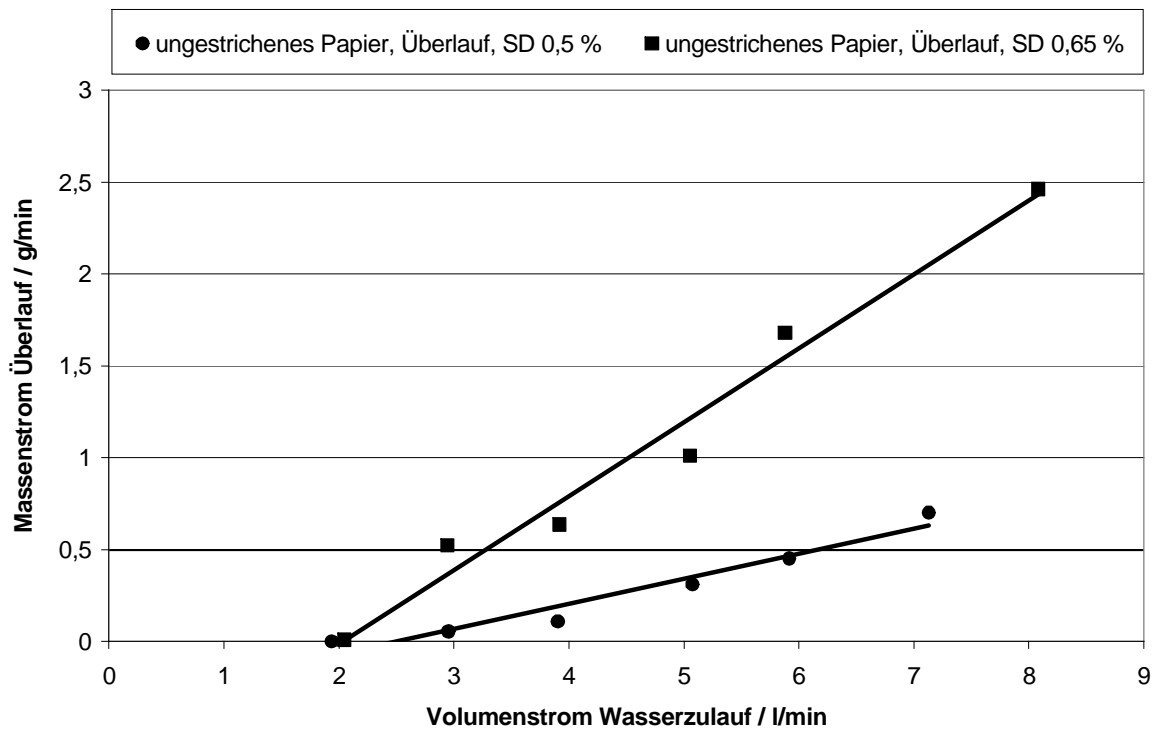


Abbildung 3-36: Entwicklung des Massenstroms der mit dem Überlauf aus der Sedimentationszelle ausgetragen wird

Anhand der in Abbildung 3.34 dargestellten Ergebnisse der beiden Versuchsreihen, ergibt sich ein guter Betriebsbereich für eine Trennstufe mit dieser Sedimentationszelle unter den in **Tabelle 3-8** aufgelisteten Einstellungen.

Tabelle 3-8: Geeignete Betriebsparameter der Sedimentationszelle

Parameter	Einstellung
Faserfeinstoffkonzentration / g/l	2 – 3
Volumenstrom Wasserzulauf / l/min	3 - 5
Volumenstrom Suspensionszulauf / l/min	0,2 – 0,5
Volumenstrom Sediment / l/min	0,8 – 1,7
Verhältnis Volumenstrom Sediment zu Volumenstrom Suspensionszulauf / -	3 - 4

### 3.5 Untersuchung eines mehrstufigen Trennprozesses

In diesem Einstellungsbereich wurden zwei Versuche durchgeführt, in denen ein zweistufiger Prozess nachgestellt wurde. Für den zweistufigen Prozess wurde ebenfalls ungestrichenes Papier eingesetzt. Für die Versuche wurde zunächst die 1. Stufe mit Frischwasser als Wasserzulauf und mit ungestrichenem Papier als Suspensionszulauf betrieben. Das Sediment der 1. Stufe wurde gesammelt. Die 2. Stufe wurde mit Frischwasser als Wasserzulauf und mit dem Sediment der 1. Stufe als Suspensionszulauf betrieben. Das Sediment und der Überlauf der 2. Stufe wurden aufgefangen. Im Anschluss wurde die 1. Stufe wieder nachgestellt, diesmal aber mit Überlauf der 2. Stufe als Wasserzulauf betrieben. Als Suspensionszulauf wurde wieder ungestrichenes Papier eingesetzt. Der schematische Aufbau des nachgestellten zweistufigen Prozesses ist in **Abbildung 3-37** gezeigt.

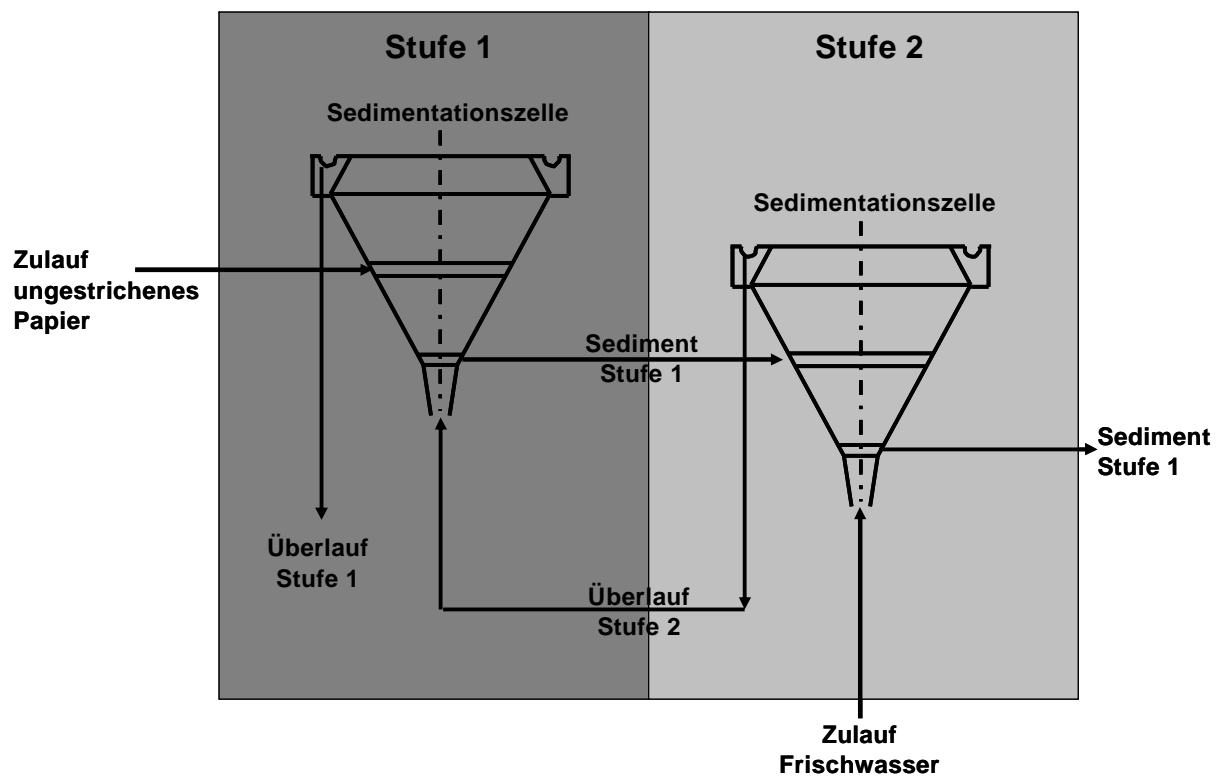


Abbildung 3-37: Schematischer Aufbau des zweistufigen Trennprozesses

Die beiden zweistufigen Trennprozesse wurden die in **Tabelle 3-9** aufgelisteten Einstellungen durchgeführt.

Tabelle 3-9: Erreichte Einstellungen des zweistufigen Trennprozesses

Parameter	Einstellung	
	Versuch 1	Versuch 2
Faserfeinstoffkonzentration (Fk) / g/l	2,3 (Stufe 1) 0,5 (Stufe 2)	3,0 (Stufe 1) 0,8 (Stufe 2)
Volumenstrom Wasserzulauf / l/min	3,8	4,0
Volumenstrom Suspensionszulauf / l/min	0,3	0,5
Volumenstrom Sediment / l/min	1,2	1,7
Verhältnis Volumenstrom Sediment zu Volumenstrom Suspensionszulauf / -	4	3,4

Der Faserfeinstoffgehalt des Sediments der 1. Stufe lag bei Versuch 1 mit 0,5 g/l und bei Versuch 2 mit 0,8 g/l deutlich unter dem in Tabelle 4-7 vorgeschlagenen Konzentrationsbereich. Trotzdem wurde die 2. Stufe mit diesen Faserfeinstoffkonzentrationen durchgeführt, da eine Eindickung zwischen den beiden Stufen als zusätzlicher Prozessschritt wegen des großen Aufwandes nicht in Erwägung gezogen wurde. Die Faserfeinstoffkonzentration lag bei beiden Versuchen aber noch in einem Größenbereich, in welchem sich Feinstoffflocken bilden. Die im zweistufigen Trennprozess erzielten Ergebnisse sind in den **Abbildungen 3-38** und **3-39** dargestellt. In beiden Versuchen konnte mit Hilfe der 2. Stufe der anorganische Anteil im Sediment deutlich reduziert werden. Der anorganische Anteil im Überlauf des zweistufigen Prozesses enthielt aber auch mehr Faserfeinstoffe.

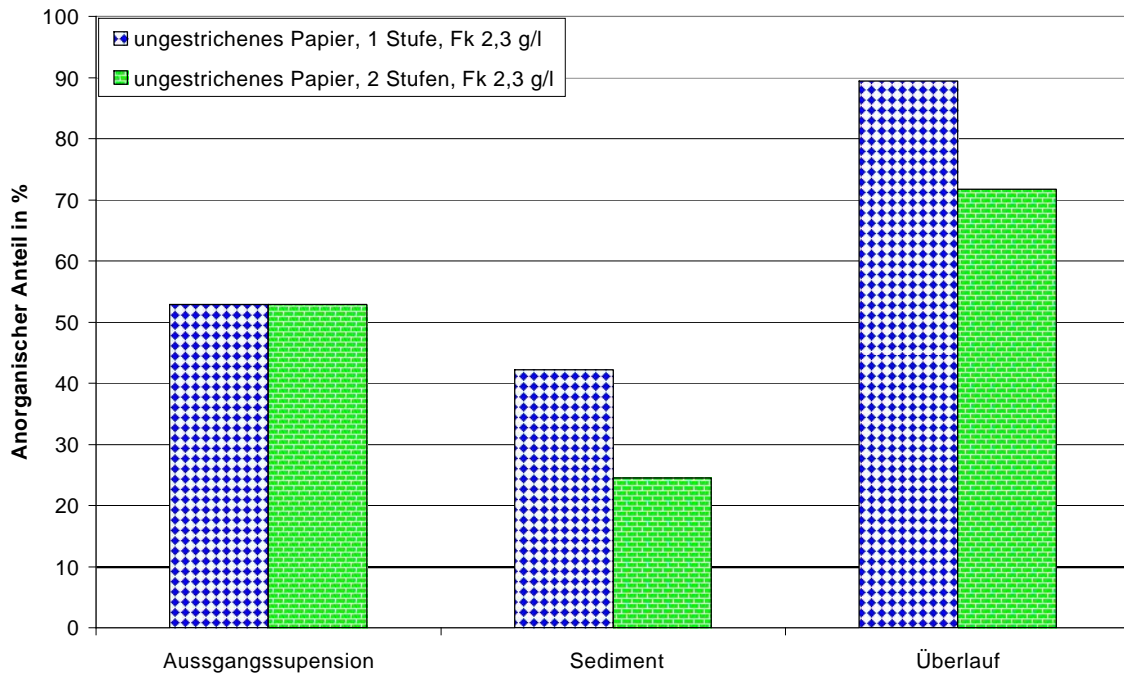


Abbildung 3-38: Anorganische Anteile in Ausgangssuspension, Sediment und Überlauf eines einstufigen und eines zweistufigen Trennprozesses mit ungestrichenem Papier bei 2,3 g/l Faserfeinstoffgehalt

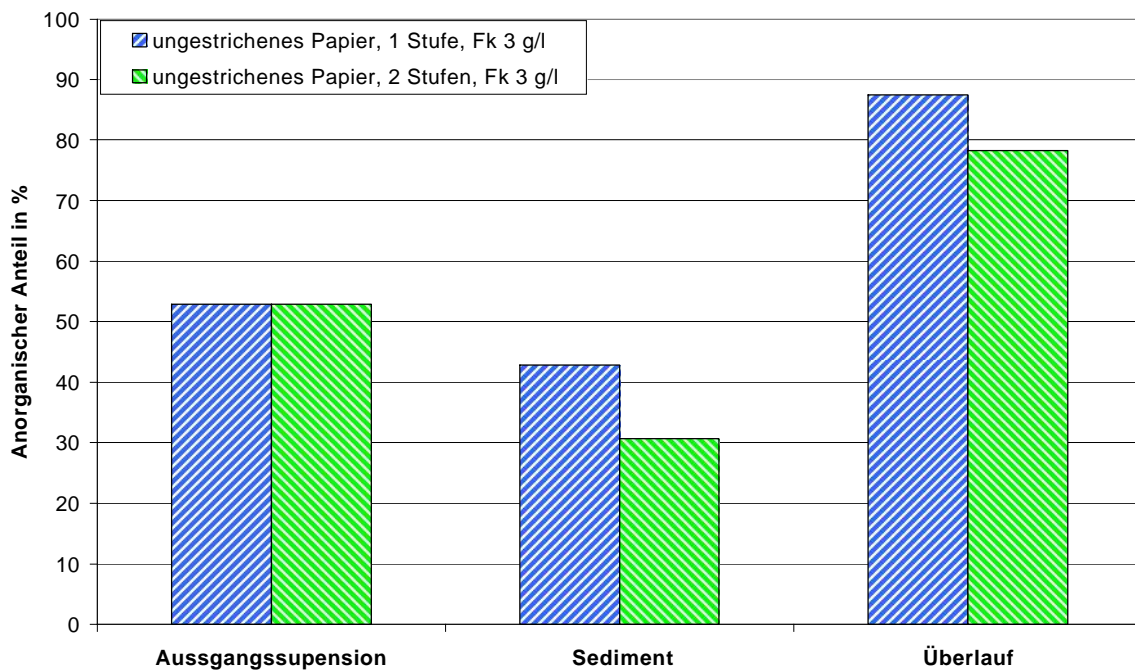


Abbildung 3-39: Anorganische Anteile in Ausgangssuspension, Sediment und Überlauf eines einstufigen und eines zweistufigen Trennprozesses mit ungestrichenem Papier bei 3 g/l Faserfeinstoffgehalt

Die Massenbilanzen des Versuchs 2 sind für den einstufigen und den zweistufigen Trennprozesses in den **Abbildungen 3-40** und **3-41** zu sehen.

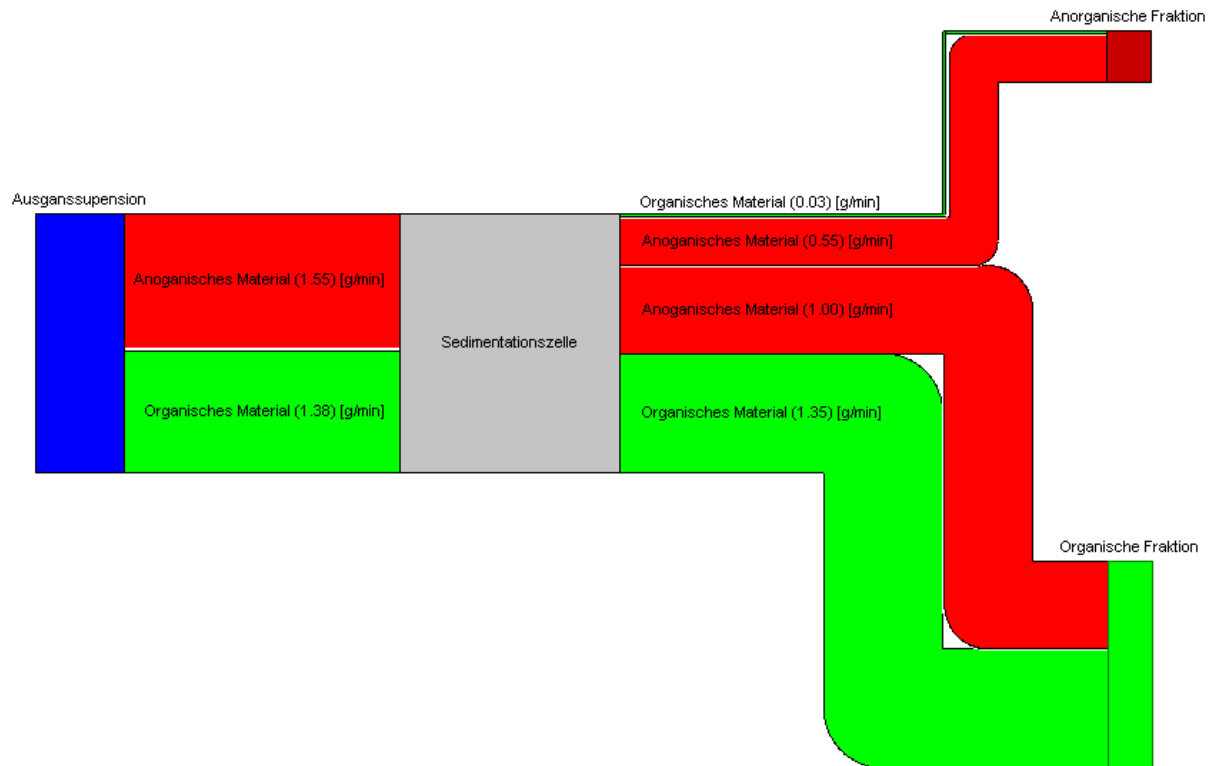


Abbildung 3-40: Massenbilanz des einstufigen Trennprozesses Versuch 2

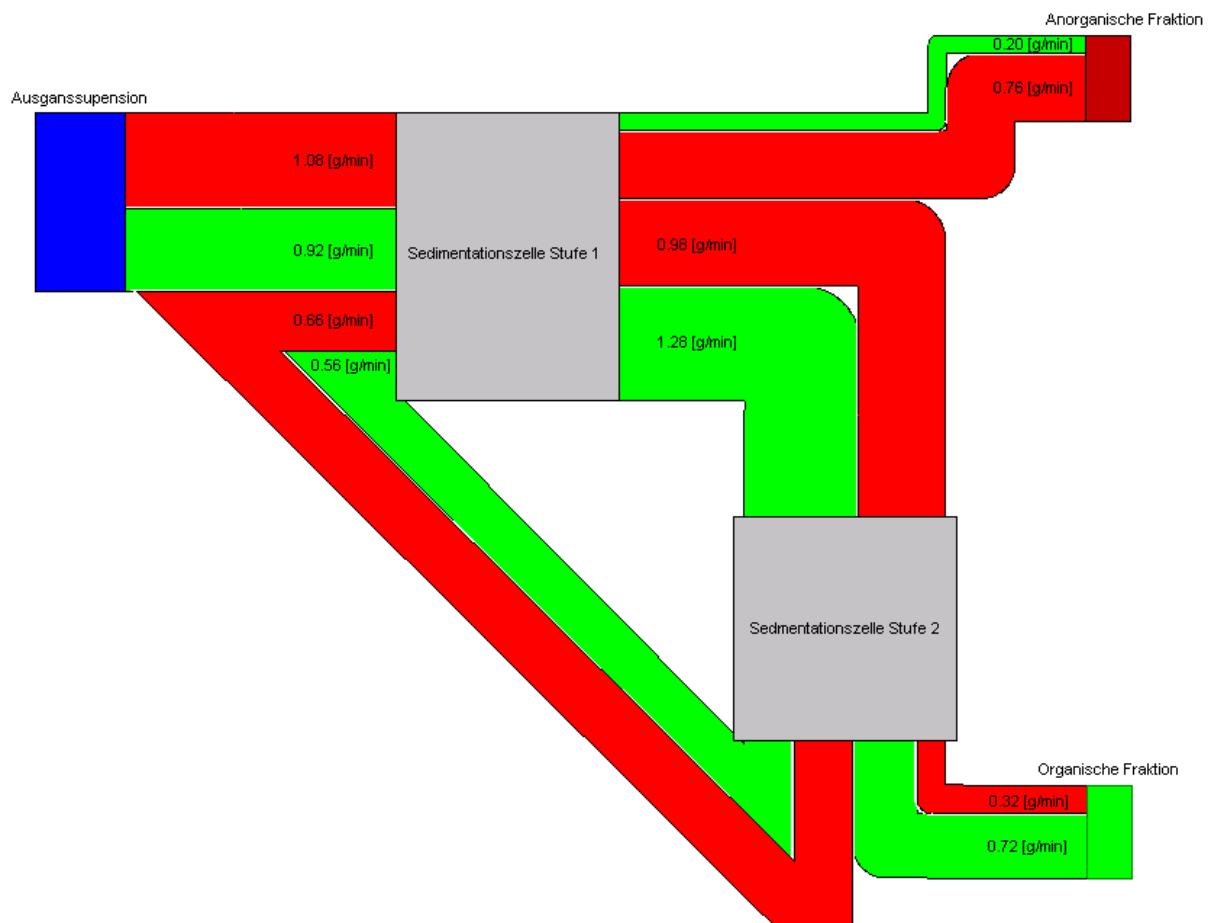


Abbildung 3-41: Massenbilanz des zweistufigen Trennprozesses Versuch 2

Beim einstufigen Trennprozess landeten 35 % der in die Sedimentationszelle eingeleiteten anorganischen Feinstoffe im Überlauf, während nur 0,02 % der Faserfeinstoffe in den Überlauf gelangten. Nach einer Stufe waren aber noch 65 % der zugeführten anorganischen Feinstoffe im Sediment. Mit dem zweistufigen Trennprozess konnten bereits 70 % der zugeführten anorganischen Feinstoffe in den Überlauf gebracht werden. Es gelangten aber auch 22 % der Faserfeinstoffe in den Überlauf. Im Sediment der 2. Stufe befanden sich 78 % der Faserfeinstoffe und nur noch 30 % der anorganischen Feinstoffe.

Mit zwei Stufen lässt sich der anorganischen Anteil im Sediment auf die Hälfte des anorganischen Anteils der Ausgangssuspension reduzieren. Die 2. Stufe ist nötig, um in die Faserfeinstoffflocken eingeschlossene anorganische Feinstoffe wieder freizusetzen und auszuschleusen. Die Faserfeinstoffe fangen während ihrer Flockung anorganische Feinstoffe ein und schließen die anorganischen Feinstoffe ein. Die anorganische Partikel erhalten dadurch dieselbe Sinkgeschwindigkeit wie die gesamte Flocke und gelangen in das Sediment. Damit diese anorganischen Feinstoffe trotzdem abgetrennt werden können, müssen die Flocken wieder zerstört und



die anorganischen Feinstoffe freigesetzt werden. Durch erneutes Einleiten dieser Feinstoffsuspension in eine Trennapparatur bilden die Faserfeinstoffe wieder Flocken. Diese Flocken schließen zwar wieder bei ihrer Bildung einen Teil der anorganischen Feinstoffe ein, der andere Teil der anorganischen Feinstoffe wird aber von den Faserfeinstoffen abgetrennt und gelangt in den Überlauf. Die Reinheit des Sediments lässt sich mit weiteren Stufen noch steigern, eine vollständige Auftrennung zwischen anorganischen und organischen Feinstoffen wird aber nicht möglich sein. Beim Nachschalten weiterer Trennstufen ist zu beachten, dass eine Mindestkonzentration an Faserfeinstoffen nötig ist, damit sich überhaupt Flocken mit ausreichender Größe bilden können. Die Mindestkonzentration hängt von den Betriebsparametern ab, bei denen der Trennapparat betrieben wird. Bei einer kontinuierlichen Betriebsweise mit den in **Tabelle 3-8** angegebenen Einstellungen liegt die Mindestkonzentration an Faserfeinstoffen bei 0,5 g/l.

Der Überlauf der 1. Stufe beim zweistufigen Prozess ist nicht mehr so anorganisch angereichert wie bei dem einstufigen Prozess. Da der Wasserzulauf der 1. Stufe mit dem Überlauf der 2. Stufe gespeist wird, gelangen mehr Faserfeinstoffe in den Prozess. Der Effekt, dass ab einer gewissen Faserfeinstoffkonzentration zusätzliche Faserfeinstoffe das Trennergebnis verschlechtern, wurde bereits in Abbildung 3-17 gezeigt. Der Beginn und die Ausprägung dieses Effektes sind abhängig von den Betriebsparametern. Mit einer unterschiedlichen Betriebsweise von zwei kaskadisch geschalteten Trennapparaten lässt sich die anorganische Anreicherung des Überlaufs auf das Niveau des einstufigen Trennprozesses steigern.

Dass zwei Stufen im kontinuierlichen Betrieb schon sehr gute Ergebnisse erzielen, zeigt der Vergleich der anorganischen Anteile in den Sedimenten des zweistufigen kontinuierlichen Betriebs mit den anorganischen Anteilen der Sedimente des diskontinuierlichen Betriebs. Die anorganischen Anteile der Sedimente nach zwei kontinuierlichen Trennstufen liegen auf einem ähnlichen Niveau wie die anorganischen Anteile der Sedimente der 60 min dauernden diskontinuierlichen Versuche (siehe Abbildung 3-17).

### **3.6 Vergleich der Trennleistung des neuen Trennprozesses mit der Trennleistung der Flotation**

Da das Projektziel eine verbesserte Trennschärfe und Ausbeute des Sedimentationsprozesses gegenüber der Flotation war, wurden vergleichende Versuche zur Entfernung anorganischer Feinstoffe mit der PTS Laborflotationszelle durchgeführt. Für die vergleichenden Versuche wurde ungestrichenes Papier eingesetzt, welches die gleiche Vorbehandlung erfahren hat wie

die Suspensionen des Sedimentationsprozesses. Die dosierten Flotationschemikalien sind in **Tabelle 3-10** aufgelistet. Die Chemikalienwahl und die Chemikalienmenge sind an die INGEDE-Methode 11 angelehnt.

Tabelle 3-10: Flotationschemikalien zur PTS Laborflotation

Chemikalie	Menge bezogen auf Feststoff [%]
Natronlauge	0,8
Wasserglas	1,8
Wasserstoffperoxid	0,7
Ölsäure	0,8

Da die Feststoffkonzentration einen großen Einfluss auf das Trennergebnis des Sedimentationsprozesses hat, wurde auch bei der vergleichenden Laborflotation die Feststoffkonzentration zwischen 0,2 % und 0,8 % variiert. Die realisierten anorganischen Anteile in Ausgangssuspension, Gutstoff und Schaum sind in **Abbildung 3-42** aufgetragen.

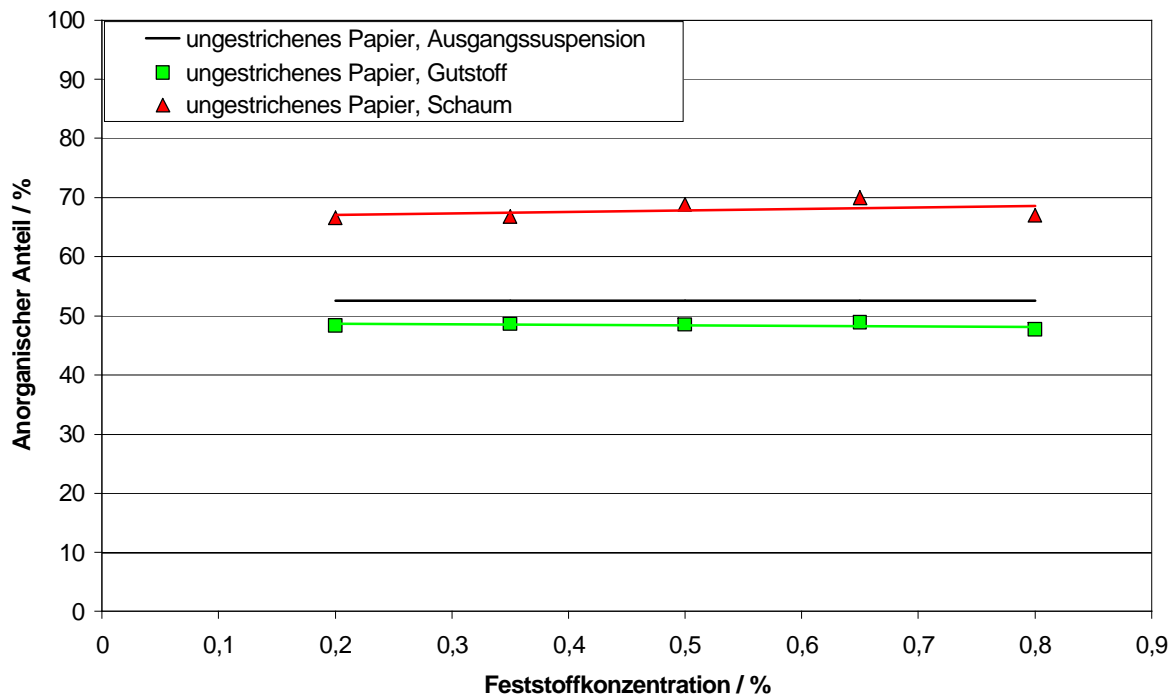


Abbildung 3-42: Anorganische Anteile der Ausgangssuspension, des Gutstoffs und des Schaums der vergleichenden Laborflotation

Die Trennergebnisse der Laborflotation zeigen, dass anorganische Feinstoffe im Schaum und die organischen Feinstoffe im Gutstoff aufkonzentriert sind. Der anorganische Anteil im Schaum erreicht etwa 69 % und der anorganische Anteil im Gutstoff liegt bei ca. 49 %. Auffällig ist, dass das Trennergebnis unabhängig von der Feststoffkonzentration ist.

Im Vergleich zu der Sedimentation ist die Flotation in ihrem Trennerfolg weit abgeschlagen. Die Sedimentation erzielt beim ungestrichenen Papier im Überlauf anorganische Anteile von 90 % und im Sediment anorganische Anteile unter 30 %. Dem gegenüber stehen bei der Flotation 69 % Anorganik im Schaum und 49 % Anorganik im Sediment, siehe **Abbildung 3-43**. In dieser Abbildung ist deutlich zu erkennen, dass die Trennschärfe bei der Sedimentation deutlich besser ist. Zum Abtrennen anorganischer Feinstoffe aus Feinstoffsuspensionen ist die Sedimentation der Flotation überlegen.

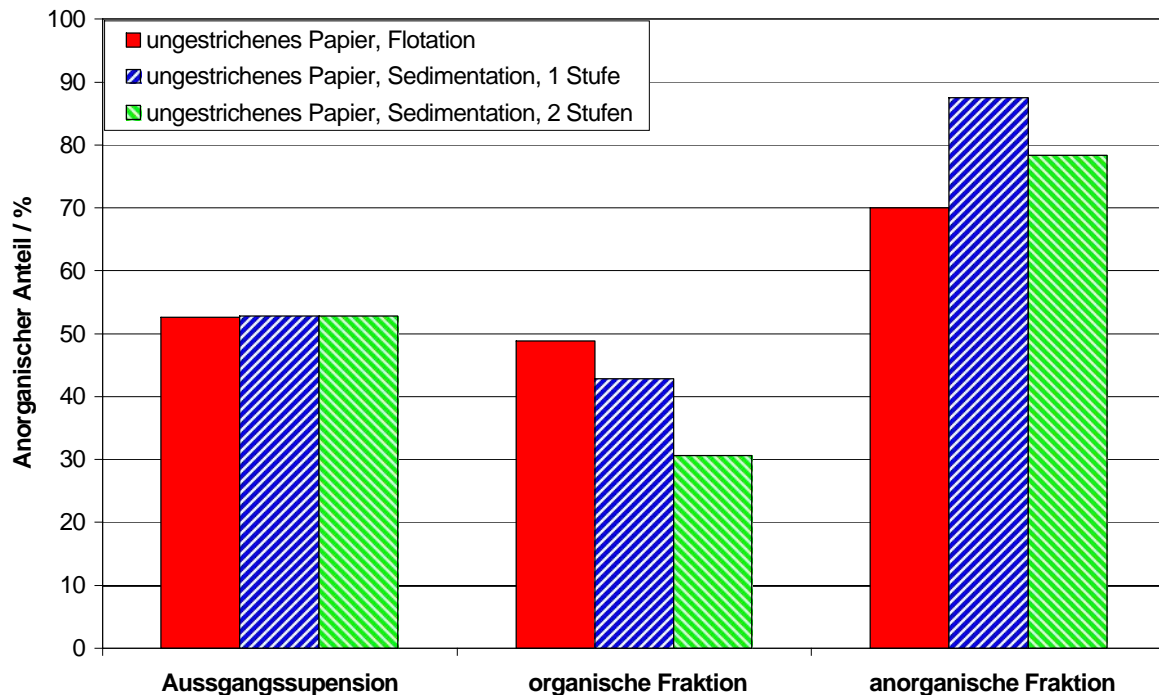


Abbildung 3-43: Anorganische Anteile in der Ausgangssuspension, der organischen Fraktion und der anorganischen Suspension bei der Flotation, der einstufigen Sedimentation und der zweistufigen Sedimentation

Ein Grund dafür, dass die Flotation diese Trennaufgabe trotz mechanischer Vorbehandlung nicht zufriedenstellend bewältigt, kann die Oberflächenbeschaffenheit der Feinstoffe sein. Da bei der mechanischen Vorbehandlung die Verklebungen durch Binder und Retentionsmittel, die im Papier bestehen, aufreißt, haftet ein Teil des Klebers am Faserfeinstoff und ein Teil am anorganischen Feinstoff. Da die Binder und Retentionsmittel einen hydrophoben Charakter besitzen, verursachen die Reste von Bindern und Retentionsmitteln an den Faserfeinstoffen eine Teilhydrophobierung der Faserfeinstoffe. An den hydrophoben Stellen können sich die Luftblasen der Flotation anlagern, die die Faserfeinstoffe nach oben in den Schaum transportieren. Dass nicht mehr anorganische Feinstoffe in der Flotation ausgetragen werden, liegt in der geringen Partikelgröße der anorganischen Feinstoffe, die unter  $10\ \mu\text{m}$  ist. Die anorganischen Partikel sind so klein, dass nur eine reduzierte Blasen-Partikel-Kollision entsteht und die Partikel nur zum Teil aus der Suspension ausgetragen werden.

### 3.7 Untersuchung von Industrieproben

Im Anschluss an die Versuche mit Modellsuspensionen, wurden drei Feinstoffsuspensionen aus einer Papierfabrik, die grafische Papiere herstellt, im neuen Sedimentationsapparat einer zweistufigen Trennung unterzogen. Die Feinstoffsuspensionen waren:

- Siebwasser 1,
- Flotationsschaum Zulauf-Vorseihtisch,
- Flotationsschaum Auslauf-Schneckenpresse.

Diese Suspensionen wurden wie die Modellsuspensionen auf ca. 40 % eingedickt und im Beken-Kneter mechanisch vorbehandelt. Die im Beken-Kneter eingestellten Parameter sind in **Tabelle 3-11** aufgelistet.

Tabelle 3-11: Vorbehandlungsparameter im Beken-Kneter

Gerät	Temperatur	Dauer	Chemikalien	Chemikaliendosis (bezogen auf anorganischen Anteil)
Beken-Kneter	90 °C	20 min	PolyStabil AN	0,5 %

Die Füllmenge im Beken-Kneter betrug bei den Flotationsschaum-Proben 900 g und bei der Siebwasser 1-Probe 600 g. Die Flotationsschaum-Proben enthielten zusätzlich ein Flockungsmittel, das in der Papierfabrik zudosiert wird, da der Flotationsschaum entwässert wird.

Die erreichten Betriebsparameter des Trennprozesses in der Sedimentationszelle sind in **Tabelle 3-12** aufgelistet. Bei allen drei Industrieproben wurde eine Faserfeinstoffkonzentration von 3 g/l eingestellt.

Tabelle 3-12: Einstellungen des Trennprozesses bei der Trennung der Industrieproben

Parameter	Siebwasser 1	Flotationsschaum Zulauf- Vorsehtisch	Flotationsschaum Auslauf- Schneckenpresse
Volumenstrom Wasserzulauf / l/min	3,8	3,9	4,0
Volumenstrom Suspensionszulauf / l/min	0,5	0,4	0,5
Volumenstrom Sediment / l/min	1,7	1,5	1,5
Verhältnis Volumenstrom Sediment zu Volumenstrom Suspensionszulauf / -	3,4	3,8	3

Die Trennergebnisse der Industrieproben sind in **Abbildung 3-44** dargestellt. Bei allen drei Proben war ein deutlicher Trenneffekt zu sehen. Der Trenneffekt lag unter den Ergebnissen, die mit dem ungestrichenen Papier erreicht wurden. Zum einen lag dies an einem gegenüber dem ungestrichenen Papier anderen Verhältnis zwischen Faserfeinstoffen und anorganischen Verhältnissen zum anderen wurde allen drei Proben im Beken-Kneter wahrscheinlich nicht ausreichend Energie zugeführt. Die Probenmenge des Siebwassers 1 im Beken-Kneter war für eine gute Dispergierung nicht ausreichend. Die Probenmenge der Flotationsschaumproben war für eine gute Dispergierung ausreichend, aber durch das in Fabrik zudosierte Flockungsmittel entstehen zusätzliche Brücken, die während der mechanischen Vorbehandlung ebenfalls zerstört werden müssen. Den Flotationsschaumproben hätte zusätzliche Energie zugeführt werden müssen, um das Trennergebnis noch zu verbessern. Dass eine mechanische Vorbehandlung für eine Trennung Voraussetzung ist, zeigt nochmals **Abbildung 3-45**. In dieser Abbildung sind die Trennergebnisse der unbehandelten Siebwasser 1 – Probe und der thermo-mechanisch vorbehandelten Siebwasser 1 – Probe gegenübergestellt. Trotz ungeeigneter Vorbehandlung verbessert die Vorbehandlung die Abreicherung an Anorganik im Sediment und die Anreicherung an Anorganik im Überlauf um 8 %-Punkte.

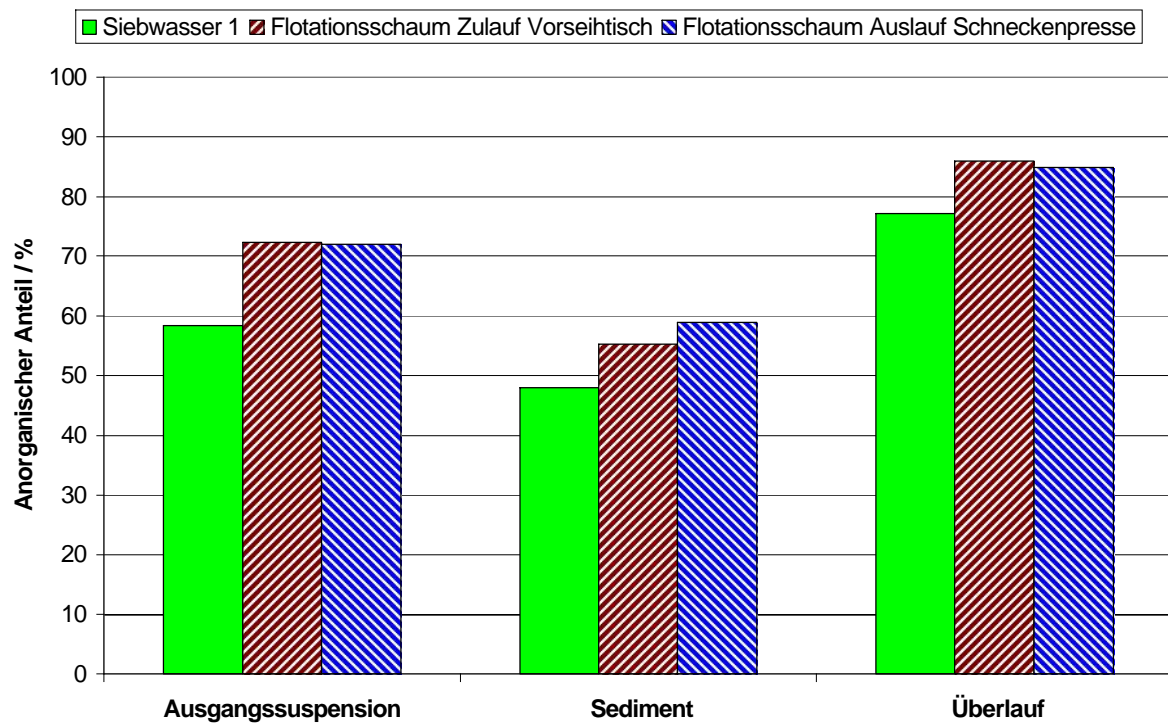


Abbildung 3-44: Anorganische Anteile der vorbehandelten Industrieproben vor und nach der zweistufigen Trennung

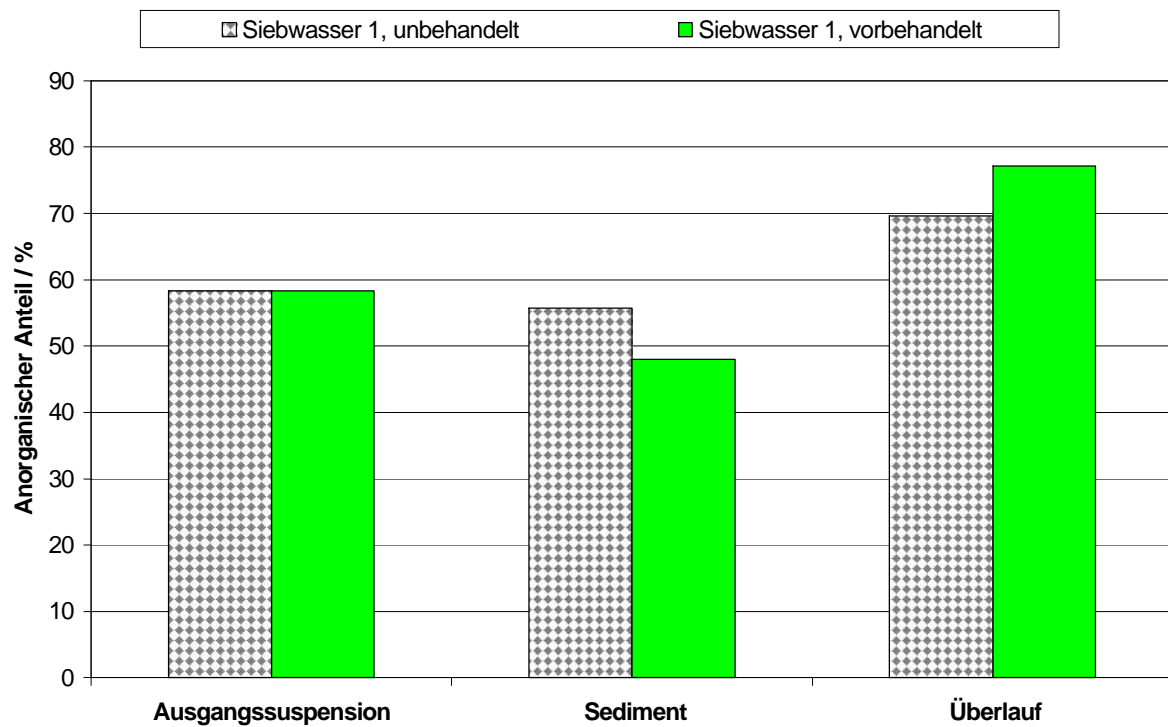


Abbildung 3-45: Anorganische Anteile der unbehandelten und der vorbehandelten Siebwasser 1 - Probe vor und nach der zweistufigen Trennung

### **3.8 Abschätzung eines industriellen Einsatzes des sedimentativen Trennprozesses**

Ein Einsatz in der Papierindustrie ist mit einer Sedimentationszelle im Erdschwerefeld schlecht vorstellbar. Die Trennung der organischen und anorganischen Feinstoffe in dieser Sedimentationszelle funktioniert nur in einem geringen Konzentrationsbereich an Faserfeinstoffen. Eine Sedimentationszelle, die in dem in Tabelle 3-8 vorgeschlagenen Konzentrations- und Volumestrombereich des Zulaufs der Suspension arbeitet, kann pro Minute 1,5 g Faserfeinstoff von anorganischen Feinstoffen trennen. Da bei relevanten Einsatzstellen in einer Papierfabrik wie Siebwasser 1 oder Flotationsschaum das 1.000-fache, 10.000-fache oder sogar mehr an Faserfeinstoff pro Minute anfällt, wären für eine 10 %-ige Teilstrombehandlung von 10 % 100 bzw. 1.000 solcher Zellen in Parallelschaltung nötig. Ein wirtschaftlicher Einsatz ist unter diesen Voraussetzungen nicht möglich. Lässt sich aber die Trennung auch ins Zentrifugalfeld mit einer Beschleunigung von 20 mal g oder 50 mal g übertragen, ist ein wirtschaftlicher Einsatz in einer Papierfabrik möglich, da sich die Apparatezahl bei gleichem Durchsatz um den Faktor der Zentrifugalbeschleunigung reduziert. Bedingung für eine Übertragung des Trennprozesses in ein Zentrifugalfeld ist, dass die Faserfeinstoffe auch im Zentrifugalfeld Flocken bilden. Die Faserfeinstoffflocken sind für eine Trennung der Faserfeinstoffe von den anorganischen Feinstoffen nach Sinkgeschwindigkeit nötig.

## **4 Veröffentlichungen und Vorträge**

### **4.1 Veröffentlichungen**

Die Ergebnisse dieses Projektes wurden in folgenden Veröffentlichungen dargestellt:

- 1 Wagner, J.; Schabel, S.; Nirschl, N.: Fine particles separation in recovered paper suspensions. Proceedings FILTECH, Februar 27 – März 1, 2007, Wiesbaden, I-158
- 2 Feist, M.; Nirschl, H.; Wagner, J.; Hirsch, G.; Schabel, S.: Experimental results for the settling behaviour of particle-fibre mixtures. Physical Separation in Science and Engineering, vol. 2007, Article ID 91740, 6 pages, 2007. doi:10.1155/2007/91740
- 3 Wagner, J.; Putz, H.-J.; Schabel, S.: Fine particle separation in recovered paper suspensions. Research Forum on Recycling, 2007, S. 284-291
- 4 Feist, M.; Nirschl, H.; Wagner, J.; Hirsch, G.; Schabel, S.: Theoretical and experimen-



- tal approach to the settling behaviour of particle-fiber-mixtures. Proceedings 10th World Filtration Congress, April 14-18, 2008, Leipzig, I-96
- 5 Hirsch, G.; Wagner, J.; Schabel, S.; Feist, M.: Fine particles separation in recovered paper suspensions. Proceedings 10th World Filtration Congress, April 14-18, 2008, Leipzig, I-544
  - 6 Feist, M.; Nirschl, H.; Dörfler, W.; Hirsch, G.: Sedimentationsuntersuchungen zum Trennverhalten von Faser-Partikel Suspensionen. Proceedings Fraunhofer ICT, Juni 12-13, 2008, Pfinztal
  - 7 Hirsch, G.; Wagner, J.; Schabel, S.; Feist, M.: Fine Particles Separation in Recovered Paper Suspensions. Internationale Papierwirtschaft, 2008, 9, T 99-101
  - 8 Feist, M.; Hirsch, G.; Nirschl, H.: Sedimentationsuntersuchungen zum Trennverhalten von Faser-Partikel Suspensionen. Chemie Ingenieur Technik 81, vol. 6 (Juni 2009), S. 811-815

## 4.2 Vorträge und Konferenzen

Bei folgenden Konferenzen wurde ein Beitrag gehalten

- |            |   |
|------------|---|
| 27.02.2007 | Schabel, S.: Fine particles separation in recovered paper suspensions.<br><br>FILTECH, 27.02.-01.03.2007, Wiesbaden   |
| 20.03.07   | Feist, M.: Trennung von organischen und anorganischen Feinstoffen aus Altpapiersuspensionen (Zwischenbericht zum AIF-Projekt).<br><br>AIF-Tag in der Technischen Universität Darmstadt, Fachgebiet Papierfabrikation und Mechanische Verfahrenstechnik, 20.03.2007, Darmstadt |
| 25.06.2007 | Hirsch, G.: Fine particles separation in recovered paper suspensions.<br><br>Zellcheming, 25.-28.06.2007, Wiesbaden   |
| 26.09.2007 | Schabel, S.: Fine particles separation in recovered paper suspensions.<br><br>8th Research Forum on Recycling, 23.-26.09.07, Canada   |

- 01./02.10.2007 Feist, M.; Keller, F.: Experimentelle und theoretische Untersuchungen zum Sedimentationsverhalten von Faser-Partikel Suspensionen.
- Workshop: Strömungen von Partikeln und Fasern, an der Uni Karlsruhe (TH)
- 19.02.2008 Feist, M.: Theoretische und experimentelle Untersuchungen zum Trennverhalten von Faser-Partikel Suspensionen.
- Jahrestreffen der ProcessNet-Fachausschüsse Computational Fluid Dynamics, Gasreinigung und Mechanische Flüssigkeitsabtrennung, 18.-20.02.2008, Congresszentrum Würzburg
- 10.04.2008 Feist, M.; Hirsch, G.: Trennung von organischen und anorganischen Feinstoffen aus Altpapiersuspensionen (Zwischenbericht zum AIF-Projekt).
- AIF-Tag in der Technischen Universität Darmstadt, Fachgebiet Papierfabrikation und Mechanische Verfahrenstechnik, 10.04.2008, Darmstadt
- 15.04.2008 Feist, M.: Theoretical and experimental approach to the settling behaviour of particle-fiber-mixtures.
- 10thWFC, 14.-18.04.2008, Leipzig
- 18.04.2008 Hirsch, G.: Fine particles separation in recovered paper suspensions.
- 10thWFC, 14.-18.04.2008, Leipzig
- 18.04.2008 Feist, M.: Experimentelle und theoretische Untersuchungen zum Sedimentationsverhalten von Faser-Partikel Suspensionen.
- IWRMM-Statusseminar, 18.04.2008, Karlsruhe
- 13.06.2008 Feist, M.: Sedimentationsuntersuchungen zum Trennverhalten von Faser-Partikel Suspensionen.
- Fraunhofer Institut, Chemische Technologie, 12.–13. Juni 2008, Fraunhofer ICT, Pfinztal

- 24.06.2008      Hirsch, G.: Fine particles separation in recovered paper suspensions.  
Zellcheming, 24.-26.06.2008, Wiesbaden
- 23.06.2009      Hirsch, G.: Separation of fibre fines and inorganic fines in recovered paper  
suspensions.  
Zellcheming, 23.-25.06.2009, Wiesbaden

## **5 Danksagung**

Das Forschungsvorhaben (FV-Nr. 14650 N) wurde aus Haushaltsmitteln des Bundesministeriums für Wirtschaft und Technologie (BMWi) über die Arbeitsgemeinschaft industrieller Forschungsvereinigungen „Otto von Guericke“ e.V. (AiF) gefördert. Dafür sei an dieser Stelle gedankt. Unser Dank gilt weiterhin den Projektbegleitern aus der Industrie für deren Unterstützung.

## 6 Literatur

- 1 Gullichsen, J.; Paulapuro, H.: Papermaking Science and Technology. Book 7: Götttsching, L.; Pakarinen, H.: Recycled Fiber and Deinking. Helsinki: Fapet Oy, 2000. ISBN 952-5216-07-1
- 2 Erhard, K.; Strunz, A.-M.: Verbesserung der mechanischen Eigenschaften von Wellpappenroh-papieren durch selektive Abtrennung anorganischer Komponenten im Prozess der Stoffaufbereitung. PTS Heidenau, Forschungsvorhaben BMWA-1129/02, Forschungsbericht PTS-FB 17/04, Heidenau:2004
- 3 Hamm, U.; Bobek, B.; Götttsching, L.: Bilanzierung organischer Inhaltstoffe bei der Papiererzeugung aus Altpapier. Institut für Papierfabrikation der Technischen Universität Darmstadt, Schlussbericht AiF-Nr. 11565 N, Darmstadt, 2001
- 4 Ortner, G.; Heimonen, J.: MuSTCell™ von Metso Paper für optimierte Flotation. Wochenblatt für Papierfabrikation, 129 (2001), vol. 8, S. 485-487
- 5 Beneventi, D.; Carré, B.: The Mechanisms of Flotation Deinking and the Role of Fillers. Progress in Paper Recycling, 9 (1999), vol. 2, S. 77-85
- 6 Henkel KgaA: Verfahren zur Flotation von Füllstoffen aus Altpapier in Gegenwart von Polymeren und/oder Copolymeren. Deutsches Patent Nr. 3928842 A1
- 7 Selder, H.; Dockal-Baur, J.; Borschke, D.: Aufbesserung von Altpapierstoffen für die Verpackungspa-pierherstellung durch Decrilling. Wochenblatt für Papierfabrikation, 130 (2002), vol. 5, S. 292-298
- 8 Gabl, H.; Waupotitsch, M.: Erhöhung der Ausbeute bei der Erzeugung von Deinkingstoff durch den Einsatz des CleanFlot™ Systems. PTS-CTP Deinkingsymposium, Leipzig, 2004
- 9 ISO 1762: 2001-12-01. Paper, board and pulps – Determination of residue (ash) on ignition at 525 °C

- 10 DIN 54370: 2007-06. Prüfung von Papier und Pappe - Bestimmung des Glührückstandes
- 11 Feist, M.; Nirschl, H.; Wagner, J.; Hirsch, G.; Schabel, S.: Experimental results for the settling behaviour of particle-fibre mixtures. *Physical Separation in Science and Engineering*, vol. 2007, Article ID 91740, 6 pages, 2007. doi:10.1155/2007/91740
- 12 Beiser, M.: Sedimentation submikroner Partikel in Abhängigkeit physikalisch-chemischer Einflüsse und ihr Separationsverhalten in Dekantierzentrifugen. Universität Karlsruhe (TH), Dissertation, 2006
- 13 Bickert, G.: Sedimentation feinsten suspendierter Partikeln im Zentrifugalfeld. Universität Karlsruhe (TH), Dissertation, 1997
- 14 Butler, J. E.; Shaqfeh, E. S. G.: Dynamic simulations of the inhomogeneous sedimentation of rigid fibres. *J. Fluid Mech.*, vol. 468 (2002), S. 205-237
- 15 Herzhaft, B.; Guazzelli, E.: Experimental study of the sedimentation of dilute and semi-dilute suspensions of fibres. *J. Fluid Mech.*, vol. 384 (1999), S. 133-158
- 16 Hirsch, G.; Wagner, J.; Schabel, S.; Feist, M.: Fine Particles Separation in Recovered Paper suspensions. *IPW*, 2008, vol. 9, S. 48-50
- 17 Feist, M.; Hirsch, G.; Nirschl, H.: Sedimentationsuntersuchungen zum Trennverhalten von Faser-Partikel-Suspensionen. *Chemie Ingenieur Technik* 81, vol. 6 (Juni 2009), S. 811-815
- 18 Stokes, G. G.: On the Theories of the Internal Friction of Fluids in Motion of Pendulums. *Trans. Cambridge Phil. Soc.*, vol. 9 (1851), S. 8-106
- 19 Brady, J. F.; Bossis, G.: Stokesian Dynamics. *Ann. Rev. Fluid Mech.*, vol. 20 (1988), S. 111-157
- 20 Durlofsky, L.; Brady, J. F.; Bossis, G.: Dynamic simulations of hydrodynamically interacting particles. *J. Fluid Mech.*, vol. 180 (1987), S. 21-49
- 21 Claeys, I. L.; Brady, J. F.: Suspensions of prolate spheroids in Stokes flow. Part 1. Dynamics of a finite number of particles in an unbounded fluid. *J. Fluid Mech.*, vol. 251 (1993), S. 411-442