

Verbesserung der optischen Eigenschaften des Deinkstoffes unter Berücksichtigung der Partikelgrößenverteilung von Druckfarben beim Deinkingprozess

J. Strauss und K. Blasius

Zusammenfassung

Im Mittelpunkt der Qualitätskriterien für deinkte Stoffe (DIP) stehen ihre optischen Eigenschaften, also Weißgrad, Helligkeit, Farbort und Reinheit. Für einen effizienten Druckfarbenaustrag im Flotationsdeinkingprozess müssen die abgelösten Druckfarbenpartikel in einem bestimmten Größenspektrum vorliegen. Probleme bei der Druckfarbentfernung machen sowohl zu kleine als auch zu große Teilchen. Die nicht abgetrennten Partikel beeinflussen die optischen Eigenschaften des Deinkstoffes negativ. Insbesondere kleine Partikel reichern sich in den Kreislaufwässern an und führen bei Wiederverwendung zu einer Abdunklung des Deinkstoffes.

In dem Beitrag werden die wesentlichen verfahrenstechnischen Einflüsse auf die Partikelgrößenverteilung von Druckfarben im suspendierten Altpapierstoff und ihre jeweilige Auswirkung auf die Abtrennung im Flotationsprozess beleuchtet. Diese Ergebnisse bilden die Basis für Ansatzpunkte zur Verbesserung der Abtrennung bzw. des Austrags der Druckfarben beim Flotations-Deinking-Prozess.

Die Untersuchungen führten zu folgenden Erkenntnissen:

- Hinsichtlich der Partikelgrößenverteilung zeigte sich bei dem untersuchten Druckprodukt, dass nur der Bereich kleiner Klassen für die Entfernung relevant ist. Dabei erfolgt in jeder Größenklasse ein Austrag von Druckfarbenteilchen. Im Vergleich werden erst Partikel im Bereich $< 5 \mu\text{m}$ unzureichend bei der Flotation entfernt.
- Ein erhöhter Anteil in der Größenklasse $< 5 \mu\text{m}$ ist tendenziell festzustellen bei hoher Zerfaserungsdauer und geringer Ölsäurekonzentration in Verbindung mit geringer Natronlaugenmenge. Als Haupteinflussgrößen auf die Partikelgrößenverteilung wurden die Deinkingchemikalien-Rezeptur und die Zerfaserungsdauer identifiziert.
- Mit den im Rahmen des Projektes ermittelten Daten basierend auf der statistischen Versuchsplanung lassen sich Optimierungen für ein verbessertes Deinkingergebnis unter Nutzung des MODDE Optimizer-Tools durchführen.
- Prozesswasser mit einem hohen Anteil kleiner Druckfarbenpartikel übt einen deutlich negativen Einfluss auf die Deinkingstoff-Qualität aus, insbesondere bei Einsatz vor der Flotation. Mittels Druckentspannungsflotation bei Einsatz geeigneter Hilfsmittel (in diesem Fall PAC mit kationenaktiver Komponente) wird ein effizienter Austrag von Farbpartikeln aus dem Kreislaufwasser erzielt.
- Die Bestimmung der Partikelgrößenverteilung erwies sich als wichtiges zusätzliches Tool bei der Systemanalyse. So konnten Untersuchungen in einer Deinkinganlage den Zusammenhang zwischen Rohstoff Altpapier, chemische Verhältnisse (zu hohe Alkalität), schlechtes Flotationsergebnis und Partikelgrößenverteilung aufzeigen. Durch die darauf aufbauende Verfahrensänderung - Änderung der chemischen Verhältnisse (Reduzierung des NaOH-Einsatzes) - konnte eine deutliche Verbesserung des Weißgrads im Vergleich zu den Werten vor der Optimierung erzielt werden.

Danksagung

Die mitgeteilten Ergebnisse wurden im Rahmen des Forschungsvorhabens AiF 13632 gewonnen, das durch die Arbeitsgemeinschaft industrieller Forschungsvereinigungen „Otto von Guericke“ e.V. (AiF), Köln, mit finanziellen Mitteln des Bundesministeriums für Wirtschaft und Technologie (BMWi) gefördert wurde. Dafür sei an dieser Stelle herzlich gedankt.

Improvement in the optical properties of deinked pulp with reference to the particle size distribution of printing inks during the deinking process

J. Strauss and K. Blasius

Abstract

Quality criteria for deinked pulps (DIP) focus on their optical properties, i.e. brightness, luminosity, chromaticity co-ordinates and cleanliness. The ink particles that are removed must exist in a specific size spectrum for ink elimination to be effective in the flotation deinking process. Particles that are both too large and too small give rise to problems during ink removal. The particles that have not been separated have a negative impact on the optical properties of the DIP. Small particles in particular accumulate in the circuit water and cause the DIP to darken when such circuit water is used.

This paper takes a critical look at the important process-related parameters that influence the particle size distribution of inks in the suspended recovered paper pulp and their respective impact on ink separation in the flotation process. These results lay the basis for improving ink separation and elimination during the flotation deinking process.

The studies conducted brought forth the following findings:

- Regarding the particle size distribution, the print product examined showed that only the range of small classes is relevant to ink removal. Ink particles were removed in every size class. By contrast, only particles in the range $< 5 \mu\text{m}$ were not adequately removed during flotation.
- A high proportion tends to be found in size class $< 5 \mu\text{m}$ as a result of a long pulping time and low oleic acid concentration together with a low amount of sodium hydroxide solution. The formulation of the deinking chemicals and the pulping time were identified as the main factors that influenced particle size distribution.
- Based on the Design of Experiments (DoE), the data gathered within the scope of this project can be used for optimisation purposes to produce improved deinking results using the MODDE optimizer tools.
- Process water with a high share of small ink particles has a distinctly negative impact on the quality of the DIP, especially when used prior to flotation. Efficient discharge of ink particles from the circuit water is achieved by dissolved air flotation together with the use of a suitable additive (PAC with a cationic component in this case).
- Determination of the particle size has proved to be an important auxiliary tool in system analysis. In this way, studies conducted in a deinking plant were able to show the relationship between recovered paper as the raw material, chemical conditions (excessive alkalinity), poor flotation results and particle size distribution. The process changes that were made as a result – a change in the chemical conditions (reduction in the amount of NaOH) – were able to bring about a marked improvement in brightness compared with the values prior to optimisation.

Acknowledgements

The results published were obtained with the scope of research project AiF 13632 that was sponsored by the German Federation of Industrial Cooperative Research Associations "Otto von Guericke" e.V. (AiF), Cologne, with funding from the Federal Ministry of Economics and Technology (BMWi). We would like to express our gratitude for this funding and support.

1 Einleitung

Altpapierstoff, also aufbereitetes Altpapier ist heute in Deutschland der wichtigste Faserstoff für die Papierindustrie. Neben einer weiterhin angestrebten Steigerung des Altpapier-Einsatzes ist ein konstant hohes Niveau beim Einsatz von Altpapier in den verschiedenen Produktkategorien sicherzustellen. Dies kann nur gelingen, wenn entsprechende Qualitätsniveaus des Altpapierstoffes gewährleistet werden. Im Mittelpunkt der Qualitätskriterien für deinkte Stoffe (DIP) stehen dabei ihre optischen Eigenschaften, also Weißgrad, Helligkeit, Farbort und Reinheit. Für einen effizienten Druckfarbenaustrag im Flotationsdeinkingprozess müssen die abgelösten Druckfarbenpartikel in einem bestimmten Größenspektrum vorliegen. Probleme bei der Druckfarbenentfernung machen sowohl zu kleine als auch zu große Teilchen. Die nicht abgetrennten Partikel beeinflussen die optischen Eigenschaften des Deinkstoffes negativ. Insbesondere kleine Partikel reichern sich in den Kreislaufwässern der Deinkinganlage an und führen bei Wiederverwendung der Wässer zu einer Abdunklung des Deinkstoffes. Für eine effiziente Druckfarbenentfernung müssen daher die verfahrenstechnischen Bedingungen so gewählt werden, dass die Druckfarbenpartikel in einem geeigneten Größenspektrum vorliegen.

Vor diesem Hintergrund war das Ziel der nachfolgend wiedergegebenen Untersuchungen die Ermittlung der wesentlichen verfahrenstechnischen Einflüsse auf die Partikelgrößenverteilung von Druckfarben im suspendierten Altpapierstoff und ihre jeweilige Auswirkung auf die Abtrennung im Flotationsprozess. Basierend auf diesen Kenntnissen - insbesondere über die Partikelgrößenverteilung - sollten Möglichkeiten zur Verbesserung der Abtrennung bzw. des Austrags der Druckfarben beim Flotations-Deinking-Prozess aufgezeigt werden.

2 Anforderungen an Altpapierstoffe für die Herstellung von graphischen Papieren und Hygienepapieren

Voraussetzung für den Einsatz großer Mengen Altpapierstoff in graphischen Papieren sowie in Hygienepapieren ist die Gewährleistung eines bestimmten vom Markt definierten Qualitätsniveaus. Die erzeugten Qualitäten der deinkten Stoffe - und die damit verbundenen Kosten - werden von den Anforderungen nach dem Einsatz im Endprodukt geprägt. Die Anforderungen an den Weißgrad des deinkten Stoffs, z.B. für den Einsatz bei Zeitungsdruckpapieren, liegen im Mittel bei 59 %. Deinkte Stoffe für den Einsatz bei höherwertigen Papieren müssen Weißgrade von 65 % und mehr aufweisen. Störend auf die Reinheit des Papiers wirken sich Schmutzpunkte aus, vor allem solche, die mit dem Auge sichtbar sind. Auch hier sind die Anforderungen hinsichtlich Freiheit von Schmutzpunkten höher, wenn der deinkte Stoff bei aufgebesserten Sorten zum Einsatz kommen soll. Ähnliche Anforderungen an den Weißgrad und die Reinheit der Altpapierstoffe werden beim Einsatz zur Herstellung von Hygienepapieren gestellt. Daher stehen im Mittelpunkt der Qualitätskriterien für deinkte Stoffe ihre optischen Eigenschaften, also Weißgrad, Helligkeit, Farbort und Reinheit [1-4].

Das heute vorliegende hohe Sammelniveau von Altpapier sowie die installierten Sammelsysteme haben erfahrungsgemäß zu einer zunehmenden qualitativen Verschlechterung des zur Verfügung stehenden Altpapiers geführt. In der Fortschreibung der Selbstverpflichtung vom September 2001 verpflichten sich die Hersteller graphischer Papiere in Deutschland die Quote für die stoffliche Verwertung graphischer Altpapiere dauerhaft auf einem Niveau von $80 \% \pm 3 \%$ zu halten. Die Folge sind Schwierigkeiten, die Standards hinsichtlich Ausbeute und optischer Eigenschaften (u.a. Weißgrad) - insbesondere für den Einsatz zur Herstellung höherwertiger altpapierhaltiger Neupapiere - zu gewährleisten. Daher ist es zwingend notwendig, die Effizienz der Prozesse der Altpapieraufbereitung weiter zu verbessern. Dies setzt jedoch eine verstärkte verfahrenstechnische Durchdringung der dabei ablaufenden Vorgänge voraus. Hinsichtlich der Prozesse zur Erzeugung von Altpapierstoff für die Herstellung von graphischen Papieren und Hygienepapieren kommt der Druckfarbenentfernung aus Altpapierstoffsuspensionen eine wesentliche Bedeutung zu. Das Flotationsdeinkingverfahren ist das in Deutschland dominierende Verfahren zur Druckfarbenentfernung. Es stellt eine Schlüsseltechnologie bei der Altpapieraufbereitung dar [2-6].

3 Flotations-Deinking-Prozess und sein Einfluss auf das Deinkingergebnis

Grundsätzlich hängen die optischen Eigenschaften des deinkten Fertigstoffes ganz wesentlich davon ab, wie erfolgreich die Druckfarbe vom Altpapier entfernt werden kann. Das dafür eingesetzte Flotations-Deinking-Verfahren lässt sich in zwei Prozess-Schritte unterteilen:

- Lösen der Verbindung zwischen Faserstoff und Druckfarbe mit Druckfarben-Dispergierung in der Stoffsuspension beim Zerfasern, wobei eine Wiedieranlagerung an die Fasern zu verhindern ist,
- Abtrennen der in der Suspension dispergierten Farbpartikel mittels Flotation.

Angesichts der unterschiedlichen Druckfarbenzusammensetzung und der vielfältigen Wechselwirkungen zwischen Papier und Farbe ist die Druckfarbenentfernung eine komplexe Aufgabe. Das gleichzeitige Ablaufen zahlreicher physikalisch-chemischer Vorgänge an Grenzflächen beim Deinking-Prozess führt zu einer großen Anzahl an Wechselwirkungen. Die Effektivität der Druckfarbenentfernung wird von den Prozessschritten beim Ablösen der Druckfarben von den Fasern und dem Abtrennen der Druckfarbenpartikel durch Flotation beeinflusst.

Für einen effizienten Druckfarbenaustrag im Flotations-Deinking-Prozess müssen die abgelösten Druckfarbenpartikel in einem bestimmten Größenspektrum vorliegen. Probleme bei der Druckfarbenentfernung machen sowohl zu kleine als auch zu große Teilchen. Die Einflussgrößen, die die bei der Flotation vorliegende Partikelgrößenverteilung der Druckfarbenreste bestimmen, sind vielfältig. Das Druckerzeugnis sowie die Bedingungen bei der Zerfaserung beeinflussen maßgeblich die Druckfarbenablösung und das Partikelgrößenspektrum. Betrachtet man dazu die Druckerzeugnisse, so enthalten die vereinzelt eingesetzten wasserbasierenden Druckfarben, die für Flexozeitungsdruck oder Illustrationstiefdruck verwendet werden, Bindemittel, die im alkalischen Bereich löslich sind. Dies hat zur Folge, dass solche Farben beim Deinken nicht als Bruchstücke eines Druckfarbenfilms vorliegen, sondern als kleinste, nicht vom Bindemittel umhüllte, hydrophile Pigment-Primärteilchen in Größenordnungen zum Teil weit unter 1 µm. Diese Teilchen sind viel zu klein für die Flotation und können daher durch Flotation nicht entfernt werden. Druckfarbenpartikel, die zu groß für den Flotationsprozess sind, liegen vor, wenn zähe, vernetzte Farbfilme in dicker Schicht auf gestrichenen Papieren vorhanden sind. Diese Problematik kann sich auf gestrichenen Papieren mit UV-Farben oder herkömmlichen Bogenoffsetfarben, die mit UV-Lack überzogen sind, ergeben. Die Bedingungen bei der Zerfaserung beeinflussen aber auch die Druckfarbenablösung und das Partikelgrößenspektrum bei konventionellen Druckerzeugnissen. Wesentliche Faktoren sind dabei die chemischen Verhältnisse (Art und Dosierung der Chemikalien), die Betriebsbedingungen (Energieeintrag, Temperatur) sowie die Wasserqualität. Aber auch die chemischen Verhältnisse beim Zusammenspiel von Zerfaserung und nachfolgender Flotation spielen eine Rolle [7-14].

Prinzipiell führt die Anwesenheit von Restdruckfarbenpartikeln zu einer Abnahme des Reflexionsvermögens. So wirken sich die nicht abgetrennten Partikel negativ auf die optischen Eigenschaften des Deinkstoffes (Weißgrad, Schmutzpunkte) aus. Die Abnahme des Reflexionsvermögens ist insbesondere eine Funktion der Teilchengröße der Druckfarbenpartikel. Infolge der zunehmenden spezifischen Oberfläche führen kleinere Partikel zu deutlich höheren Weißgradverlusten als größere Partikel. Zurückgeführt wird dieses optische Phänomen auf den so genannten Lichtfangeffekt bzw. Yule-Nielsen-Effekt, der die erhöhte Absorption des Lichts mit abnehmender Partikelgröße erklärt. Das im Papiergefüge gestreute Licht wird insbesondere von kleinen Druckfarbenpartikeln absorbiert. Dieser Effekt tritt unabhängig von der Wellenlänge des Lichts auf. Weiterhin reichern sich kleine Partikel in den Kreislaufwässern der Deinkinganlage an und führen bei Wiederverwendung der Wässer zu einer Qualitätsverschlechterung des Deinkstoffes. Bei den heute in den AP-Aufbereitungsanlagen eingegengten bzw. weitgehend geschlossenen Wasserkreisläufen erfolgt eine Mehrfachnutzung der Prozesswässer (Wiederverwendung der Kreislaufwässer zur Suspendierung oder zur Verdünnung). Dies hat entsprechende Auswirkungen auf die Qualitätseigenschaften des damit erzeugten Altpapierstoffs (Qualitätsminderungen, z.B. Abdunklung der Faserstoffsus-

pension, Reduzierung der Wirksamkeit der Bleichchemikalien beim Altpapieraufbereitungsprozess) [13,15-17].

4 Projektbearbeitung - Methodik

4.1 Konzept für die Durchführung des Projekts

In einem ersten Schritt wurden durch systematische Untersuchungen die grundsätzlichen Zusammenhänge zwischen den jeweiligen Einflussfaktoren und dem Partikelgrößenspektrum und dem zu erwartenden Deinkingergebnis herausgearbeitet (Prozessstufen Zerfaserung / Flotation). Dieser Arbeitsschritt bildete den Schwerpunkt im Rahmen der Projektbearbeitung.

Weiterführende Untersuchungen befassten sich mit der Qualität des Kreislaufwassers und seinem Einfluss auf das Deinkingergebnis. Kreislaufwässer weisen je nach Systemschaltung bzw. Behandlung kleine Druckfarbenpartikel auf. Bei Wiederverwendung dieser Wässer werden diese Partikel wieder in das Stoffsystem eingebracht. Da erwartet wird, dass die Partikelgrößenverteilung im Kreislaufwasser im Hinblick auf das Deinkingergebnis auch eine Rolle spielt, wurden die Auswirkungen auf Partikelgrößenspektrum und Deinkingergebnis bedingt durch das Einbringen von verunreinigtem Kreislaufwasser untersucht.

Mit dem bei diesen Untersuchungen generierten Know-how sollten Ansätze für Verbesserung der Abtrennung bzw. des Austrags der Druckfarben beim Flotations-Deinking-Prozess identifiziert und entsprechende Möglichkeiten aufgezeigt werden.

Tabelle 1 gibt die wesentlichen Arbeitsschritte der Projektbearbeitung wieder.

Tab. 1 Arbeitsschritte im Überblick

Lfd. Nr.	vergleiche Kapitel	Arbeitsschritte
1	5.1	Ermittlung der Auswirkung wesentlicher chemisch-physikalischer Einflussgrößen und ihrer Wechselwirkungen auf die Partikelgrößenverteilung und das Flotationsergebnis
2	5.2	Ermittlung der Auswirkung der Wasserqualität auf Partikelgrößenverteilung und Flotationsergebnis
3	5.3	Zusammenfassende Bewertung der Ergebnisse und Ableitung von möglichen prozesstechnische Maßnahmen zur Verbesserung der Abtrennung bzw. des Austrags der Druckfarben beim Flotations-Deinking-Prozess
4	5.4	Anwendung der Kenntnisse über Partikelgrößenverteilung und Deinkingergebnis im praktischen Einsatz (Betriebsuntersuchungen).

4.2 Wesentliche angewandte Messmethoden - Faserstoff- / Filtratbewertung

- Bewertung der optischen Eigenschaften der Faserstoffe an Nutschenblättern - Nutschenblattbildung entsprechend der INGEDE-Methode 1: ‚Herstellung von Probeblättern aus Deinkingstoff für die Bestimmung der optischen Eigenschaften‘.
- Ermittlung folgender optischer Eigenschaften:
 - Reflexionsfaktor R457 (Weißgrad) nach DIN 53 145-T01 (04.92), die Probenbeleuchtung erfolgte mit UV-Sperrfilter,
 - Hellbezugswert Y nach DIN 53 140 (07.92),
 - L*,a*,b* Farbmaßzahlen nach DIN 6172-79.

- Ermittlung der Ink Elimination IE über den Lichtabsorptionskoeffizient k bei einer Wellenlänge von 700 nm entsprechend der INGEDE-Methode 10/1999.
- Partikelgrößenverteilung der Druckfarben: Integrale optische Messgrößen hängen in erheblichem Maß vom Größenspektrum der Druckfarbenpartikel ab, gestatten aber keine Rückschlüsse auf dieses Spektrum. Die Anzahl und die Größenverteilung der im Stoff vorhandenen Druckfarbenpartikel waren im Rahmen dieses Projektes eine wichtige zu ermittelnde Größe. Für deren Ermittlung wurde eine an der PTS entwickelte Methode eingesetzt, die es gestattet über die bildanalytische Schmutzpunktanalytik mit kamera- und scannerbasierter Bildgewinnung, die vorhandenen Druckfarbenmengen zu quantifizieren. Besondere Bedeutung kommt der Probenpräparation zu, die sicherstellt, dass eine Monoschicht des Fasergefüges vorliegt, damit die Druckfarbenpartikel nicht überdeckt werden. Die Ermittlung der Partikelgrößenverteilung (nach Zerfaserung sowie nach Flotation) erfolgte mittels bildanalytischer Auswertung hinsichtlich Anzahl und Fläche an mit 4 g/m^2 Stoff belegten Filtern. Dazu wird für die Bewertung der Partikel größer $30 \mu\text{m}$ die erforderliche Stoffmenge im Blattbildner über Weißbandfilter (Selecta Nr. 595) filtriert (RK-Filter 4 g/m^2); für die Auswertung der Partikel kleiner $30 \mu\text{m}$ unter dem Mikroskop wird die erforderliche Stoffmenge über einen Cellulose-Membranfilter ($0,45 \mu\text{m}$ Porendurchmesser) entwässert (Membranfilter 4 g/m^2). Als Bildanalyzesystem dient das an der Forschungsstelle entwickelte PTS-DOMAS unter Verwendung eines hoch auflösenden Scanners sowie eines Forschungsmikroskops (Teilchengrößenspektrum $> 1 \mu\text{m}$) [20].

5 Durchgeführte Untersuchungen und Ergebnisse

5.1 Ermittlung der Auswirkung wesentlicher chemisch-physikalischer Einflussgrößen und ihrer Wechselwirkungen auf die Partikelgrößenverteilung und das Flotationsergebnis

Die Versuche zielten darauf ab, einen möglichen Zusammenhang aufzuzeigen zwischen der vorliegenden Partikelgrößenverteilung des undeinkten Stoffes in Abhängigkeit der unterschiedlichen Betriebsbedingungen und dem Druckfarbenaustrag beim Flotationsprozess (Flotationsergebnis).

5.1.1 Versuchsbeschreibung

Die Erstellung des Versuchsplans erfolgte mit Hilfe der statistischen Versuchsplanung. Diese kommt immer dann zur Anwendung, wenn - wie in diesem Fall - durch Variation vieler Einflussgrößen sehr viele Einzelversuche resultieren. Tabelle 2 gibt die ausgewählten Ziel- und Einflussgrößen wieder. Im Vordergrund standen dabei insbesondere die chemischen und mechanischen Einflussgrößen des Aufbereitungsprozesses.

Tab. 2 Ausgewählte Ziel- und Einflussgrößen

Zielgrößen	Einflussgrößen
<ul style="list-style-type: none"> ➤ Druckfarbenpartikelgrößenverteilung ➤ Optische Eigenschaften des Altpapierstoffs 	<ul style="list-style-type: none"> ➤ pH-Wert bei der Zerfaserung (Verhältnis von Natronlauge und Wasserglas) ➤ Seife (Konzentration der Seife, Seifenart) ➤ Temperatur bei Zerfaserung ➤ Zerfaserungsdauer (Einfluss der Scherbeanspruchung bei Zerfaserung)

Bei den im Rahmen dieses Arbeitsschrittes aufgestellten Versuchsplänen handelt es sich um faktorielle Pläne. Dabei werden jeweils zwei Faktorenstufen so miteinander kombiniert, dass in der Versuchsmatrix alle Kombinationsmöglichkeiten enthalten sind. Bei den Untersuchun-

gen werden zwei Merkmalsausprägungen je Einflussgröße gewählt, die jeweils einen großen Unterschied aufweisen. Die Ergebnisse einer Versuchsreihe werden mit den Mitteln der Statistik validiert. Bei dieser Faktorenanalyse wird gleichzeitig die gegenseitige Wechselwirkung der Größen untereinander - ihre faktorielle Zusammengehörigkeit - getestet. Über eine mathematische Auswertung (Berechnung der Varianzen und Prüfgrößen – Signifikanz-Test) lassen sich Aussagen über den jeweiligen Einfluss auf die Zielgröße treffen [18,19].

Für die statistische Versuchsplanung sowie für die damit in Verbindung stehende Auswertung wurde das Statistik-Programm MODDE Version 7.0 (Fa. Umetrics AB) eingesetzt. Das Programm erstellt einen Versuchsplan, der die Reihenfolge der Versuche („Run Order“) nach dem Zufallsprinzip festlegt. Hiermit wird gewährleistet, dass durch eine Zufallsreihenfolge die nicht kontrollierbaren Einflüsse auf die Versuche eliminiert werden (Randomisierung). Tabelle 3 zeigt ein Beispiel für ein Worksheet das mittels Programm MODDE erstellt wurde.

Tab. 3 Beispiel Worksheet MODDE

Exp No	Exp Name	Run Order	Incl/Excl	Temperatur	Dauer	Seife	NaOH	WG-UP	WG-DIP	WG-WP	K-UP	K-DIP
5	V 01 Standard	1	Incl	52,5	20	0,8	0,6					
1	V 02	2	Incl	40	10	0,4	0,1					
4	V 03	3	Incl	40	30	0,8	0,6					
2	V 04	4	Incl	65	10	0,8	0,1					
3	V 05	5	Incl	65	30	0,4	0,6					
6	V 06	6	Incl	40	30	0,4	0,1					
9	V 07	7	Incl	40	10	0,8	0,6					
21	V 08 Standard	8	Incl	52,5	20	0,8	0,6					
22	V 09 Standard	9	Incl	52,5	20	0,8	0,6					
8	V 10	10	Incl	65	10	0,4	0,6					
7	V 11	11	Incl	65	30	0,8	0,1					
10	V 12 Standard	12	Incl	52,5	20	0,8	0,6					
13	V 13	13	Incl	40	10	0,4	0,6					
15	V 14 Standard	14	Incl	52,5	20	0,8	0,6					
12	V 15	15	Incl	40	30	0,8	0,1					
14	V 16	16	Incl	65	10	0,8	0,6					
11	V 17	17	Incl	65	30	0,4	0,1					
17	V 18	18	Incl	40	10	0,8	0,1					
19	V 19	19	Incl	65	30	0,8	0,6					
20	V 20 Standard	20	Incl	52,5	20	0,8	0,6					
18	V 21	21	Incl	40	30	0,4	0,6					
16	V 22	22	Incl	65	10	0,4	0,1					

WG: Weißgrad; UP: undeinkter Stoff; DIP: deinkter Stoff; WP: gewaschener Stoff; K: K₇₀₀.

Insgesamt wurden nach dieser Vorgehensweise drei Versuchsreihen durchgeführt, die sich in der Art der Vorbereitung des Altpapiers bzw. dem verwendeten Seifentyp unterscheiden:

- Beschleunigt gealtertes Altpapier – Seife A
- Ungealtertes Altpapier – Seife A
- Ungealtertes Altpapier – Seife B.

Für die jeweilige Merkmalsausprägung wurden im Labormaßstab Flotationsdeinkingversuche wie in Abb. 1 dargestellt durchgeführt.

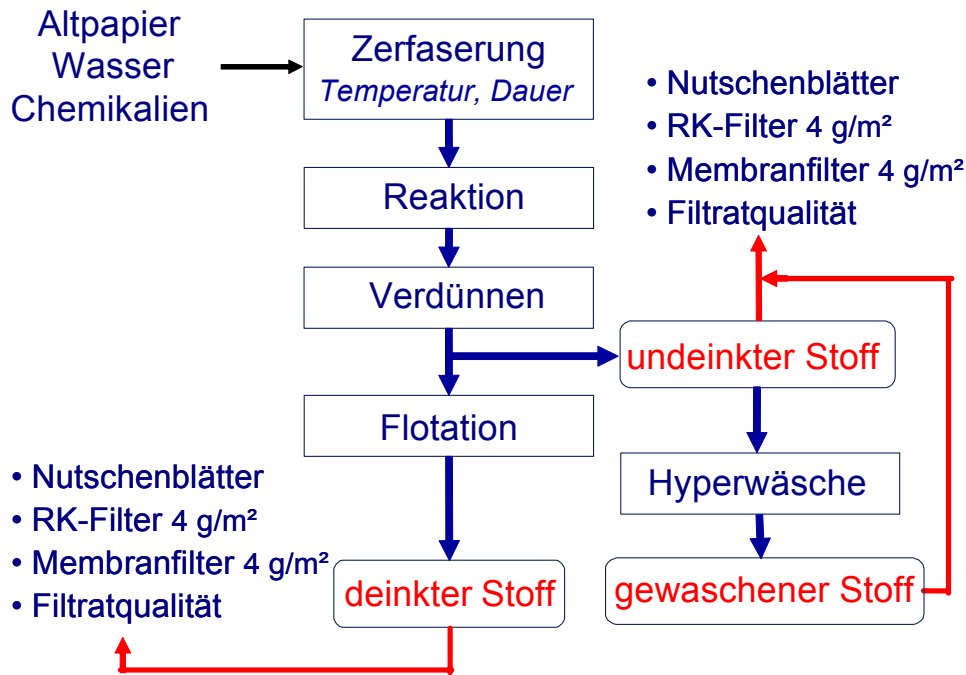


Abb. 1 Verfahrensablauf der Untersuchungen

Versuchsmaterialien

Tab. 4 Verwendete Versuchsmaterialien

Rohstoff (Altpapier)	Tageszeitungen, Offset-Druck
Deinkingchemikalien	Natronlauge Wasserglas Wasserstoffperoxid Seife A: Ölsäure (ungesättigte Fettsäure) Seife B: Natriumseife der Stearinfettsäure

Als Rohstoff für die Versuche wurden Tageszeitungen eingesetzt. Die Wahl der Tageszeitungen erfolgte aufgrund der mengenmäßigen Bedeutung der Offsetdruckerzeugnisse und der Tatsache, dass Probleme im Hinblick auf die Deinkbarkeit vorwiegend bei Offsetdrucken auf ungestrichenen Papieren (insbesondere bei holzhaltigen Papieren) auftreten können.

5.1.2 Auswertung / Datenanalyse

Erste Auswertungen bei der Bearbeitung zeigten Überlagerungen der Wirkung unterschiedlicher Einflussgrößen sowie das Vorhandensein von Störgrößen bei der Durchführung der Versuche (unvorhergesehene Einflüsse). Aufgrund der komplexen Zusammenhänge erschien es daher notwendig, neben der Auswertung mittels MODDE (Faktorenanalyse), die Versuchsergebnisse hinsichtlich ihrer Wirkungen und Tendenzen zusätzlich einer detaillierten Analyse ohne Verwendung der Auswertesoftware zu unterziehen. Aus diesem Grund erfolgte die Auswertung zweigeteilt:

- Konventionelle Betrachtung der Versuchsergebnisse – graphische Darstellung möglicher Zusammenhänge zwischen physikalischen / chemischen Einflüssen und den optischen Eigenschaften bzw. der Druckfarbenpartikelgrößenverteilung,
- Auswertung mittels Software MODDE.

5.1.3 Ausgewählte Ergebnisse – Ergebnisse der Untersuchungen mit ungealtertem Rohstoff

Stellvertretend für die durchgeführten Versuchsreihen sind im Folgenden die Ergebnisse der Versuchsreihe mit ungealtertem Rohstoff detailliert wiedergegeben. Die Ergebnisdarstellung umfasst die optischen Eigenschaften der Altpapierstoffe sowie ihre Druckfarbenpartikelgrößenverteilung für die jeweiligen Versuchseinstellungen, wobei für die Darstellung hinsichtlich des Chemikalieneinsatzes jeweils die niedrigste und höchste Chemikalienkonzentration (Bereich der größten Unterschiede) gewählt wurde.

				Seifenzugabe: Seife A (Ölsäure)			
				0,4 %		0,8 %	
				pH-Wert		pH-Wert	
				1,2 % Wasserglas, 0,1 % NaOH	1,2 % Wasserglas, 0,6 % NaOH	1,2 % Wasserglas, 0,1 % NaOH	1,2 % Wasserglas, 0,6 % NaOH
Zerfaserungs- dauer	10 min	Suspensions- temperatur	40 °C	V 2	V 13	V 18	V 7
			65 °C	V 22	V 10	V 4	V 16
	30 min	Suspensions- temperatur	40 °C	V 6	V 21	V 15	V 3
			65 °C	V 17	V 5	V 11	V 19

Standard-/Vergleichsversuche		Seife A (Ölsäure) 0,8 %
		1,2 % Wasserglas / 0,6 % NaOH
Zerfaserungsdauer 20 min	Suspensionstemperatur 50 °C	V 1, V 8, V 9, V 12, V 14, V 20

Abb. 2 Versuchsplan: Versuchsreihe – ungealterter Rohstoff – Seife A

Ablösung der Druckfarbenpartikel

Wie Abb. 3 zeigt, verbessert eine hohe Chemikalienkonzentration (0,6 % Natronlauge und 0,8 % Ölsäure) den Weißgrad beim undeinkten- und deinkten Stoff. Dies ist auf eine verbesserte Agglomeration der Druckfarbenpartikel durch die Sammlerfunktion der Chemikalien – Bildung von Ca-Seife unter alkalischen Bedingungen – zurückzuführen. So führt das Vorhandensein kleinerer Partikel zu einem geringeren Weißgrad im Vergleich zu größeren Partikeln (Vergleiche auch Abb. 5 und Abb. 8 - Partikelgrößenverteilung). Bei geringer Chemikalienkonzentration erhält man durch das Vorliegen vieler kleiner Partikel einen niedrigeren Weißgrad.

Eine hohe Zerfaserungsdauer bewirkt durch eine längere Wirkung der Scher- und Prallkräfte tendenziell eine Weißgradreduzierung des undeinkten Stoffes (Zerkleinerung der Druckfarbenpartikel). Gleichzeitig ergibt eine hohe Zerfaserungsdauer eine verbesserte Druckfarbenpartikelablösung, was sich gleichfalls negativ auf den Weißgrad auswirkt.

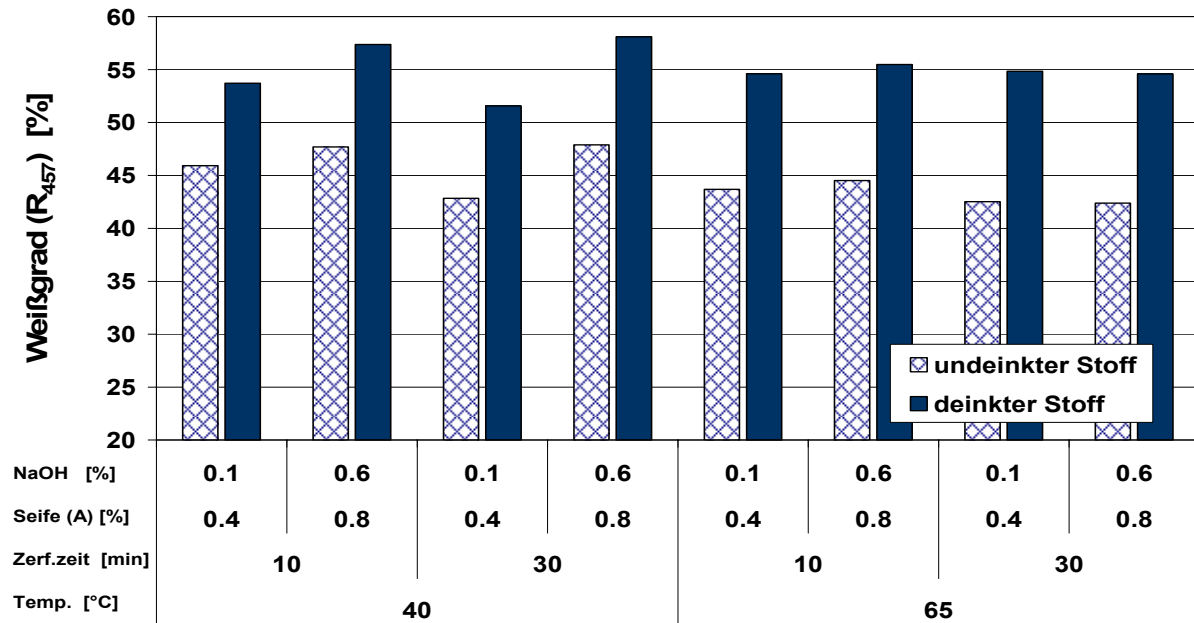


Abb. 3 Weißgrad des Faserstoffes, Seife A

Grundsätzlich liegt aufgrund des ungealterten Altpapiers eine gute Druckfarbenpartikelablösung (Abb. 4) vor, die bei hoher Zerfaserungstemperatur noch verstärkt wirkt. Bei niedriger NaOH-Zugabe ist eine vergleichsweise höhere Ablösung zu verzeichnen. Dies ist auf eine verbesserte Tensidwirkung bei niedriger Alkalität zurückzuführen (Seife liegt bei niedriger Alkalität bevorzugt als Fettsäure und nicht als Seife vor).

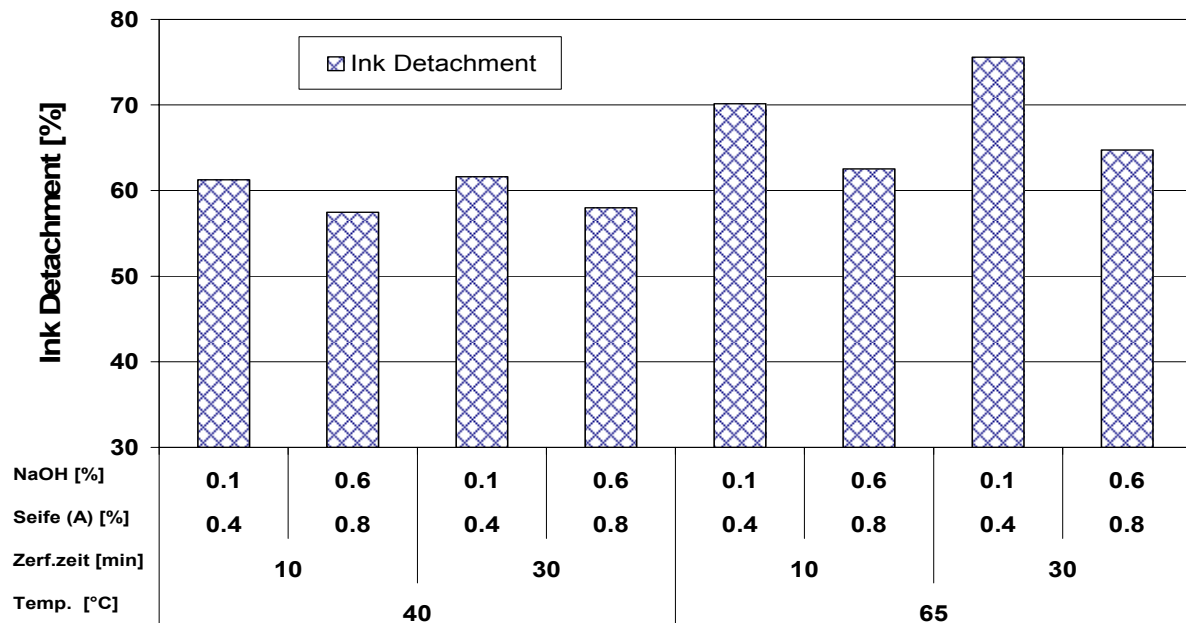


Abb. 4 Ink Detachment des Faserstoffes, Seife A

Die Wirkung der einzelnen Einflussfaktoren, wie Deinkingchemikalien und Zerfaserungsdauer, auf die vorliegenden Partikelgrößen im Faserstoff lassen sich durch den Vergleich der Partikelgrößenklassen hinsichtlich ihrer absoluten Werte und ihrer prozentualen Anteile erkennen (gleichzeitige Betrachtung der Menge und der Größenverteilung).

Die Ergebnisse der Druckfarbenpartikelverteilung, dargestellt in Abb. 5 und Abb. 6, zeigen, dass bei langer Zerfaserungszeit verstärkt Druckfarbenpartikel von den Fasern abgelöst werden (Partikelfläche), aber dass bei hoher Chemikalienkonzentration sich vermehrt Agglomerate bilden. Dadurch ergibt sich ein kleinerer prozentualer Anteil von Partikeln in der Größenklasse 0-5 µm.

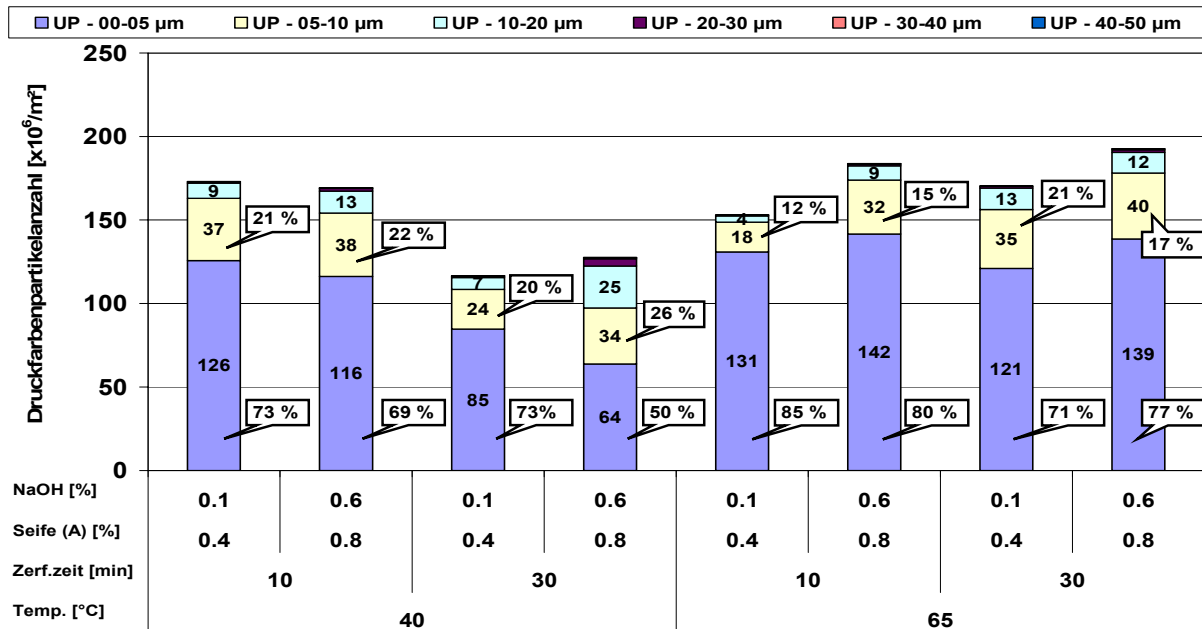


Abb. 5 Partikelanzahl des undeinkten Stoffes mit Unterteilung nach Größenklassen, absolute Werte und prozentuale Anteile

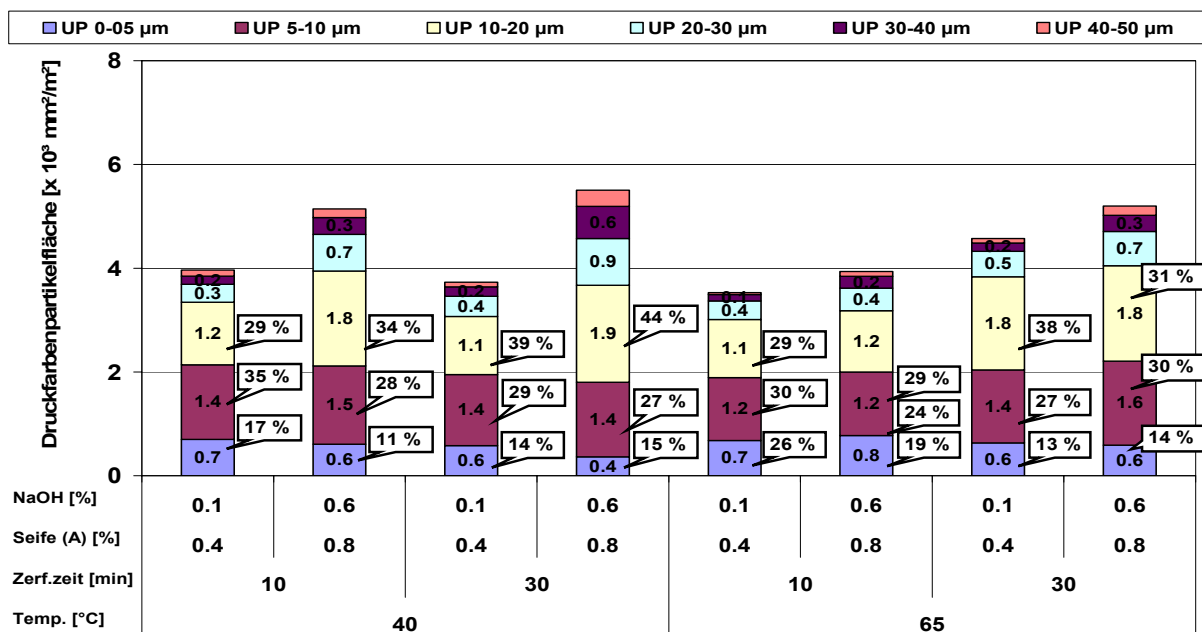


Abb. 6 Partikelfläche des undeinkten Stoffes mit Unterteilung nach Größenklassen, absolute Werte und prozentuale Anteile

Die Partikelfläche (Abb. 6) bestätigt die Aussage bezüglich der Verschiebung der Partikel in größere Partikelklassen durch Agglomeration. Vergleicht man zum Beispiel die Werte bei 40 °C Temperatur und 30 min Zerfaserungszeit bei unterschiedlicher Chemikalienkonzentration erkennt man einerseits eine vermehrte Ablösung der Druckfarbenpartikel, andererseits

eine Verschiebung der Flächen in größere Klassen (10 - 20 μm). Dadurch ergibt sich auch ein besseres Flotationsergebnis.

Austrag der Druckfarbenpartikel

Die Eigenschaften des undeinkten Stoffes (vorliegende Druckfarbenpartikel) bzw. die Chemikalienverhältnisse wirken sich auf den Druckfarbenpartikelaustrag (Abb. 7) aus. Die Chemikalienkonzentration wirkt positiv auf den Partikelaustrag, welcher durch eine hohe Temperatur noch unterstützt wird. So überlagert die Temperatur auch die Wirkung der anderen Einflussgrößen.

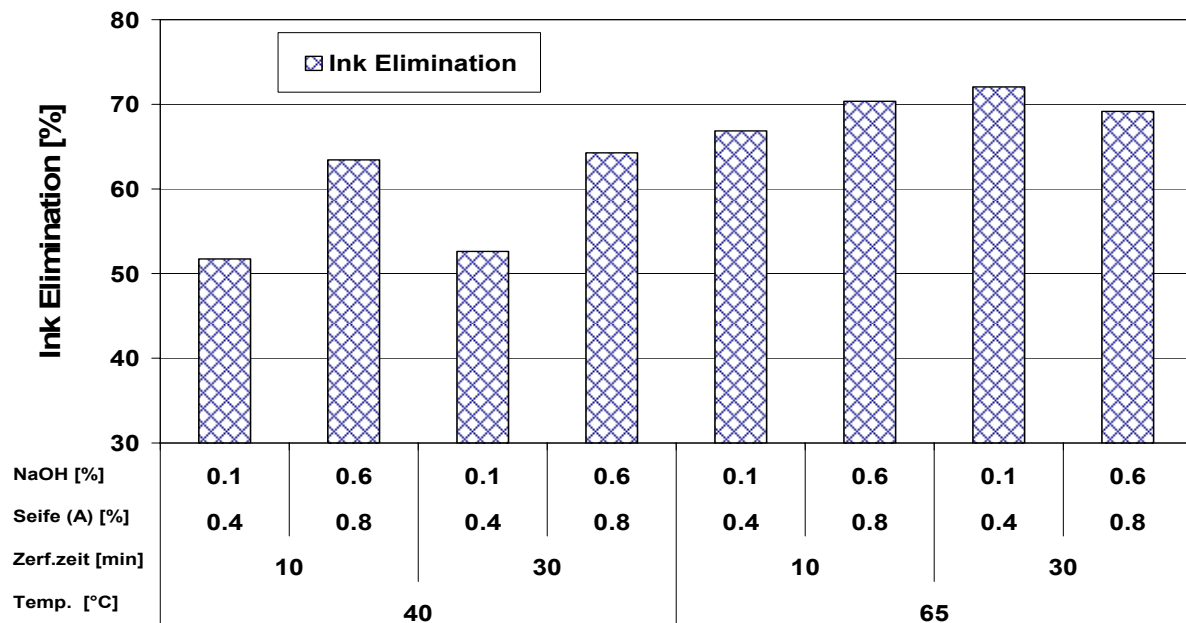


Abb. 7 Ink Elimination des Faserstoffs, Seife A

Vergleicht man die Druckfarbenpartikelanzahl des deinkten Stoffes ist bei hoher Chemikalienkonzentration (Seife) tendenziell ein verbesserten Partikelaustrag (Abb. 8) zu erkennen.

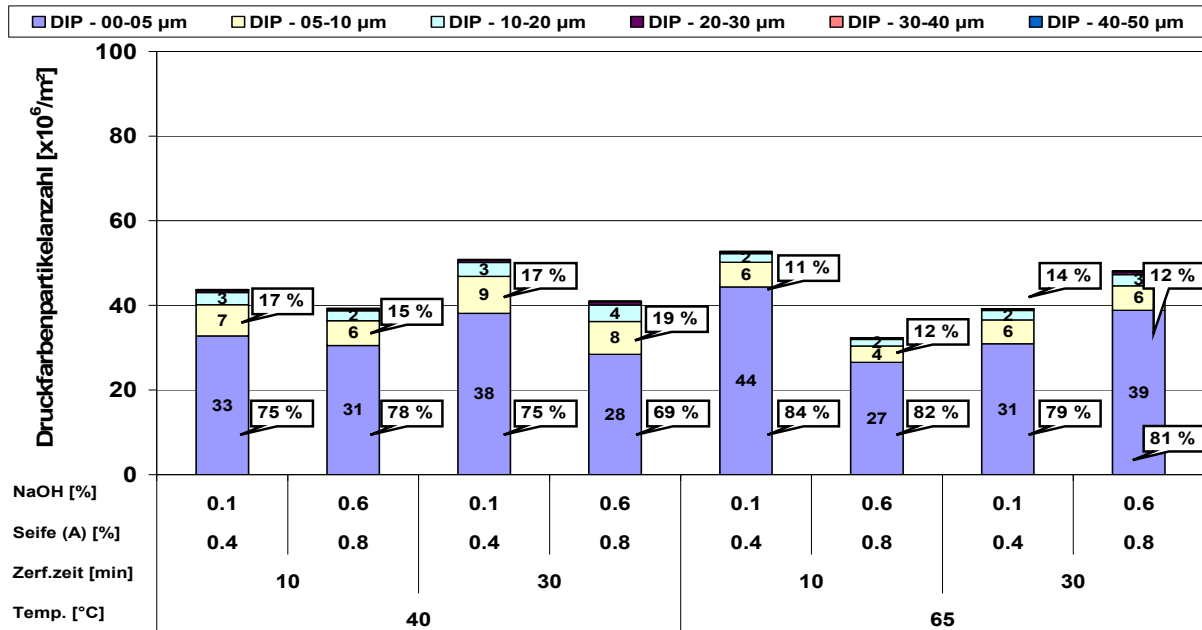


Abb. 8 Partikelanzahl des deinkten Stoffes mit Unterteilung nach Größenklassen, absolute Werte und prozentuale Anteile

Bewertung der Ergebnisse mittels statistischen Versuchsplanungsprogramm

Nachfolgend sind die Ergebnisse der Auswertung der Versuchsdaten mittels Programm MODDE wiedergegeben. Die Einflussgrößen werden als Koeffizientenbalken dargestellt. Für jeden einzelnen Koeffizienten wird angegeben, ob eine Veränderung der Einflussgröße eine Wirkung auf die Zielgröße hervorruft. Die Konfidenzintervalle ermöglichen die Schlussfolgerung, wie hoch der jeweilige Einfluss ist. Schließt das Konfidenzintervall den Wert Null ein, so unterscheidet sich der jeweilige Modellkoeffizient nicht signifikant von Null und hat demzufolge keinen Einfluss. Zeigt der Balken nach oben, liegt ein positiver Einfluss vor, zeigt der Balken nach unten, liegt ein negativer Einfluss vor. Ein positiver Einfluss bedeutet, dass mit Zunahme der Einflussgröße der Zahlenwert der Zielgröße größer wird.

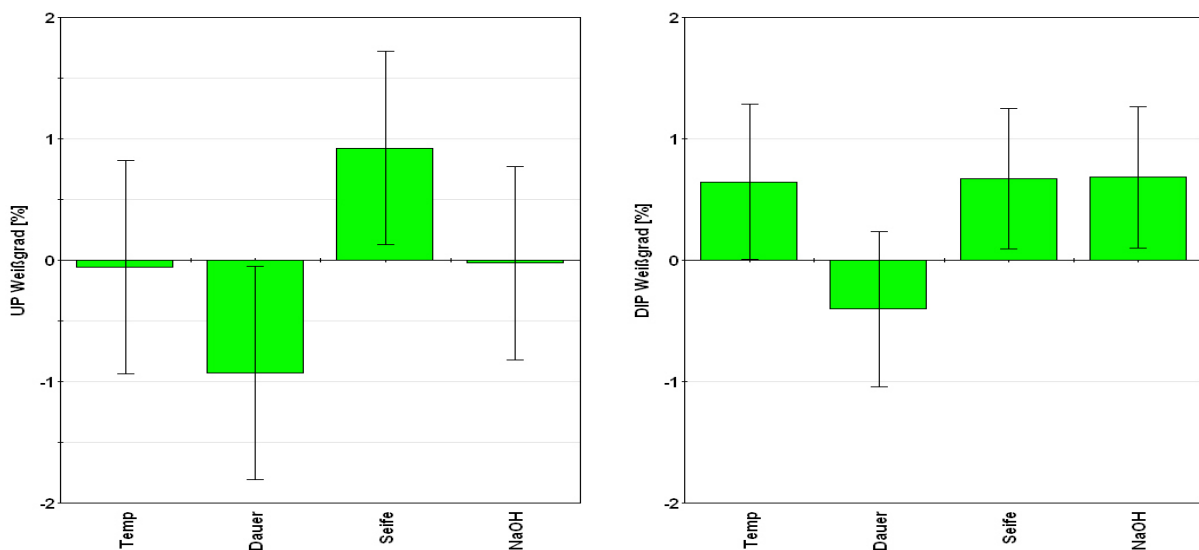


Abb. 9 Auswertung MODDE - Konfidenzintervalle für den Weißgrad (UP & DIP)

Auf den Weißgrad des undeinkten Stoffes wirkt eine hohe Zerfaserungsdauer tendenziell negativ. Eine hohe Konzentration der Ölsäure beeinflusst den Weißgrad positiv (Agglome-

ratbildung). Temperatur sowie Konzentration der Natronlauge besitzen keinen signifikanten Einfluss.

Eine hohe Konzentration der Ölsäure in Kombination mit hoher Alkalität verbessert den Weißgrad des deinkten Stoffes. Ein Einfluss der Temperatur auf den Weißgrad des deinkten Stoffes könnte unter Umständen vorliegen (Konfidenzintervall schneidet die Null-Linie gerade eben nicht).

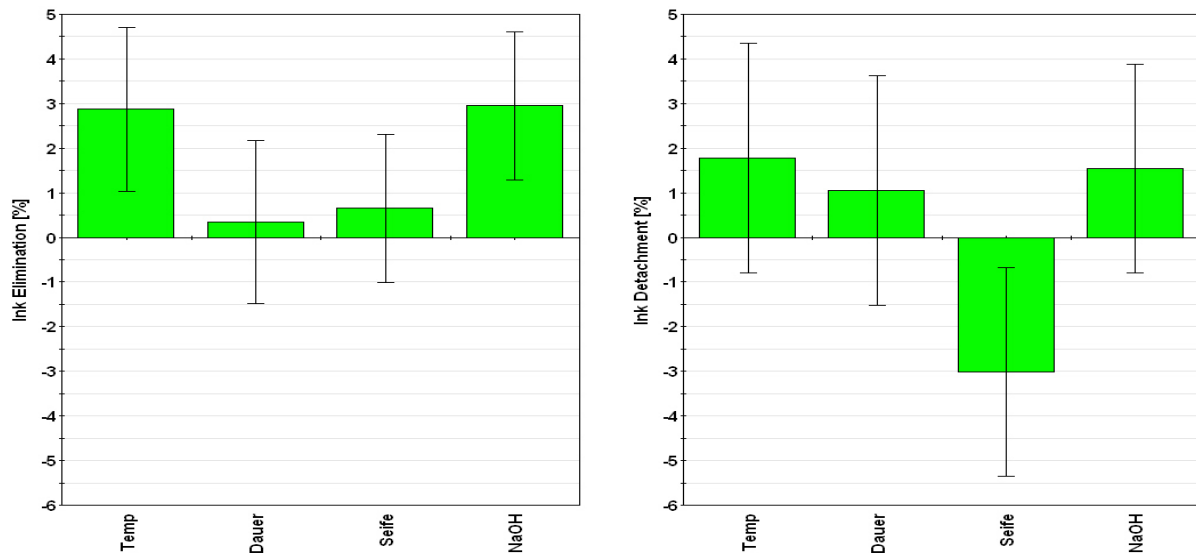


Abb. 10 Auswertung MODDE – Konfidenzintervalle für IE und ID

Die Druckfarbenpartikelablösung (Ink Detachment) - Abb. 10 rechts - wird mit einer Erhöhung der Konzentration der Ölsäure negativ beeinflusst (Ölsäure liegt hier überwiegend bereits als Kalkseife vor – verminderte Tensidwirkung der Ölsäure). Eine hohe Zerfaserungstemperatur sowie eine hohe Alkalität wirken sich auf die Ink Elimination - Abb. 10 - links positiv aus.

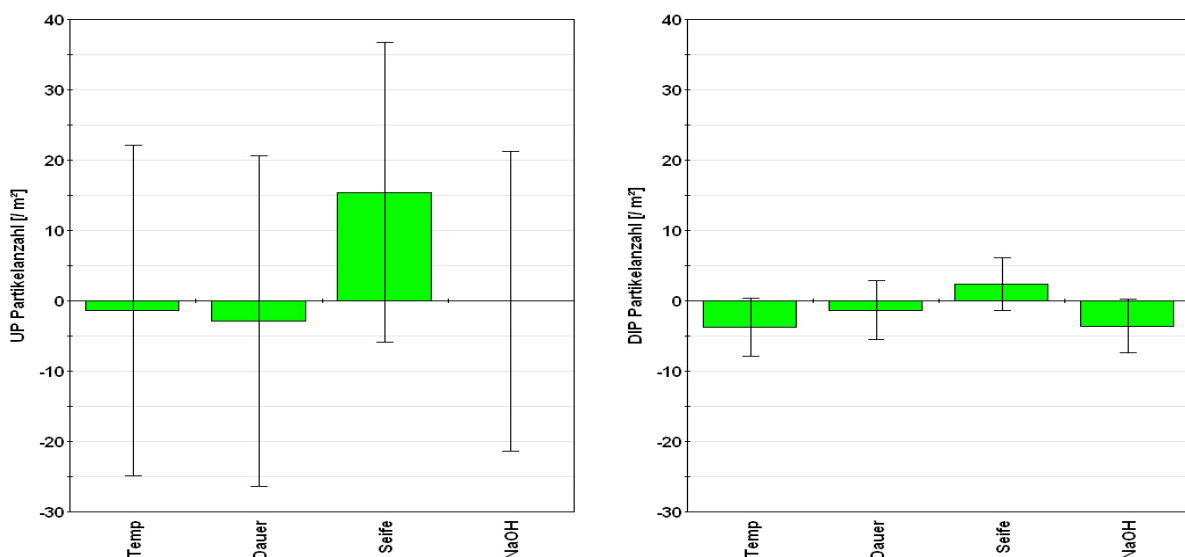


Abb. 11 Auswertung MODDE – Konfidenzintervalle für die Partikelanzahl (UP & DIP)

MODDE gibt keine statistisch sichere Aussage über die Wirkung der chemisch-physikalischen Einflussgrößen auf die Partikelanzahl an (bei beschleunigt gealterten Altpapier zeigt die Zerfaserungsdauer einen signifikanten Einfluss auf die Druckfarbenpartikelanzahl des undeinkten Stoffes - Zunahme der Druckfarbenpartikelanzahl mit Zunahme der Zerfaser-

rungsdauer; auch die Chemikalienkonzentration (Seife) beeinflusst signifikant die Verringerung der Druckfarbenpartikel im deinkten Stoff). Hingegen sind bei der Partikelfläche des undeinkten Stoffes eine Wirkung der Einflussgrößen feststellbar: eine hohe Zerfasungsdauer und hohe Seifenkonzentration beeinflussen die Druckfarbenpartikelablösung sowie den Aus-
trag positiv (Abb. 12).

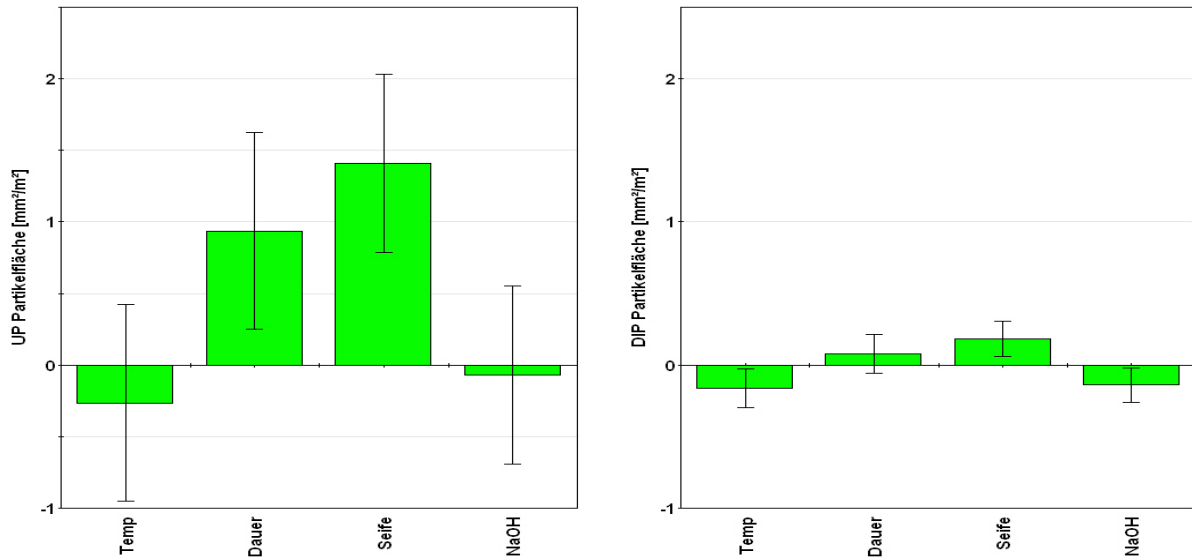


Abb. 12 Auswertung MODDE – Konfidenzintervalle für die Partikelfläche (UP & DIP)

Einfluss Seifentyp

Um in seiner Tendenz herauszufinden, inwieweit der Seifentyp Einfluss nimmt auf Partikelgrößenverteilung bzw. Deinkingergebnis wurde in einer Versuchsreihe - unter Verwendung des ungealterten Rohstoffs - eine andere Seife (Seife B) verwendet.

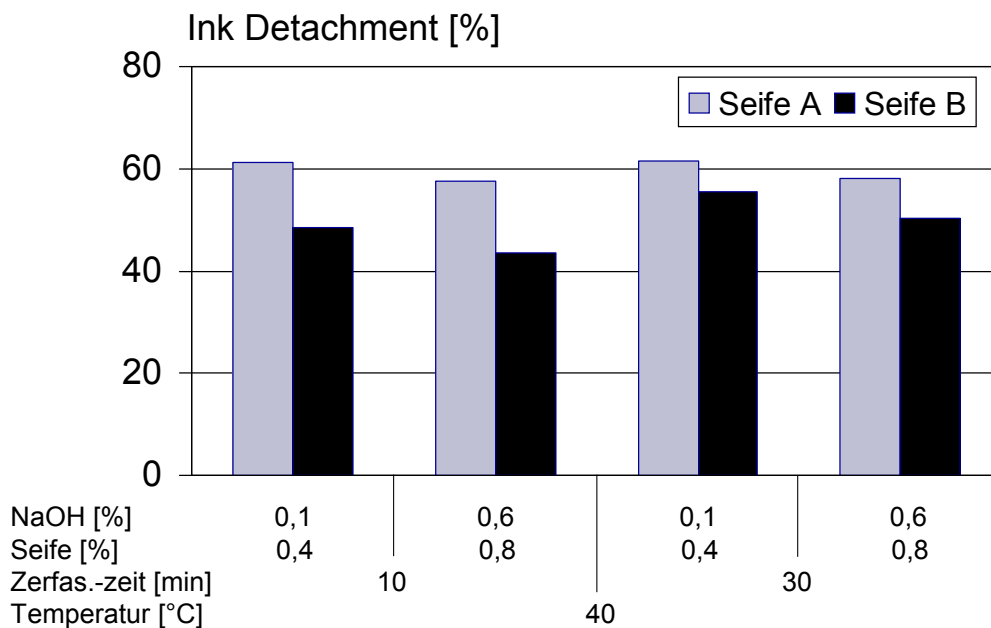


Abb. 13 Ink Detachment - Wirkung der unterschiedlichen Seifen bei vergleichbaren Versuchseinstellungen

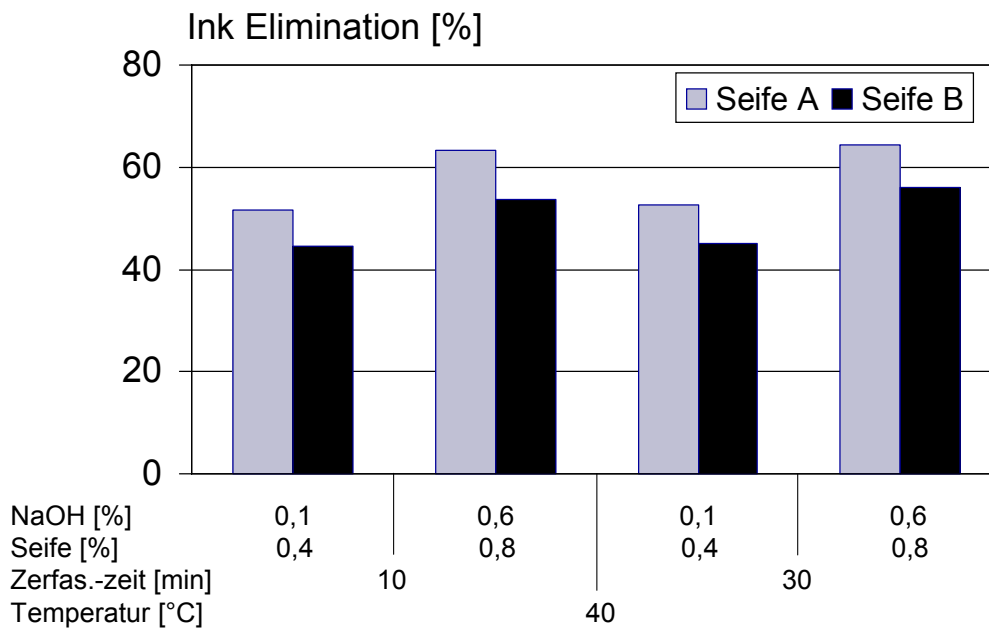


Abb. 14 Ink Elimination - Wirkung der unterschiedlichen Seifen bei vergleichbaren Versuchseinstellungen

Wie Abb. 13 und Abb. 14 zeigen, verhalten sich im Vergleich die beiden Seifen unterschiedlich hinsichtlich ihrer Wirkung auf die Druckfarbenablösung und den Druckfarbenaustrag. Mit Seife B fällt sowohl die Druckfarbenablösung als auch die Ink Elimination nicht so hoch aus. Der Seifentyp kann damit Einfluss auf das Deinkingergebnis haben.

5.1.4 Zusammenfassung der Ergebnisse

Bei den durchgeführten Untersuchungen können übereinstimmend nachfolgend wiedergegebene Tendenzen hinsichtlich der Wirkung der unterschiedlichen Einflussgrößen des Deinkingprozesses abgeleitet werden. Die Wirkung wird dabei unterteilt hinsichtlich der Eigenschaften des undeinkten Stoffes (der vorliegende Zustand des undeinkten Stoffes ist ausschlaggebend für den nachfolgenden Flotationsschritt) und des deinkten Stoff (Austrag der Druckfarben/Deinkingergebnis). Die jeweiligen Zielgrößen sind die vorliegenden Druckfarbenpartikel sowie die optischen Eigenschaften des Faserstoffes.

Tab. 5 Einfluss auf die Eigenschaften des undeinkten Stoffes

Versuchsreihen Einfluss	Partikelablösung	Partikelgrößenverteilung	Optische Eigenschaften (Weißgrad)
Chemikalien / Seifenart	++	++	++
Zerfaserungstemperatur	+	0	0
Zerfaserungszeit	++	+	--
Druckprodukt (Alter)	--	--	--

Tab. 6 Einfluss auf die Eigenschaften des deinkten Stoffes

Versuchsreihen Einfluss	Partikelaustrag	Optische Eigen- schaften (Weiß- grad)
Chemikalien / Seifenart	++	++
Zerfaserungstemperatur	0	0
Zerfaserungszeit	--	--

Klassifizierung – Einfluss auf den Deinking-Prozess (Deinkingergebnis)

- + Einfluss - positive Wirkung
- ++ hoher Einfluss - positive Wirkung
- Einfluss - negative Wirkung
- hoher Einfluss – negative Wirkung
- 0 kein Einfluss

Positive Wirkung bedeutet: gute Druckfarbenablösung / geeignetes Partikelgrößenspektrum für den Austrag bei Flotation / guter Partikelaustrag bei Flotation / hoher Weißgrad

Die wichtigste Grundvoraussetzung für eine gute Partikelablösung bzw. -abtrennung ist darüber hinaus das Druckprodukt (Art, Alter des Druckprodukts) selbst. Die Zusammensetzung der Fettsäure (Seife) übt ebenfalls Einfluss auf das Deinkingergebnis aus.

5.2 Ermittlung der Auswirkung der Wasserqualität auf Partikelgrößenverteilung und Flotationsergebnis

Bei den durchgeführten Versuchen wurden zum einem mit einem Modellwasser die Auswirkung von im Prozesswasser angereicherter kleiner Druckfarbenartikel auf die Partikelgrößenverteilung und das Flotationsergebnis, zum anderen mögliche prozesstechnische Maßnahmen zur Verbesserung der Prozesswasserqualität untersucht. Für letzteres kommt als Maßnahme der Austrag der Druckfarbenpartikel durch Kreislaufwasserreinigung bei Einsatz geeigneter Fällungs- und Flockungsmittel in Frage.

5.2.1 Auswirkung der Wasserqualität eines Modellwassers auf Partikelgrößenverteilung und Flotationsergebnis

Um die Auswirkungen näher bewerten zu können, wurde ein Modellwasser mit hoher Belastung mit kleinen Druckfarbenpartikeln für die Laboraufbereitungsversuche verwendet. Die Herstellung des mit Druckfarbenpartikeln angereicherten Modellwassers erfolgte durch Zerfaserung der Papierprobe unter Zugabe der Standard-Deinking-Chemikalien und anschließender Laborblattbildung mit dem Rapid-Köthen-Blattbildner unter Rückwasseranreicherung. Das danach im Rückwassertank befindliche Kreislaufwasser diente als Modellwasser für die Versuche. Um eine hohe Anreicherung mit kleinen Druckfarbenpartikeln im Modellwasser zu erzielen, wurde als Papierprobe eine flexobedruckte Tageszeitung eingesetzt. Der Untersuchungsablauf und die ermittelnden Parameter sind der Abb. 15 zu entnehmen.

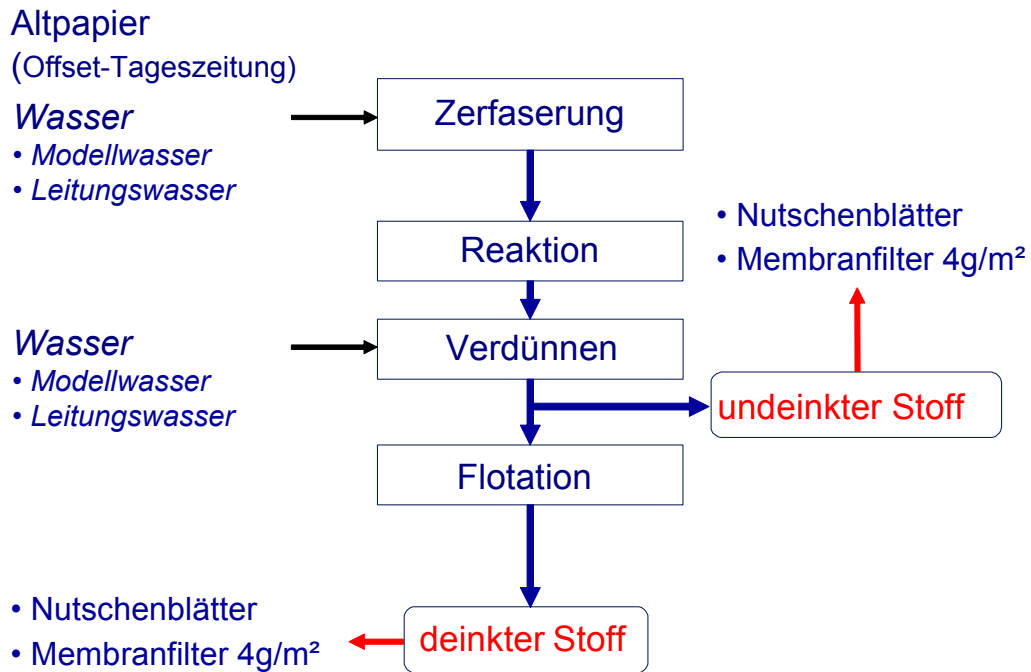


Abb. 15 Versuchsablauf / Einfluss Wasserqualität

Abb. 16 gibt die Ergebnisse der Flotations-Deinking-Versuche (Weißgrad des deinkten Stoffes) wieder, die mit unterschiedlichen Prozesswasservarianten (verunreinigtes Modellwasser / Leitungswasser, unterschiedlichen Einsatzort Zerfaserung/Verdünnung vor Flotation) durchgeführt wurden. Zum Vergleich ist der Weißgrad des mit Modellwasser zersetzten Stoffes mit angegeben. Die Probenbezeichnung der unterschiedlichen Versuchsvarianten sind Tab. 7 zu entnehmen.

Tab. 7 Probenbezeichnungen

UP_M	Undeinkter Stoff: Einsatz Modellwasser bei Zerfaserung
DIP_MM	Deinkter Stoff: Einsatz Modellwasser bei Zerfaserung und Verdünnung
DIP_ML	Deinkter Stoff: Modellwasser bei Zerfaserung und Leitungswasser zur Verdünnung
DIP_LL	Deinkter Stoff: Leitungswasser bei Zerfaserung und Leitungswasser zur Verdünnung

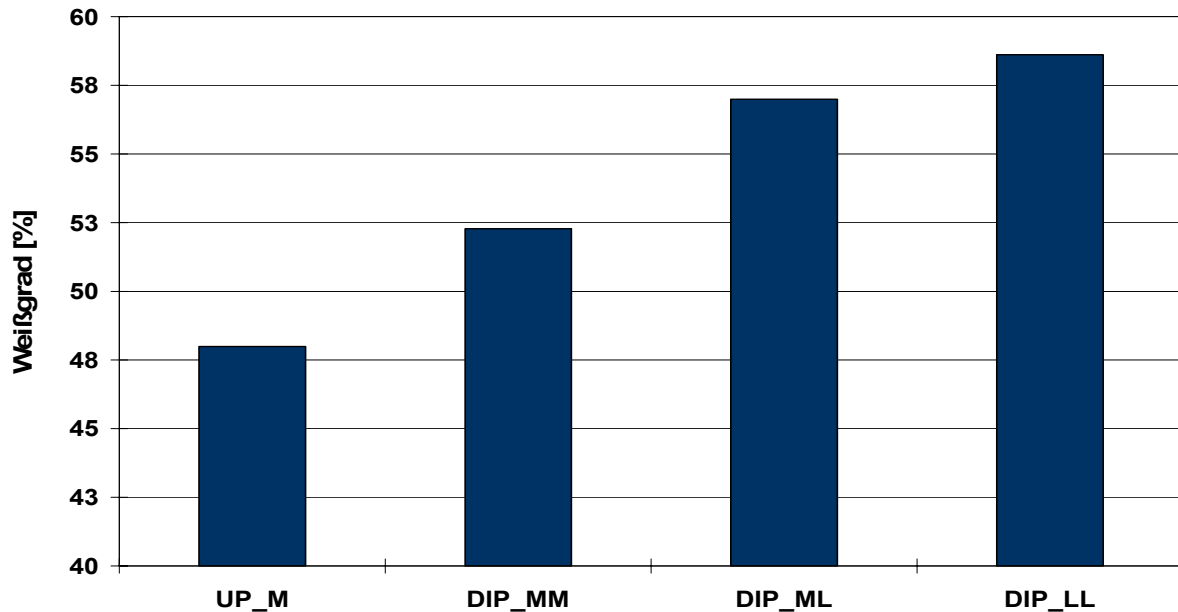


Abb. 16 Einfluss der Wässer bei Zerkleinerung und Verdünnung auf den Weißgrad

Deutlich wird, dass das erzeugte Modellwasser, wenn es bei Zerkleinerung und Verdünnung eingesetzt wird, zu einer starken Verminderung des Weißgrades des deinkten Stoffes im Vergleich zum Einsatz von Frischwasser führt. Betrachtet man dazu die Versuchsvariante, bei der das Modellwasser nur bei der Zerkleinerung eingesetzt wurde, kann geschlossen werden, dass insbesondere die Wasserqualität, die zur Verdünnung der Stoff suspension vor der Flotation eingesetzt wird, der tonangebende Faktor hinsichtlich der Deinstoffqualität ist.

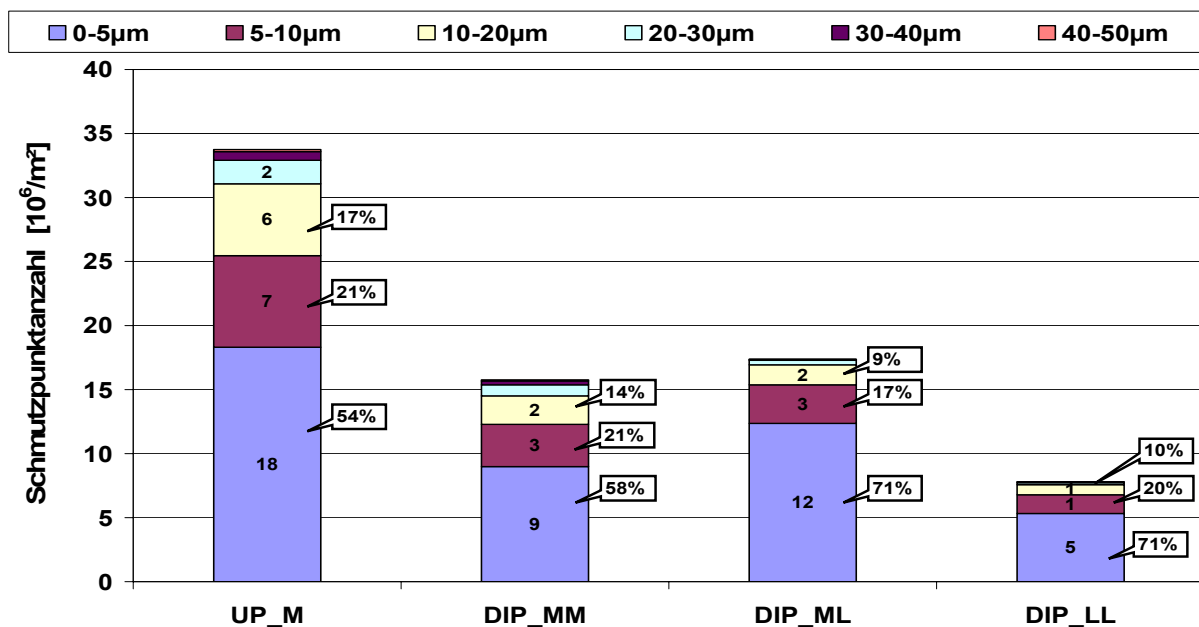


Abb. 17 Partikelanzahl der deinkten Stoffe mit Unterteilung nach Größenklassen im Vergleich zum Modellwasser - Einfluss der Wässer bei Zerkleinerung und Verdünnung

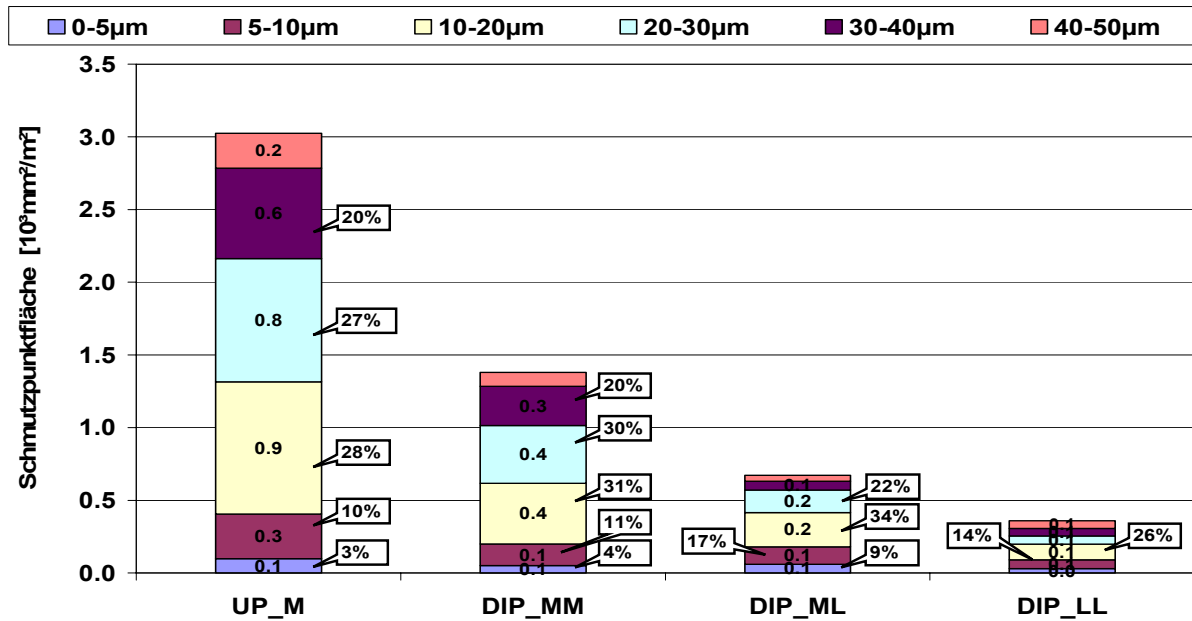


Abb. 18 Partikelfläche der deinkten Stoffe mit Unterteilung nach Größenklassen im Vergleich zum Modellwasser - Einfluss der Wässer bei Zerfaserung und Verdünnung

Vergleich man die Partikelgrößenverteilung der deinkten Stoffe der einzelnen Versuchsvarianten (Abb. 17 und Abb. 18) untereinander, erkennt man, dass mit der Flotation eine Reduzierung der Partikel erreicht wird, dass aber insbesondere die kleinen Partikel, die über das verunreinigte Modellwasser in den Prozess eingetragen werden, nicht in dem Maße mit ausflotiert werden. Das Vorhandensein dieser Partikel ist verantwortlich für die optischen Eigenschaften des deinkten Stoffes.

5.2.2 Untersuchung der Kreislaufwasserreinigung zur Verbesserung der Prozesswasserqualität und ihre Auswirkung auf den Flotationsprozess (Deinkingergebnis)

Im Rahmen von Modellversuchen wurde ein Vergleich zwischen der Aufbereitung im Flotations-Deinking-Prozess unter Verwendung von verunreinigten Prozesswassers und der Aufbereitung mit gereinigtem Wasser als Verdünnungswasser durchgeführt (siehe Abb. 19).

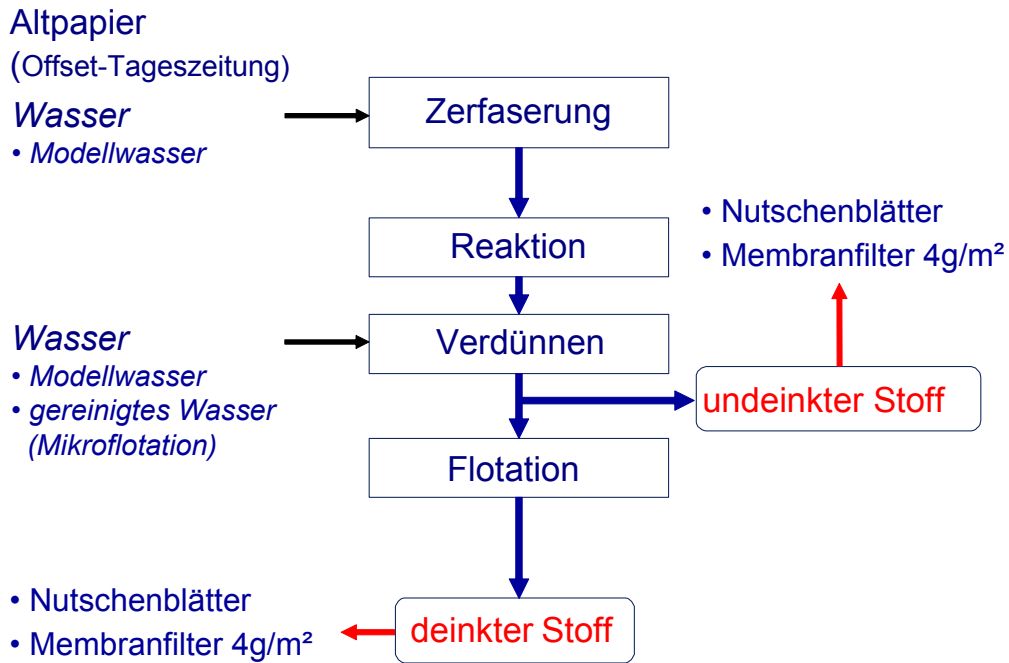


Abb. 19 Versuchsablauf / Einfluss Wasserqualität

Dazu wurden in einem ersten Schritt Versuche zum Austrag von kleinen Druckfarbenpartikeln durch Kreislaufwasserreinigung mit dem verunreinigten Modellwasser (siehe 5.2.1) durchgeführt. Die Mikroflotationsversuche im Labormaßstab erfolgten unter Einsatz verschiedener Fällungs- und Flockungsmitteln, mit dem Ziel, geeignete Chemikalien für hohe Reinigungseffizienz auszuwählen. Insbesondere war von Interesse, inwieweit sehr kleine Druckfarbenpartikel flockbar und im Rahmen der Kreislaufwasserreinigung entfernbar sind. Für die Mikroflotationsversuche im Labormaßstab wurde eine 1,5 l-Mikro-Flotationszelle eingesetzt.

Folgende Fällungs- bzw. Flockungsmittel wurden ausgewählt und bei den Untersuchungen auf ihre Wirksamkeit getestet:

Tab. 8 Fällungs- / Flockungsmittel für die Labormikroflotation

Bezeichnung	Art des Fällungs-/Flockungsmittels	Einsatzmenge [ppm]
F1	PAC mit kationenaktiver Komponente	15
F2	PAC mit kationenaktiver Komponente	30
F3	Schwach kationisches Flockungsmittel	15
F4	Schwach kationisches Flockungsmittel	30
F5	Mehrkomponentensystem (PAC, Fällungsmittel, Bentonit)	26

Tab. 9 Probenbezeichnungen

MW	Modellwasser
MW_oA	Modellwasser nach Mikroflotation (ohne Zusatz von Fällungs-/Flockungsmitteln)
F1 – F5	Modellwasser nach Mikroflotation mit jeweilig eingesetzten Fällungs-/Flockungsmitteln, siehe Tab. 8

Abbildungen Abb. 20 und Abb. 21 zeigen die Ergebnisse der Mikroflotationsversuche zur Reinigung des Modellwassers. Mit allen verwendeten Hilfsmitteln wird eine Verbesserung der Filtratqualität (Weißgrad der Membranfilter) erzielt (Abb. 20). Eine ausreichende Entfernung der Druckfarbenpartikel wird aber nur mit der Hilfsmittelvariante F2 erreicht. Dabei wird ein Weißgrad erzielt, der fast dem Referenzwert für Wasser entspricht. Dies bedeutet eine nahezu vollständige Entfernung der Farbpigmente. Dies zeigt sich auch bei den Ergebnissen der Partikelgrößenverteilung (Abb. 21). Im Vergleich mit dem ungereinigten Wasser und dem gereinigten Wasser ohne Hilfsmiteleinsatz konnte mit der Hilfsmittelvariante F2 eine Reduzierung aller Partikelgrößenklassen, einschließlich der 0-5 µm Klasse, erzielt werden.

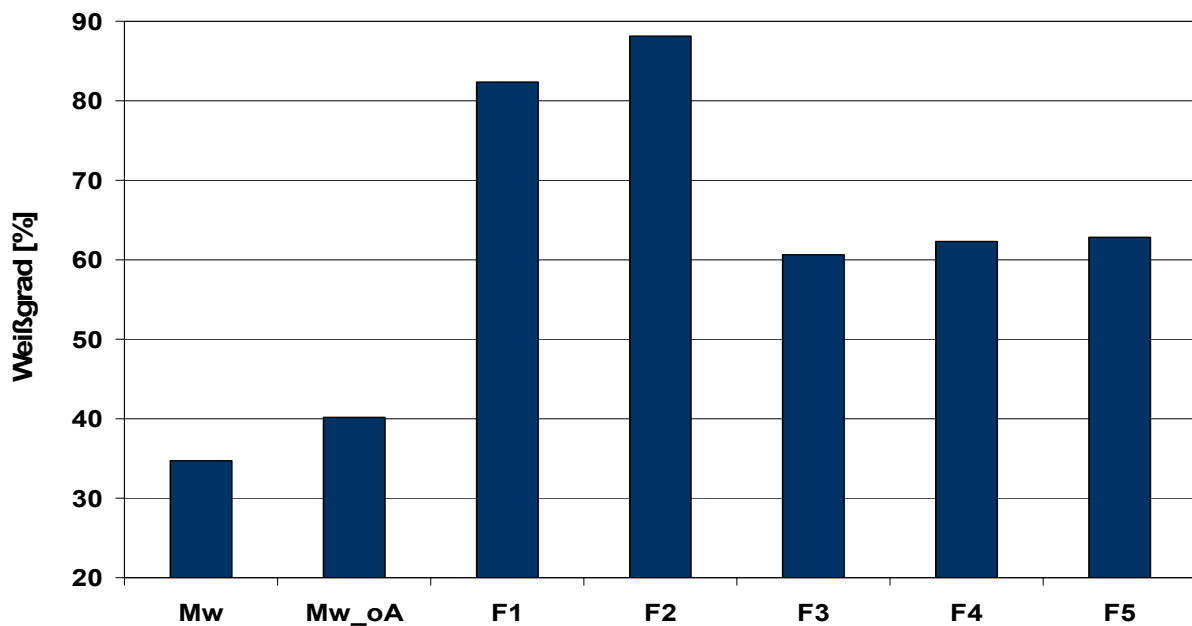


Abb. 20 Labormikroflotation mit Modellwasser – Weißgrad des Filtrats

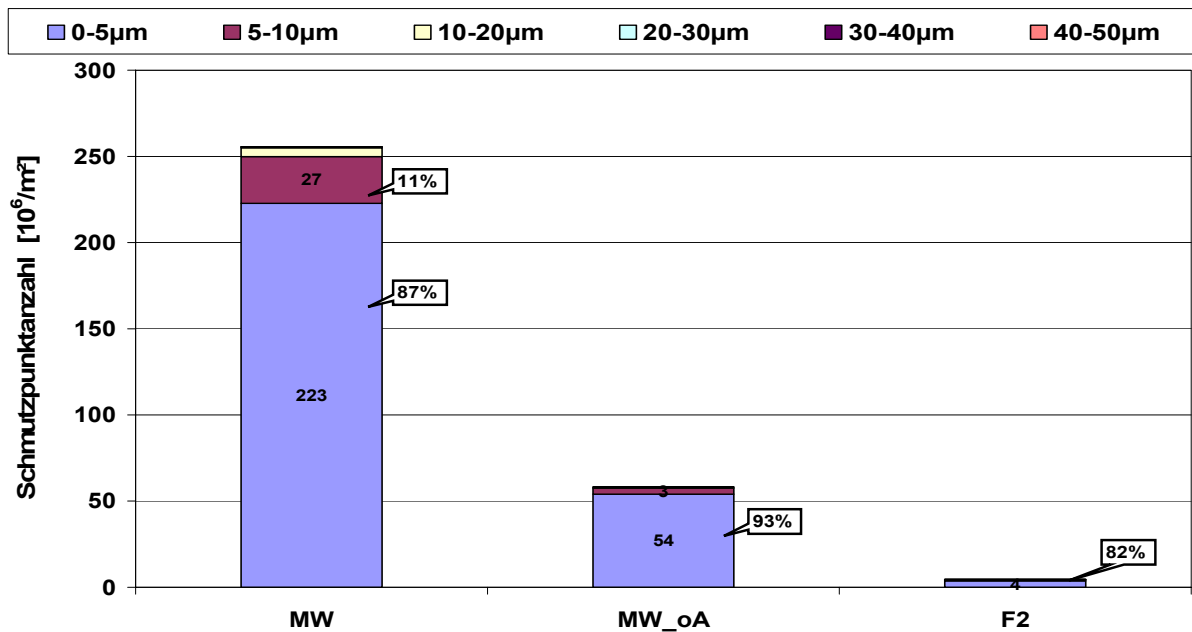


Abb. 21 Labormikroflotation - Partikelanzahl

Um die Auswirkung einer Kreislaufwasserreinigung bei der Aufbereitung im Flotations-Deinking-Prozess auf die optischen Eigenschaften des Faserstoffes zu untersuchen, wurden

im Rahmen der hier durchgeführten Versuche ein Vergleich zwischen einer Aufbereitung im Flotations-Deinking-Prozess unter Verwendung von belastetem Prozesswasser und der Aufbereitung mit gereinigtem Wasser (Mikroflotation mit Hilfsmittelvariante F2) durchgeführt.

Tab. 10 Probenbezeichnungen

UP_M	Undeinkter Stoff: Einsatz Modellwasser bei Zerfaserung
DIP_MG	Deinkter Stoff: Modellwasser bei Zerfaserung und mit Mikroflotation gereinigtes Modellwasser bei Verdünnung
DIP_ML	Deinkter Stoff: Modellwasser bei Zerfaserung und Leitungswasser zur Verdünnung
DIP_LL	Deinkter Stoff: Leitungswasser zur Zerfaserung und Leitungswasser zur Verdünnung

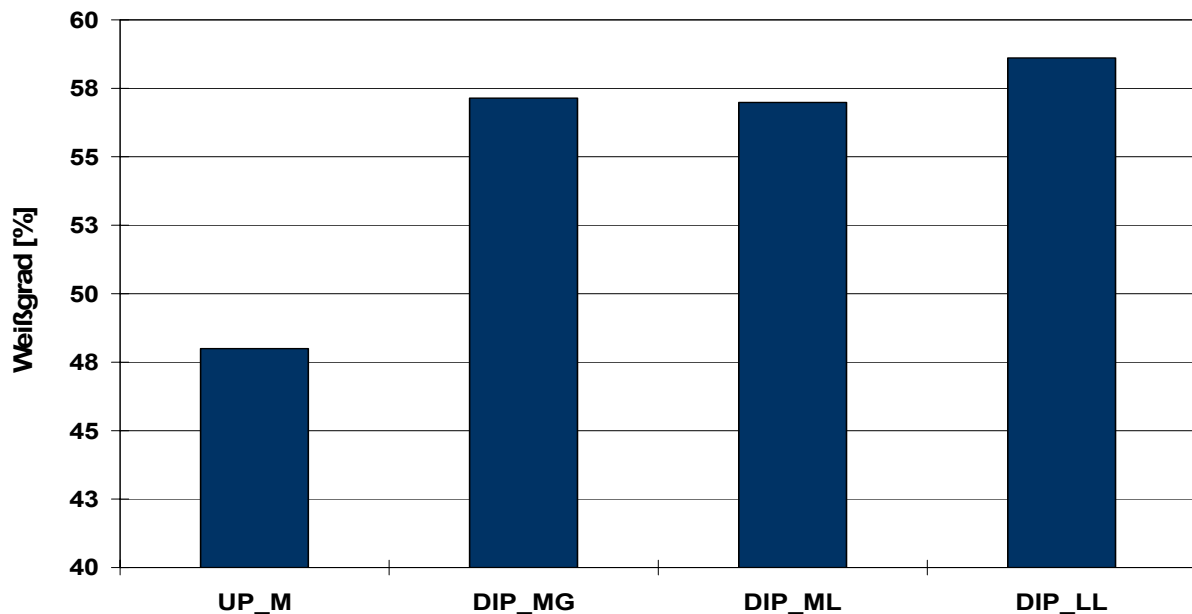


Abb. 22 Flotationsdeinking-Versuch mit unterschiedlichen Prozesswässern - Weißgrad

Die Versuche zeigen tendenziell den Einfluss der eingesetzten Wasserqualität auf die optischen Eigenschaften der aufbereiteten Faserstoffe. Der Vergleich der aufbereiteten Stoffe ergab eine deutliche Steigerung des Weißgrades durch den Einsatz des gereinigten Wassers (Abb. 22). Dass der Weißgrad des mit Frischwasser aufbereiteten Deinkstoffes nicht ganz erreicht wurde, lag daran, dass nur bei der Verdünnung und nicht bei der Zerfaserung das gereinigte Wasser eingesetzt wurde. Diese Tendenz zeigt sich auch bei der Veränderung der im Faserstoff vorhandenen Druckfarbenpartikel (Menge / Verteilung) - Abb. 23.

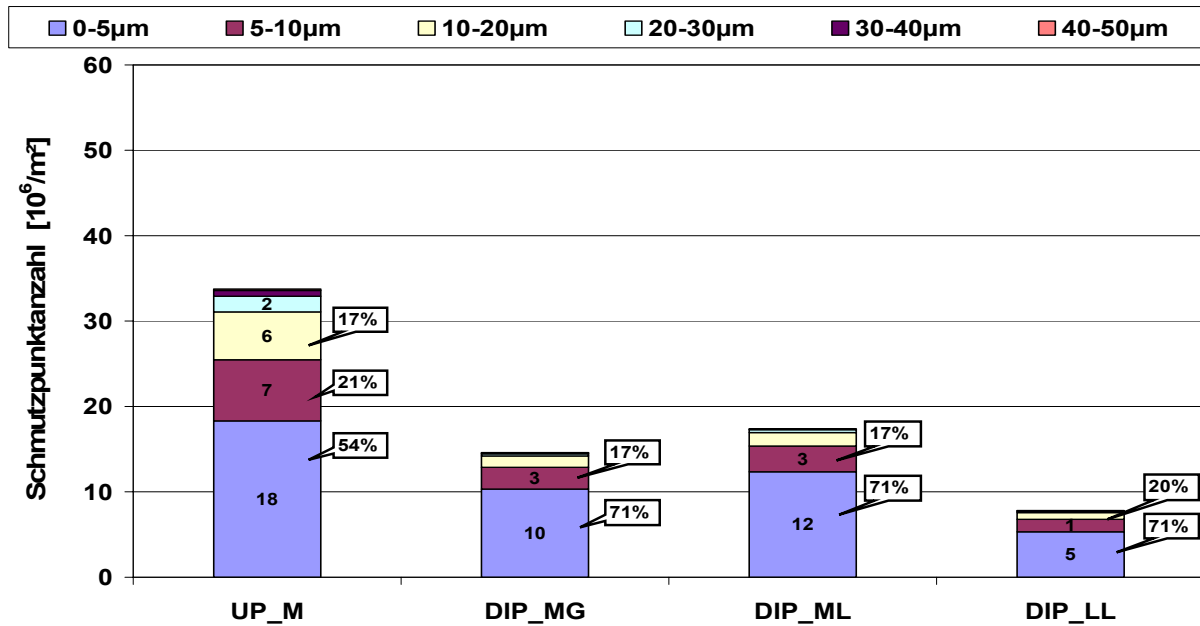


Abb. 23 Flotationsdeinking-Versuch mit unterschiedlichen Prozesswässern - Partikelanzahl

Fazit

- Die Qualität des Prozesswassers (Anreicherung von kleinen Druckfarbenpartikeln im Prozesswasser) beeinflusst entscheidend die Deinkingstoff-Qualität. Besondere Bedeutung hat in diesem Zusammenhang die Wasserqualität des Prozesswassers, welches bei der Verdünnung vor der Flotation eingesetzt wird,
- Der Einsatz geeigneter Hilfsmittel (Agglomeration der Druckfarbenpartikel) ermöglicht den Austrag der Druckfarben - auch von Druckfarben mit einem sehr hohen Anteil kleinster Partikel - durch Kreislaufwasserreinigung (Druckentspannungsflotation); bei den hier untersuchten Hilfsmitteln erwies sich ein PAC mit kationenaktiver Komponente als diejenige Variante mit der besten Wirkung, wobei eine ausreichende Einsatzmenge (30 ppm) notwendig ist,
- Der Einsatz von gereinigtem Kreislaufwasser verbessert die optischen Eigenschaften des deinkten Stoffes im Vergleich zum Einsatz von mit Druckfarbenpartikeln angereichertem Prozesswasser – beim Deinking-Prozess mit gereinigtem Prozesswasser wird ein Weißgrad erzielt, der einer Aufbereitung mit Leitungswasser entspricht.

5.3 Zusammenfassende Bewertung der Ergebnisse und Ableitung von möglichen prozesstechnischen Maßnahmen zur Verbesserung der Abtrennung bzw. des Austrags der Druckfarben beim Flotations-Deinking-Prozess

Die Ergebnisse der grundlegenden Untersuchungen geben Auskunft über die wesentlichen Einflussgrößen, welche auf die Partikelgrößenverteilung der Druckfarben des undeinkten Stoffes wirken und welche Auswirkung dann auf das Deinkingergebnis zu erwarten sind. Tendenziell konnte festgestellt werden, dass das vorliegende Partikelgrößenspektrum des undeinkten Stoffes die Flotierbarkeit beeinflusst. Bei den im Rahmen des Projektes durchgeführten systematischen Untersuchungen mit offsetbedruckten Tageszeitungen zeigte sich dabei, dass der Bereich großer Druckfarbenpartikel bei dieser Betrachtung vernachlässigt werden kann, da dieser Anteil, der möglicherweise für die Flotation ungeeignet ist, sehr gering bzw. nicht vorhanden war (Anteil der Partikel > 300 µm: < 0,5 % / Anteil > 150 µm: < 6 %). Hinsichtlich des Flotierverhaltens können daher auch aufgrund der statistischen Sicherheit der erfassten Partikelzahl keine Aussagen für den Partikelgrößenbereich > 150 µm gemacht werden. Auch waren keine wesentlichen Unterschiede innerhalb der einzelnen Grö-

ßenklassen hinsichtlich der Entfernung bei der Flotation im Bereich von 50 bis 150 µm festzustellen. Es trat kein bevorzugter Austrag von Partikeln innerhalb der einzelnen Klassen auf.

Hauptaugenmerk lag daher auf dem Bereich der kleinen Druckfarbenpartikel. Aus diesem Grund wurde für die Auswertung in der Regel die Ergebnisse der Bewertung der Membranfilter (1 – 50 µm) herangezogen. Hier konnten Zusammenhänge zwischen den Betriebsbedingungen und ihren Auswirkungen auf die Partikelgrößenverteilung im undeinkten Stoff aufgezeigt werden. Aufgrund der Eigenschaften der hier untersuchten Druckprodukte und dem dabei geringen absolut vorliegenden Anteil an kleinen und kleinsten Partikeln, waren die entsprechenden Auswirkungen bei den Versuchsergebnissen nicht so ausgeprägt zu erkennen, wie es z.B. bei flexobedruckten Zeitungen bzw. von Altpapiermischungen die gewisse Anteile an flexobedruckten Produkten der Fall wäre.

Die Ergebnisse der Membranfilterbewertung zeigten, dass in jeder Größenklasse ein Austrag von Druckfarbenteilchen bei der Flotation erfolgt. Betrachtet man die Höhe des Austrags hinsichtlich der erreichten Werte im DIP so lässt sich feststellen, dass erst für den Bereich < 5 µm eine deutlich schlechterer Austrag auftritt. Die prozentuale Verteilung innerhalb der Klassen erfährt im Vergleich von UP zum DIP eine deutliche Verschiebung hin zur kleinsten Klasse (Anteil in Klasse 0 bis 5 µm nimmt zu, während der Anteil der Klasse 5 -10 µm bzw. 10 bis 20 µm am Gesamtanteil abnimmt). Partikel im Bereich 0-5 µm werden im Vergleich nur unzureichend ausgetragen.

Basierend auf diesen Kenntnissen sollte bei verfahrenstechnischen Lösungsansätzen, die einen effizienten Druckfarbenaustrag gewährleisten helfen, im Hinblick auf ein geeignetes Partikelgrößenspektrum der Anteil der Teilchen < 5 µm möglichst gering sein. Als Haupteinflussgrößen auf die Partikelgrößenverteilung konnte die Deinkingchemikalien-Rezeptur und die Zerfaserungsdauer identifiziert werden. Hinsichtlich der Deinkingchemikalien-Rezeptur ist die Konzentration der Ölsäure der dominante Faktor. Die Konzentration der Natronlauge hat nur bei sehr geringen Seifenkonzentration einen deutlichen Einfluss, wobei mit steigender Natronlauge menge die Tendenz hin zu einer Zunahme in der Größenklasse < 5 µm geht. Basierend auf den im Rahmen des Projektes ermittelten Daten werden nachfolgend Optimierungsmöglichkeiten für ein verbessertes Deinkingergebnis unter Nutzung des MODDE Optimizer-Tools aufgezeigt.

Darüber hinaus können Maßnahmen bei der Prozessgestaltung berücksichtigt werden, die es erlauben, zu kleine Partikel anderweitig aus dem Prozess auszuschleusen. Hier ist die Kreislaufwasserreinigung zu nennen.

Abb. 24 zeigt in einer Übersicht die Ansatzpunkte für mögliche prozesstechnische Maßnahmen zur Verbesserung der optischen Eigenschaften deinkter Faserstoffe am Beispiel eines heute üblichen Konzepts für eine Altpapieraufbereitungsanlage (2-Loop-System) zur Herstellung von DIP für Zeitungsdruckpapier und aufgebesserte Sorten (z.B. aufgebessertes Zeitungsdruckpapier, SC-, LWC-Papier).

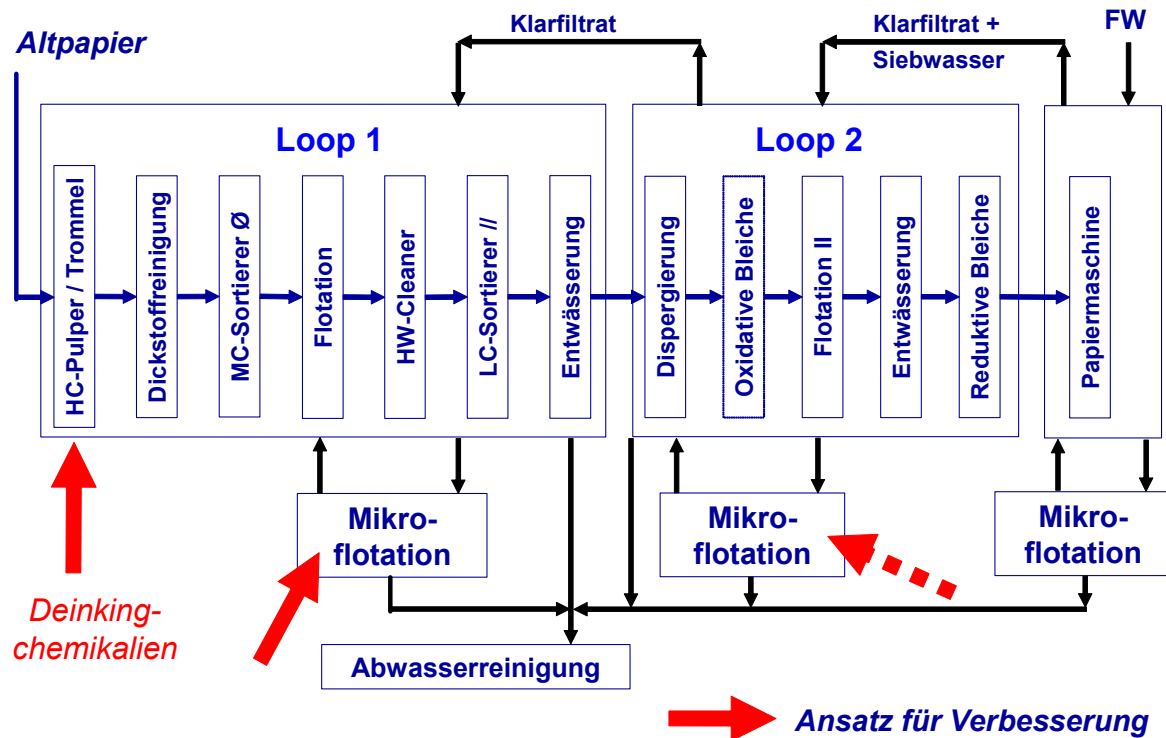


Abb. 24 Ansatzpunkte für prozesstechnische Maßnahmen zur Verbesserung

Lösungsansatz: Kreislaufwasserreinigung

Mittels Druckentspannungsflotation erfolgt bei Einsatz geeigneter Hilfsmittel (Agglomeration der Druckfarbenpartikel) ein effizienter Austrag von Farbpartikeln aus dem Kreislaufwasser (auch von Druckfarben mit einem sehr hohen Anteil kleinster Partikel). Der Einsatz von gereinigtem Kreislaufwasser verbessert die optischen Eigenschaften des deinkten Stoffes im Vergleich zu mit Druckfarbenpartikeln angereicherter Prozesswasser. Bei den im Rahmen des Projektes untersuchten Hilfsmitteln erwies sich ein PAC mit kationenaktiver Komponente als diejenige Variante mit der besten Wirkung. Eine ausreichende Einsatzmenge (30 ppm) wird empfohlen.

Lösungsansatz: Optimierung der Deinkingchemikalien-Rezeptur / Betriebsbedingungen bei Zerkleinerung

Nachfolgend wird beispielhaft gezeigt, wie die vorliegenden Daten über die Wirkung der unterschiedlichen Einflussgrößen auf das Deinkingergebnis für eine Optimierung genutzt werden können. Ziel war eine Optimierung des Chemikalieneinsatzes.

Mittels des Softwareprogramms MODDE können mit dem Tool ‚Optimizer‘ verschiedene Szenarien berechnet werden. Damit kann herausgefunden werden, welche Einflussgrößen wie zu wählen sind, damit sie die jeweilige Zielgröße positiv oder negativ beeinflussen. Diese Ergebnisse werden durch Konturendiagramme dargestellt (Abb. 25 und Abb. 26).

Für das nachfolgende Beispiel wurde der Weißgrad als Zielgröße gewählt, wobei der Wert für den Weißgrad maximal sein sollte. Anhand der Daten der Versuchsreihe 2 (ungealterter Rohstoff und Seife A), werden durch das Tool ‚Optimizer‘ die Betriebsbedingungen für die Erreichung eines maximalen Weißgrades berechnet. Dargestellt ist im Konturendiagramm der Abb. 25, die Veränderungen des Weißgrades abhängig von der Zerkleinerungstemperatur und -dauer bei unterschiedlicher Chemikalienkonzentration (linke Abbildung hohe und rechte Abbildung niedrige Konzentration). Das eingblendete Rechteck zeigt die technischen Vorgaben (Zerkleinerungsdauer- und Temperaturbereich) auf.

Um einen maximalen Weißgrad des deinkten Stoffes von 57,52 % zu erzielen, wurden die Bedingungen 65 °C Zerkleinerungstemperatur, 10 min Zerkleinerungsdauer, Seifenkonzentration 0,8 % und Natronlaugekonzentration 0,6 % ermittelt. Betrachtet man die niedrige Chemikalienkonzentration (Seife 0,4 % und Natronlauge 0,1 %) liegt für die o.a. Temperatur und Dauer ein deutlich niedrigerer Weißgrad (54,51 %) vor. Das heißt, durch sinnvolle Variation der Chemikalienkonzentration kann der Weißgrad kostenorientiert gesteigert werden (siehe Abb. 26 und Beispielrechnung mit Optimizer).

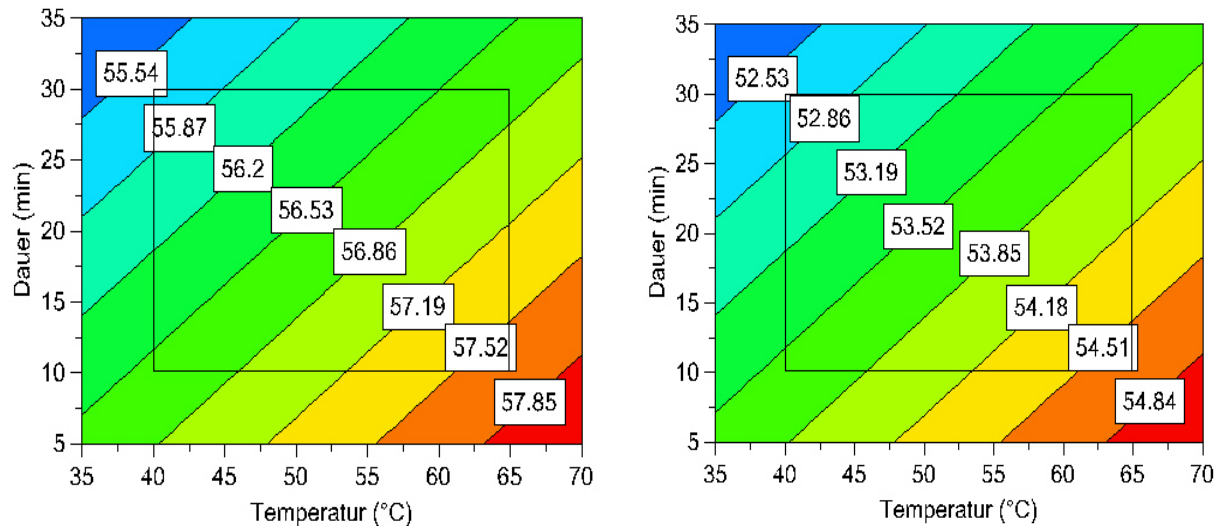


Abb. 25 Optimierung des Weißgrades des deinkten Stoffes, ungealterter Rohstoff, Seife A

links: hohe Konzentration - Seife (0,8 %) und Natronlauge (0,6 %)
rechts: niedrige Konzentration - Seife (0,4 %) und Natronlauge (0,1 %)

Die farblichen Abstufungen zeigen, dass von blau nach rot die Zahlenwerte für den Weißgrad steigen. Zu beachten ist, dass die vom Tool ‚Optimizer‘ vorgeschlagenen Optimierungsmöglichkeiten für die Praxis realistisch sind.

Bleiben die Zerkleinerungstemperatur sowie die Zerkleinerungsdauer konstant und verändert man die Chemikalienkonzentrationen, erkennt man ihre Auswirkung auf den Weißgrad (Abb. 26). Auch hier ist erkennbar, dass der höchste Weißgrad bei hoher Chemikalienkonzentration erzielt wird. Da hohe Chemikalienkonzentrationen einen entsprechenden Kostenfaktor darstellen, können anhand der Konturendiagramme entsprechende Kompromisse hinsichtlich Kosten und Deinstoffqualität gewählt werden. Werden zum Beispiel (linke Abbildung, oben) bei hoher Temperatur (65 °C) und Zerkleinerungsdauer (30 min) bei Beibehaltung der Seifenkonzentration (z.B. 0,7 %) die Natronlauge variiert (z.B. zwischen 0,3 % und 0,5 %), erhält man einen Weißgrad zwischen 56,30 % und 57,00 %. Bei vernachlässigbarem Weißgradunterschied ist aber eine Kosteneinsparung von 0,5 € / t Altpapier ($\approx 4,5$ %) möglich (siehe Beispielrechnung).

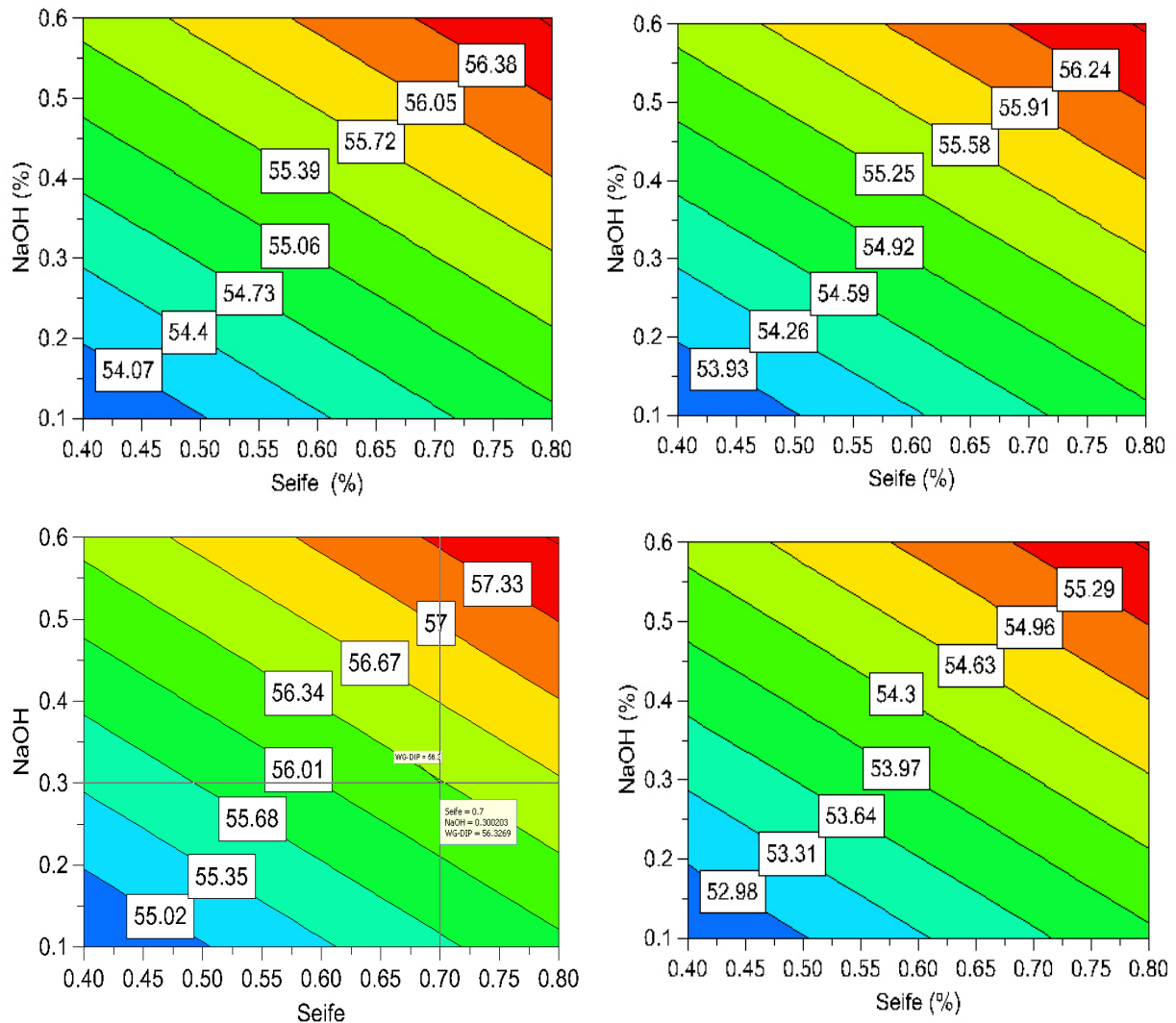


Abb. 26 Optimierung des Weißgrad DIP, ungealterter Rohstoff, Seife (A)

- oben links: hohe Temperatur (65 °C) und Zerkleinerungsdauer (30 min)
- oben rechts: niedrige Temperatur (40°C) und Zerkleinerungsdauer (10 min)
- unten links: hohe Temp. (65 °C) und niedrige Zerkleinerungsdauer (10 min)
- unten rechts: niedrige Temp. (40°C) und hohe Zerkleinerungsdauer (30 min)

Beispielrechnung anhand der ,Optimizer'-Ergebnisse:

Die Möglichkeit der Optimierung der Chemikalienrezeptur im Hinblick auf eine Verbesserung der Deinkingstoffeigenschaften kann auch für eine Optimierung der Chemikalienkosten genutzt werden und so für eine Verbesserung der Wirtschaftlichkeit des Deinkingprozesses sorgen. Nachfolgend an einem Beispiel die Möglichkeit der Optimierung. Basis für die Berechnung sind die Versuchsergebnisse der 2. Versuchsreihe (ungealterter Rohstoff, Seife A).

Zielgröße: Weißgrad des deinkten Stoffes

Hauptinflussgröße: Deinkingchemikalien-Rezeptur (Seife / NaOH)
(andere Faktoren werden konstant gesetzt)

Tab. 11 Einsatzmengen bei Zerfaserung: Weißgrad 57,0 %

Chemikalien	Einsatzmenge [% bez. Altpapier]	Kosten [€ / kg Wirksubstanz]	Kosten [€ / t Altpapier]
NaOH	0,5	0,25	1,25
Fettsäure	0,7	0,65	4,55
Wasserglas	1,2	0,13	1,56
H ₂ O ₂	0,7	0,6	4,20
Gesamtkosten:			11,56

Tab. 12 Optimizer Reduzierung NaOH: Weißgrad 56,3 %

Chemikalien	Einsatzmenge [% bez. Altpapier]	Kosten [€ / kg Wirksubstanz]	Kosten [€ / t Altpapier]
NaOH	0,3	0,25	0,75
Fettsäure	0,7	0,65	4,55
Wasserglas	1,2	0,13	1,56
H ₂ O ₂	0,7	0,6	4,20
Gesamtkosten:			11,06

Ergebnis: Durch Reduzierung der Natronlauge erzielt man eine Kostenersparnis von etwa 4,5 %.

Die hier durchgeführte Beispielrechnung beschränkte sich auf den NaOH-Einsatz. Eine Übertragung auf Praxisanlagen hinsichtlich einer Optimierung der Seifeneinsatzmenge ist nicht möglich, da in den Deinkinganlagen eine Anreicherung in den Kreislaufwässern stattfindet und daher eine Optimierung vor Ort notwendig ist. Eine praxisorientierte kostenmäßige Abschätzung hinsichtlich Optimierung der Seifenzugabe kann daher anhand der Laborversuche nicht durchgeführt werden. Die Zusammenhänge sind aber eindeutig und können als Verbesserungsmaßnahmen auf Deinkinganlagen übertragen werden.

Grundsätzlich bietet eine Reduzierung der NaOH-Menge weitere Vorteile:

- bessere Abtrennung von Klebstoffapplikationen in Folge der weniger starken Zerkleinerung und damit besserer Austrag von Stickys,
- schlechtere Löslichkeit von Störstoffen und damit geringere CSB-Belastung.

5.4 Anwendung der Kenntnisse über Partikelgrößenverteilung und Deinkingergebnis im praktischen Einsatz (Betriebsuntersuchungen)

5.4.1 Ausgangssituation

In einer Altpapieraufbereitungsanlage, welche Deinkstoff für den Einsatz zur Herstellung von Zeitungsdruckpapier erzeugt, wurde nach einer Systemumstellung ein ungenügender Weißgradanstieg in der ersten Flotation (Flotation I) festgestellt. Die Ursachen waren zu ermitteln, mögliche Abhilfemaßnahmen herauszufinden und ihre Wirksamkeit zu untersuchen.

5.4.2 Beschreibung der untersuchten Aufbereitungsanlage

Abb. 27 gibt ein vereinfachtes Schema der untersuchten Deinkinganlage wieder. Als Rohstoff wird Deinkingware (Zeitungen und Magazine) eingesetzt, wobei der Rohstoff einen kleinen Anteil an flexobedruckten Tageszeitungen enthält.

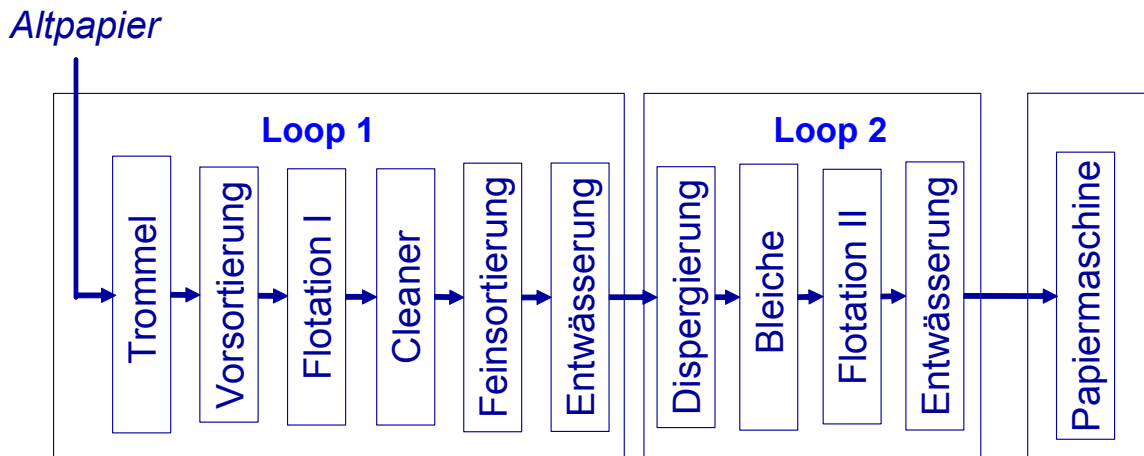


Abb. 27 Schema der untersuchten Deinkinganlage

5.4.3 Durchgeführte Untersuchungen

In einem ersten Schritt wurde eine Systemanalyse der Deinking-Anlage für den relevanten Bereich (Loop 1) durchgeführt und die aktuelle Ist-Situation erfasst. Dazu wurden an ausgewählten Probenahmestellen Proben gezogen und die relevanten Eigenschaften des Altpapierstoffes ermittelt. Basierend auf den Ergebnissen dieser Systemanalyse wurden Laboruntersuchungen zum Flotations-Deinking-Prozess bei Variation der Deinkingchemie durchgeführt. Die Ergebnisse dieser Laborversuche waren die Basis für Veränderung der Chemikalienrezeptur im betrieblichen Einsatz. Nach Umstellung der Rezeptur wurde erneut eine Systemanalyse durchgeführt um die Wirkung zu überprüfen.

5.4.4 Ergebnisse

Die Ergebnisse der Aufnahme der Ist-Situation (Systemanalyse) zeigen deutlich den geringen Weißgradanstieg, der durch die Flotation erzielt wird (Abb. 28). Der geringe Weißgrad der Membranfilterfiltrate lässt auf einen hohen Anteil kleiner Druckfarbenpartikel schließen (Abb. 29). Die Verdünnung des Stoffs nach der Vorsortierung mit Kreislaufwasser und die damit einhergehende Verringerung des Weißgrades der Membranfilterfiltrate belegen, dass im Kreislaufwasser die kleinen Druckfarbenpartikel angereichert vorliegen und zu einer Erhöhung der Belastung führen.

Weißgrad der Stoffproben [%]

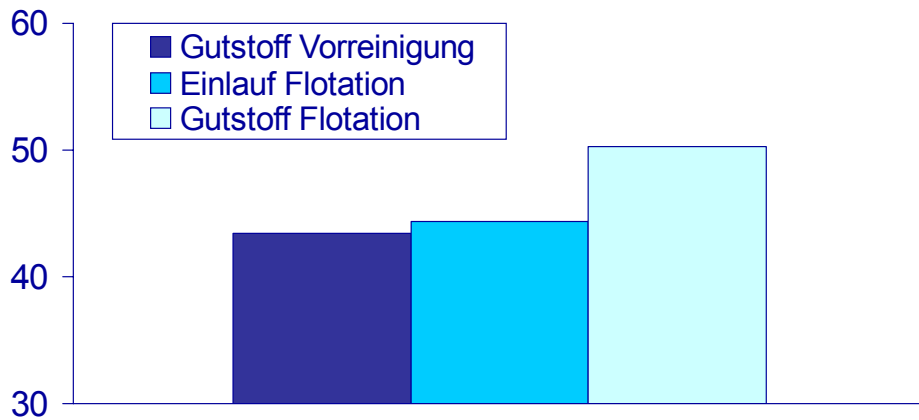


Abb. 28 Systemanalyse - Weißgrad des Faserstoffes - Ist-Situation

Weißgrad der Filtrate [%]

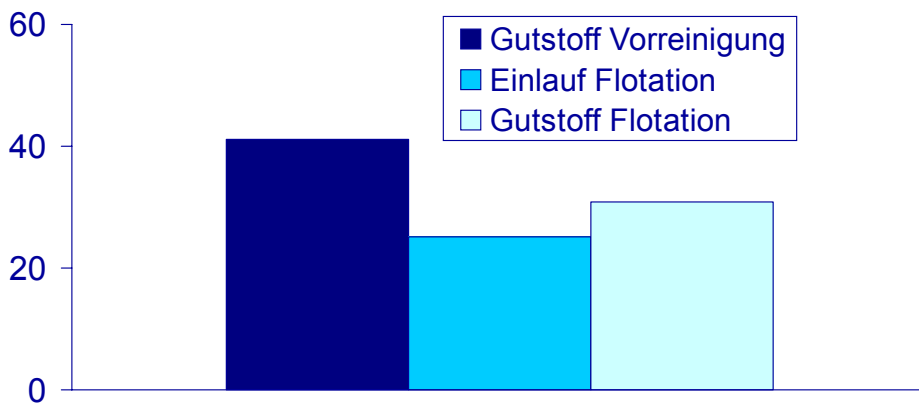


Abb. 29 Systemanalyse - Weißgrad der Filtrate - Ist-Situation

Partikelgrößenverteilung [Anzahl/m²]

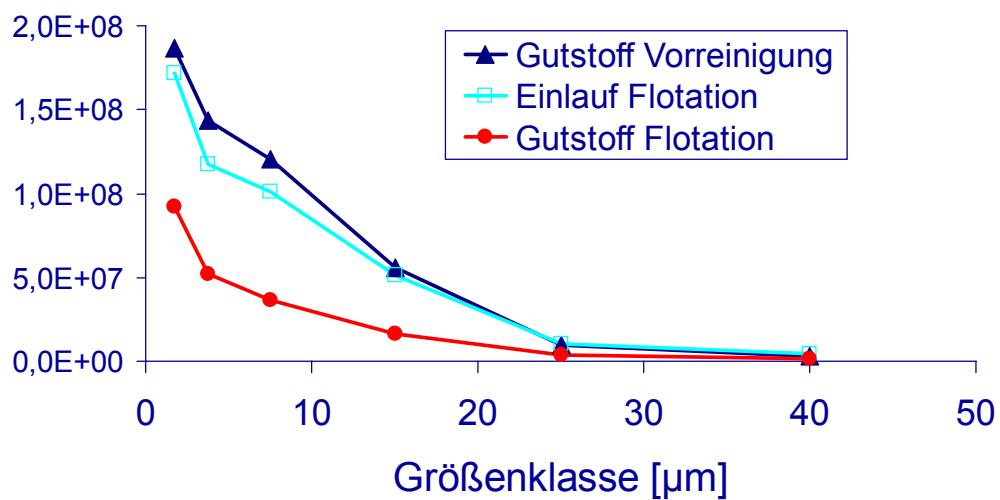


Abb. 30 Systemanalyse – Partikelgrößenverteilung des Faserstoffes - Ist-Situation

Die Druckfarbenpartikelanalyse (Abb. 30) zeigt, dass die Ursache für den geringen Weißgradanstieg bei der Flotation der hohe Anteil an Druckfarbenpartikeln $< 20 \mu\text{m}$ ist. Partikel in diesem Größenbereich können schlecht entfernt werden. So verbleibt im Gutstoff der Flotation noch immer ein relativ hoher Anteil kleinster Partikel, die nicht entfernt wurden (Partikel $< 5 \mu\text{m}$).

Nach Angaben des Betreibers der Anlage, wird im Werk als Rohstoff Deinkingware (Zeitungen und Magazine) eingesetzt, wobei der Rohstoff einen gewissen Anteil an flexobedruckten Tageszeitungen (8 – 10 %) enthält. Wasserbasierende Flexodruckfarben werden bei alkalischen Bedingungen sehr fein dispergiert und lassen sich durch herkömmliche Flotation nicht entfernen. Demnach ist die Belastung der Anlage mit kleinen Druckfarbenpartikeln auf den Anteil an Flexozeitungen im Altpapier zurückzuführen.

Nachdem dies als Ursache identifiziert wurde, kann als Möglichkeit der Problemvermeidung eine Verminderung der Druckfarbenfragmentierung im Aufbereitungsprozess in Frage kommen. Basierend auf den Kenntnissen der wesentlichen Einflussfaktoren auf die Fragmentierung (wesentlicher Einflussfaktor ist das Deinkingchemikalienregime) wurden orientierende Laborversuche durchgeführt. Zielrichtung war es, das Chemikalienregime so zu verändern, dass die Fragmentierung, insbesondere die der Flexofarben, reduziert wird. Ein Ansatz dafür ist eine Reduzierung der Alkalität. Dazu sollte in Laborversuchen herausgefunden werden, ob eine Verminderung des Natronlaugeneinsatzes den hohen Anteil an kleinen Druckfarbenpartikeln vermindert. Die Versuche sollten entsprechend den Randbedingungen der Papierfabrik (Altpapiermischung aus dem Werk, Chemikalieneinsatz, Kreislaufwasser aus dem Werk) durchgeführt werden.

Bedingungen der Laborflotationsversuche:

Altpapier	10 % flexobedruckte Zeitungen 60 % andere Zeitungen 30 % Magazine	
Seife	0,8 %	
Wasserglas	1,2 %	
NaOH	V1 0,3 %	V2 0,1 %

Die Abbildungen 31 bis 33 zeigen die Ergebnisse der Laborflotationsversuche unter Verwendung von Kreislaufwasser aus dem Werk.

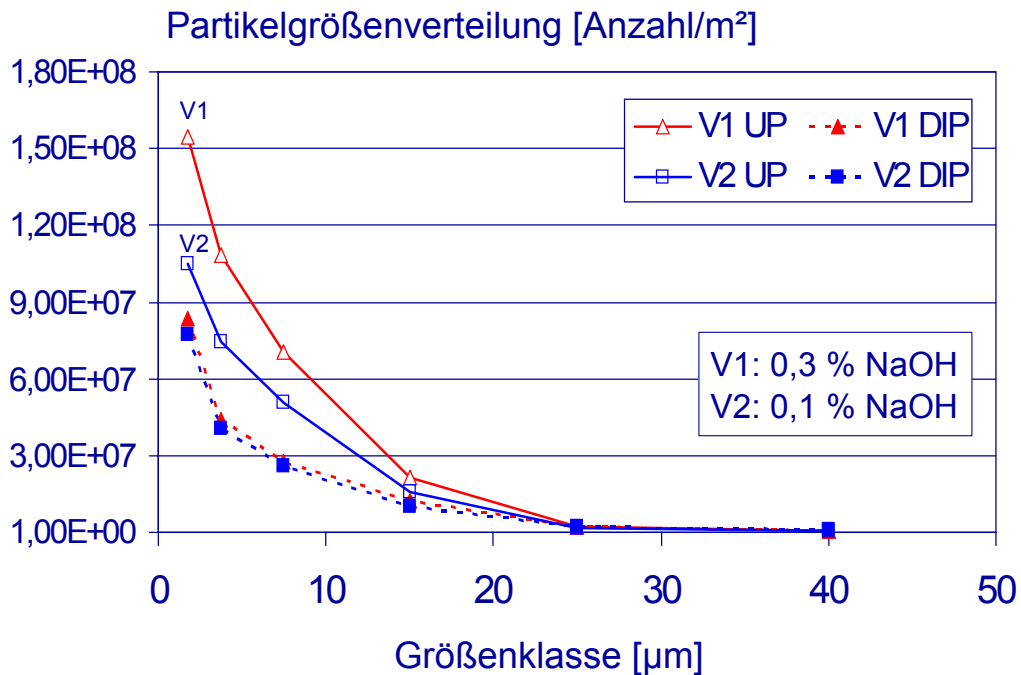


Abb. 31 Partikelgrößenverteilung des Faserstoffes - Laborflotation mit Kreislaufwasser

Das Partikelgrößenspektrum weist bei einer höheren Alkalität (V1) einen größeren Anteil an sehr kleinen Partikeln im undeinkten Stoff auf (Abb. 31). Dies bestätigt die Annahme, dass eine höhere Alkalität mit einer verstärkten Fragmentierung der Druckfarben verbunden ist. Aufgrund der hohen Druckfarbenpartikelbelastung des bei diesen Versuchen verwendeten Kreislaufwassers hat dieser Unterschied bei den Laborversuchen nur eine geringfügige Auswirkung auf die Eigenschaften des deinkten Stoffes (der hohe Absolutgehalt bedingt durch das Kreislaufwasser überdeckt den Effekt der geringeren Fragmentierung hinsichtlich des Flotationsergebnisses) (Abb. 32). Ein deutlicher Unterschied ist aber bei den Weißgraden der Filtrate festzustellen. Der höhere Anteil an kleinen Druckfarbenpartikeln bei einem NaOH-Einsatz von 0,3 % führt zu einem geringeren Weißgrad der Filtrate (höhere Fragmentierung) (Abb. 33).

Weißgrad der Stoffproben [%]

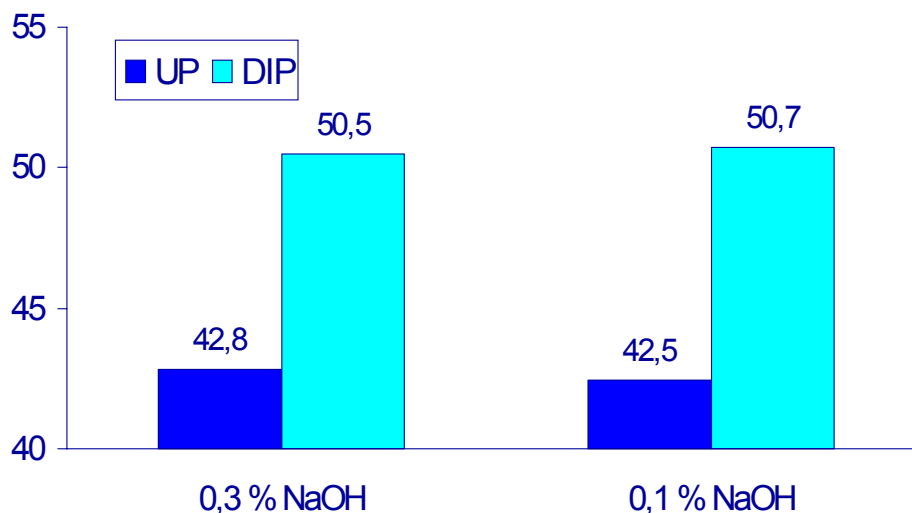


Abb. 32 Weißgrad des Faserstoffes - Laborflotation mit Kreislaufwasser

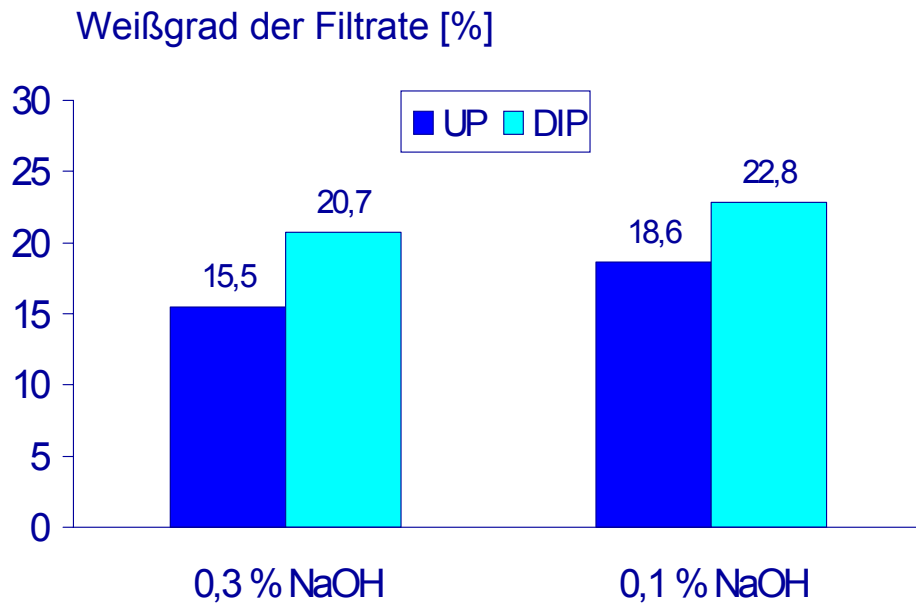


Abb. 33 Weigrad der Filtrate - Laborflotation mit Kreislaufwasser

In einer weiteren Versuchsreihe wurden die Versuche wiederholt, wobei statt Kreislaufwasser Leitungswasser verwendet wurde. Hier zeigt sich deutlicher die Auswirkung eines geringeren NaOH-Einsatzes, welcher sich in einem hheren Weigrad des deinkten Stoffes niederschlgt.

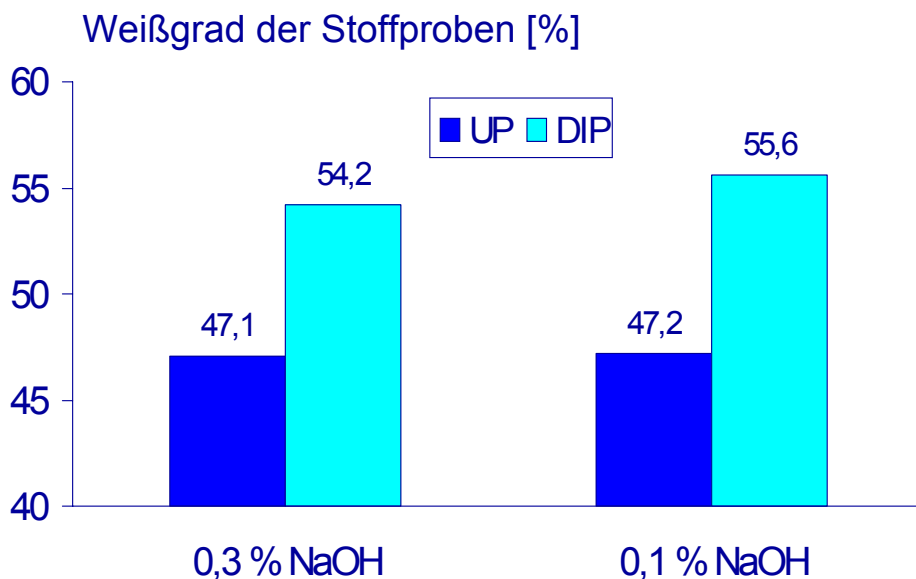


Abb. 34 Weigrad des Faserstoffes - Laborflotation mit Leitungswasser

Die Laborversuche ergaben hinsichtlich der untersuchten Variationen, dass mit einer Reduzierung des NaOH-Einsatzes eine Verbesserung der Situation erzielt werden kann. Diese Ergebnisse waren die Basis fr Betriebsversuche, bei denen der Chemikalieneinsatz verndert wurde (Reduzierung des NaOH-Einsatzes). Nachfolgend sind die Ergebnisse der Betriebsversuche wiedergegeben.

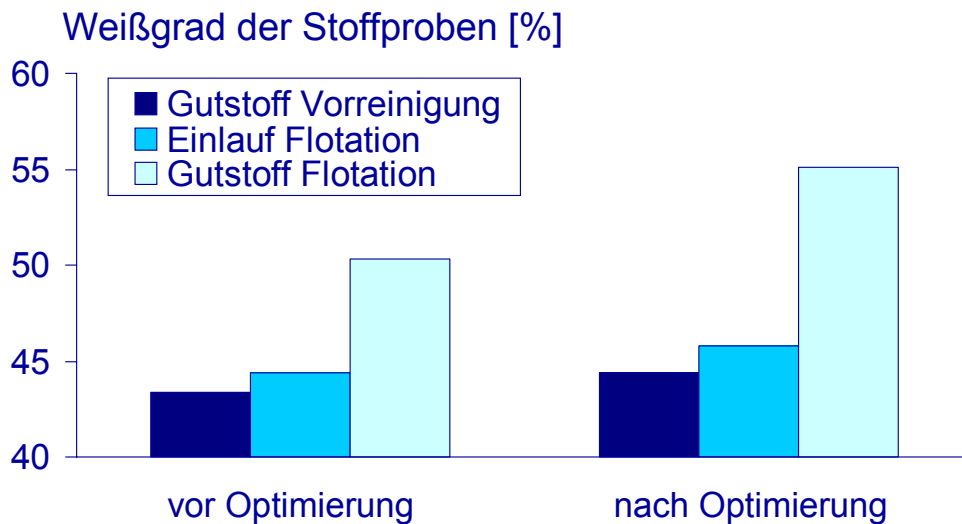


Abb. 35 Systemanalyse - Weißgrad des Faserstoffes – Vor und nach Optimierung

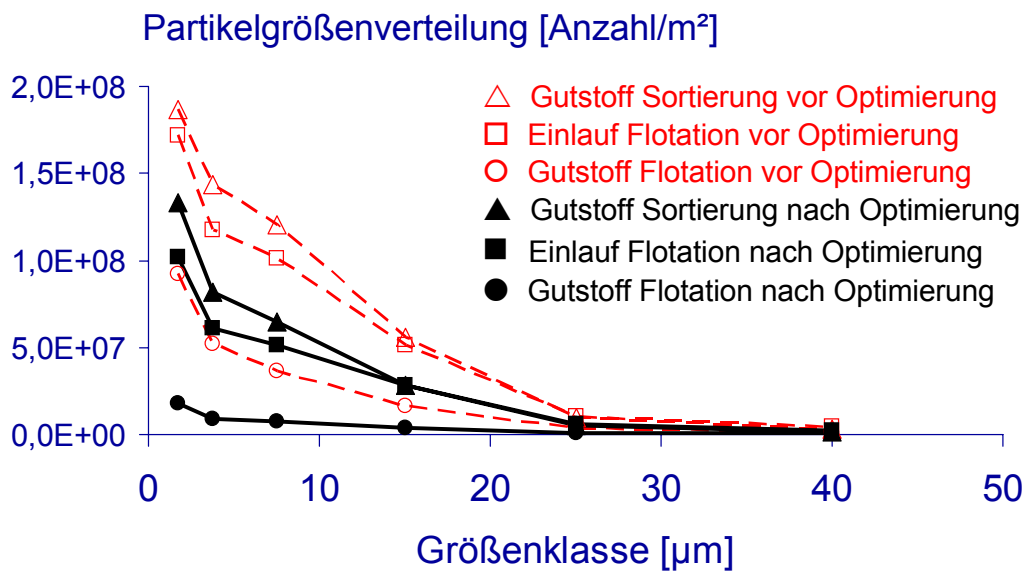


Abb. 36 Systemanalyse – Partikelgrößenverteilung des Faserstoffes – Vor und nach Optimierung

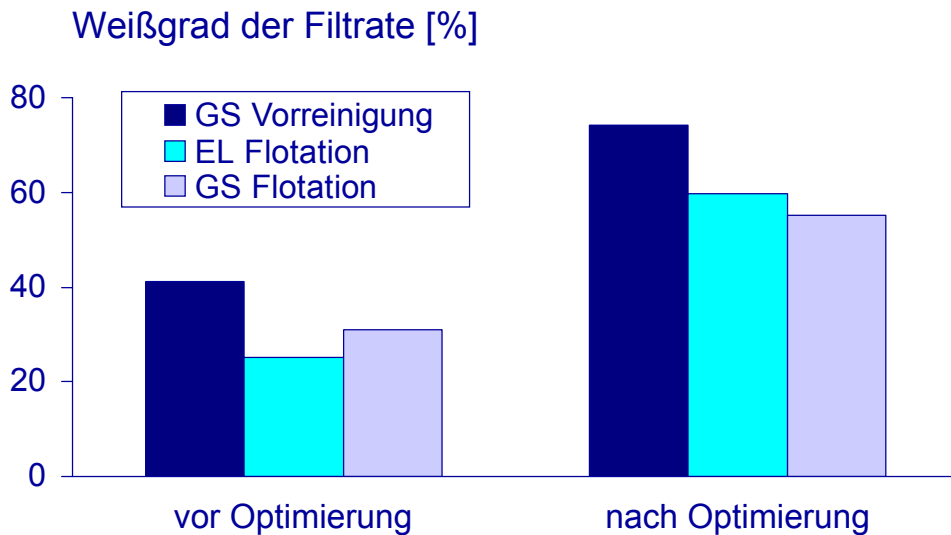


Abb. 37 Systemanalyse - Weißgrad der Filtrate - Vor und nach Optimierung

Ergebnis

Durch die Verfahrensänderung – Änderung der chemischen Verhältnisse (Verminderung der Alkalität durch Reduzierung des NaOH-Einsatzes) – wird eine deutliche Verbesserung der Deinstoffqualität - Verbesserung des Weißgrads im Vergleich zu den Werten vor der Optimierung (Abb. 35) - erzielt. Ursache für die Verbesserung ist die vorliegende Partikelgrößenverteilung vor der Flotation bedingt durch die veränderte Chemie. So weist der Faserstoff vor der Flotation - im Vergleich - einen deutlich geringeren Anteil an sehr kleinen Druckfarbenpartikel ($< 5\mu\text{m}$) auf, was sich auf die Qualität des deinkten Faserstoffes auswirkt (Abb. 36). Ein weiterer Effekt ist die Verbesserung der Filtrat- und damit der Kreislaufwasserqualität (Abb. 37), da aufgrund der reduzierten Druckfarbenfragmentierung auch weniger färbende Farbpartikel im Kreislaufwasser vorhanden sind.

6 Schlussfolgerungen

Mit den Ergebnissen der Laboruntersuchungen konnte gezeigt werden, dass unter Einbeziehung der Ermittlung der Partikelgrößenverteilung der Faserstoffe eine zusätzliche Möglichkeit zur Verfügung steht, die vorherrschenden Betriebszustände beim Flotations-Deinking-Prozess hinsichtlich der Qualität des Faserstoffes zu charakterisieren und zu bewerten.

Diese Untersuchungen führten zu folgenden Erkenntnissen:

- Die Messung und Auswertung der Partikelgrößenverteilung ermöglichte es, diejenigen Größenklassen zu identifizieren, die Schwierigkeiten hinsichtlich der Entfernung bei der Flotation machen. Bei dem untersuchten Druckprodukt zeigte sich, dass der Bereich großer Druckfarbenpartikel bei dieser Betrachtung vernachlässigt werden kann, da dieser Anteil, der möglicherweise für die Flotation ungeeignet ist, sehr gering bzw. nicht vorhanden war. Für offset- oder flexobedruckte Tageszeitungen (gilt vermutlich für den wesentlichen Teil der auf dem Markt befindlichen Druckprodukte) ist der Bereich der kleinen und kleinsten Druckfarbenpartikel für die Bewertung des Deinkingergebnisses von Interesse (Membranfilterbewertung). Die Ergebnisse der Membranfilterbewertung zeigten, dass in jeder Größenklasse ein Austrag von Druckfarbenteilchen bei der Flotation erfolgt. Betrachtet man die Höhe des Austrags hinsichtlich der erreichten Werte im DIP so lässt sich feststellen, dass erst für den Bereich $< 5\mu\text{m}$ eine deutlich schlechterer Austrag zu verzeichnen ist. Partikel im Bereich $0-5\mu\text{m}$ werden im Vergleich der verschiedenen Größenklassen nur unzureichend bei der Flotation entfernt.

- Ein erhöhter Anteil in der Größenklasse $< 5 \mu\text{m}$ ist tendenziell festzustellen bei hoher Zerfaserungsdauer (30 min) und geringer Ölsäurekonzentration (0,4 %) in Verbindung mit geringer Natronlaugenmenge (0,1 %). Als Haupteinflussgrößen auf die Partikelgrößenverteilung konnten die Deinkingchemikalien-Rezeptur und die Zerfaserungsdauer identifiziert werden.
- Mit den im Rahmen des Projektes ermittelten Daten basierend auf der statistischen Versuchsplanung lassen sich Optimierungen für ein verbessertes Deinkingergebnis unter Nutzung des MODDE Optimizer-Tools durchführen. Damit ist auch die Möglichkeit einer wirtschaftlichen Optimierung insbesondere des Chemikalieneinsatzes gegeben. Eine Beispielrechnung mit dem Optimizer-Tool im Hinblick auf eine Optimierung der Chemikalienrezeptur ergab bei vernachlässigbarem Weißgradunterschied eine Kosteneinsparung von ca. 4,5 % durch eine Reduzierung der Natronlaugenmenge.
- Im Wesentlichen werden Partikel $< 5 \mu\text{m}$ unzureichend bei der Flotation ausgetragen. Bei dieser Größenklasse handelt es sich auch um Partikel, die in den verschiedenen Entwässerungsstufen der AP-Anlage in das Kreislaufwasser gelangen. Wie gezeigt, hat das Prozesswasser mit einem hohen Anteil kleiner und kleinster Druckfarbenpartikel einen deutlich negativen Einfluss auf die Deinkingstoff-Qualität. Besondere Bedeutung hat in diesem Zusammenhang die Wasserqualität des Prozesswassers, welches bei der Verdünnung vor der Flotation eingesetzt wird. Einen Lösungsansatz bietet hier die Kreislaufwasserreinigung. Mittels Druckentspannungsflotation erfolgt bei Einsatz geeigneter Hilfsmittel (Agglomeration der Druckfarbenpartikel) ein effizienter Austrag von Farbpartikeln aus dem Kreislaufwasser (auch von Druckfarben mit einem sehr hohen Anteil kleinster Partikel). Der Einsatz von gereinigtem Kreislaufwasser verbessert die optischen Eigenschaften des deinkten Stoffes im Vergleich zu mit Druckfarbenpartikeln angereicherter Prozesswasser. Bei den im Rahmen des Projektes untersuchten Hilfsmitteln erwies sich ein PAC mit kationenaktiver Komponente als diejenige Variante mit der besten Wirkung. Eine ausreichende Einsatzmenge (30 ppm) wird empfohlen.
- Die Partikelgrößenverteilung stellt eine wichtige Kenngröße für die Prozessbewertung dar. Mit ihrer Hilfe wird eine differenzierte Betrachtung der Wirksamkeit von Deinkingchemikalien oder einzelner Prozessstufen von Deinkinganlagen sowie Aussagen insbesondere zur Agglomeration und Abtrennung kleinster Druckfarbenpartikel ermöglicht. Die Methode zur Bestimmung der Partikelgrößenverteilung kann somit als zusätzliches Tool bei der Systemanalyse eingesetzt werden. Sie dient im Rahmen der Prozessanalyse zur
 - Bewertung einzelner Stufen und Aggregate hinsichtlich des Druckfarbenpartikelaustrags
 - Identifizierung von Stellen im Prozess an denen sich Druckfarbenpartikel besonders stark anreichern.

Eine Systemaufnahme unter Einbindung der Partikelgrößenverteilung als Messgröße macht Zusammenhänge erkennbar, die über die Messung der reinen optischen Eigenschaften hinausgehen. So konnten die im Rahmen des Projekts durchgeführten Untersuchungen in einer Altpapieraufbereitungsanlage den Zusammenhang zwischen Rohstoff Altpapier (Anteil flexobedruckter Zeitungen), chemische Verhältnisse (hohe Alkalität), schlechtes Flotationsergebnis und Partikelgrößenverteilung im Altpapierstoff aufzeigen. Durch die darauf aufbauende Verfahrensänderung – Änderung der chemischen Verhältnisse (Verminderung der Alkalität durch Reduzierung des NaOH-Einsatzes) - konnte eine deutliche Verbesserung der Deinkstoffqualität - Verbesserung des Weißgrads im Vergleich zu den Werten vor der Optimierung erzielt werden. Ursache für die Verbesserung war die vorliegende Partikelgrößenverteilung vor der Flotation bedingt durch die veränderte Chemie. So weist der Faserstoff vor der Flotation - im Vergleich - einen deutlich geringeren Anteil an sehr kleinen Druckfarbenpartikel ($< 5 \mu\text{m}$) auf, was sich auf die Qualität des deinkten Faserstoffes auswirkt.

Die Methode zur Ermittlung der Partikelgrößenverteilung wurde mit Abschluss des Projektes einer eingehenden Prüfung unterzogen. Basierend auf der Vielzahl der während der Projektbearbeitung durchgeführten Messungen bzw. Auswertungen zur Partikelgrößenbestimmung konnten wichtige Erkenntnisse über Probleme insbesondere bei der Auswertung gesammelt werden. Diese im Rahmen des Projektes gewonnenen Erkenntnisse flossen in eine Modifizierung der Methodik ein. So wurden bei der Probenvorbereitung für die Erstellung der Filter genaue Vorgaben zur Verdünnung der Stoffsuspension festgelegt und die jeweilige Probenmenge angepasst. Auch wurden hinsichtlich der Klasseneinteilung die Klassengrenzen für die jeweiligen Präparate festgelegt. Vorteile der modifizierten Probenvorbereitung sind schärfere Aufnahmen insbesondere bei den Membranfiltern, eine Reduzierung der Überlagerungen von Druckfarbenpartikeln durch Fasern, Verringerung der Anzahl von Faserkreuzungspunkten und eine Verbesserung der Reproduzierbarkeit der Ergebnisse.

Die Ergebnisse des Forschungsvorhabens tragen damit bei, eine an den vom Endprodukt geforderten Eigenschaften orientierte Verbesserung der Altpapierstoffe zu erreichen. Damit wird ein Beitrag zur Optimierung der Altpapieraufbereitungstechnologie hinsichtlich Konzept und Betriebsweise als auch zur weiteren Steigerung der stofflichen Verwertung von Altpapier in der Papierindustrie geleistet.

Danksagung

Die mitgeteilten Ergebnisse wurden im Rahmen des Forschungsvorhabens AiF 13632 gewonnen, das durch die Arbeitsgemeinschaft industrieller Forschungsvereinigungen „Otto von Guericke“ e.V. (AiF), Köln, mit finanziellen Mitteln des Bundesministeriums für Wirtschaft und Technologie (BMWi) gefördert wurde. Dafür sei an dieser Stelle herzlich gedankt.

Ansprechpartner:

Johann Strauß
Tel 089-12146491
j.strauss@ptspaper.de

Kai Blasius
Tel. 03529-551674
k.blasius@ptspaper.de

Papiertechnische Stiftung PTS
Heißstraße 134
80797 München
Tel 089-12146-0
Fax 089-12146-36
e-Mail: info@ptspaper.de
Internet: www.ptspaper.de

Literaturverzeichnis

- 1 HANECKER E
DIP-Stoff-Qualität in Abhängigkeit von der Rohstoffzusammensetzung und Verfahrenstechnik
In: 10. PTS-CTP-Deinking-Symposium
J. Murr, G. Galland und E. Hanecker (Hrsg.)
München: PTS 2002
PTS Symposium DE 31 204
- 2 HANECKER E., STRAUSS J. und J. BLECHSCHMIDT
Anforderungen an recycling-gerechte Papiererzeugnisse
Allgemeine Papier Rundschau 123, 752-755 (1999), Nr. 33
- 3 ACKERMANN C., PUTZ H.-J. und L. GÖTTSCHING
Druckerzeugnisse auf dem Prüfstand – Prozesssimulierte Charakterisierung der Rezyklierbarkeit
ipw – Das Papier, T50-T55 (2001) Nr. 3
- 4 PUTZ H.-J., SCHABEL S. und A. FAUL
Aktuelle Ergebnislage zur Bewertung der Rezyklierbarkeit von Druckerzeugnissen
In: 11. PTS-CTP-Deinking-Symposium
G. Galland und E. Hanecker (Hrsg.)
München: PTS 2004
PTS Symposium DE 404
- 5 FAUL A.
Deinked Pulp – Quality and Trends at INGEDE Member Mills
In: INGEDE Seminar
13 September 2005, London
- 6 N.N.
Fortschreibung der Selbstverpflichtung vom 16. September 1994 für eine Rücknahme und Verwertung gebrauchter graphischer Papiere
Arbeitsgemeinschaft Graphische Papiere (AGRAPA), Bonn, 2001
- 7 FABRY B. and B. CARRE
Pulping and ink detachment
In: 7th Advanced Training Course on Deinking Technology;
31.05.-02.06.2005; Grenoble. CTP; Grenoble (Hrsg.)
- 8 JULIEN SAINT AMAND F.
Ink removal by flotation and washing: hydrodynamic and technological aspects
In: 7th Advanced Training Course on Deinking Technology;
31.05.-02.06.2005; Grenoble. CTP; Grenoble (Hrsg.)
- 9 BENEVENTI D.
Physico-chemical aspects of deinking
In: 7th Advanced Training Course on Deinking Technology;
31.05.-02.06.2005; Grenoble. CTP; Grenoble (Hrsg.)
- 10 ACKERMANN und L. GÖTTSCHING
Quantitative Bewertung von Druckfarbenpartikeln in Deinkstoffen
Teil I: Zusammenhänge zwischen schwarzen Druckfarbenpartikeln und optischen Kenngrößen von Deinkstoffen
Wochenblatt für Papierfabrikation 130, 299-305 (2002) Nr. 5
- 11 HANECKER E., POWILLEIT I., WELT H.-J. und E. WIEGMANN
Neuere Ergebnisse vom wässrigen Zeitungsdruck
Wochenblatt für Papierfabrikation 128, 1295-1300 (2000) Nr. 19
- 12 T. ROSATZIN, W. KÜNZI, M. SANER u. E. HANECKER
Druckfarbenablösung und Entfernung durch Kombination geeigneter Tenside
9. PTS-CTP-Deinking-Symposium 2000

- H. Großmann, G. Galland, E. Hanecker (Hrsg.)
München: PTS 2000,
PTS-Symposium PTS-VB 2004
- 13 E. Hanecker und A.-M. Strunz
Neuer Ansatz zur Verbesserung des Deinkingergebnisses durch den gezielten Einsatz von Tensiden beim Neutraldeinking
PTS-Homepage: <http://www.ptspaper.de>
- 14 CARRE B., FABRY B. und D. BENEVENTI
Interfacial mechanisms in deinking process
Progress in Paper Recycling, 6-16 (May 2002)
- 15 GALLAND G. und B. CARRE
Deinking of waterbased-ink printed papers
In: 7th Advanced Training Course on Deinking Technology;
31.05.-02.06.2005; Grenoble. CTP; Grenoble (Hrsg.)
- 16 STRAUSS J. und CH. BIENERT
Untersuchungen zur Verbesserung der Altpapierstoffqualität in Abhängigkeit von der Kreislaufwasserbelastung bei der Altpapieraufbereitung im Deinking-Prozess
Abschlussbericht AiF 11742 (2000)
- 17 YULE J.A.C. u. NIELSEN W.J.
1951 TAGA Proceedings, p. 65
- 18 KLEPPMANN W.
Taschenbuch Versuchsplanung
München, Wien: Carl Hanser Verlag, 2003
- 19 ORTH A., and D. WENZEL, Modellgestützte Versuchsplanung und Optimierung
University of Applied Sciences, Frankfurt, 2003
- 20 KLEIN R.; SCHULZE U u. HANECKER E.
Stand und Entwicklungstrends der messtechnischen Bewertung von optischen Inhomogenitäten als Grundlage einer Prozessbeurteilung und -optimierung
in: 11. PTS-CTP-Deinking-Symposium; G. Galland und E. Hanecker (Hrsg.)
München: PTS 2004
PTS Symposium DE 404

Glossar

Abkürzung	Bezeichnung
AP	Altpapier
DIP	Deinkstoff / deinkter Stoff
DOMAS	Digital Optical Measurement and Analysis System
ID	Ink Detachment
IE	Ink Elimination
INGEDE	Internationale Forschungsgemeinschaft Deinking-Technik
otro	ofentrockener Stoff
PAC	Polyaluminiumchlorid
RK	Rapid-Köthen
UP	undeinkter Stoff
WG	Weißgrad
WP	gewaschener Stoff