



INFOR-Projekt Nr. 119

Sekundärsticky-Bildung durch Retentions- mitteldosierung bei der Herstellung von Ver- packungspapieren

Schlussbericht

März 2009

Papiertechnische Stiftung (PTS)
Heidenau

Dr. A.-B. Kerkhoff

Projektleiter:
Dipl.-Ing. M. Malchin

Papiertechnische Stiftung
Pirnaer Str. 37
01809 Heidenau

Heißstraße 134
80797 München

Abschlussbericht INFOR 119

Sekundärsticky-Bildung durch Retentionsmitteldosierung bei der Herstellung von Verpackungspapieren

Dipl.-Ing. M. Malchin
Dr.-Ing. J. Kappen
Dipl.-Ing. L. Hamann
Dipl.-Ing. C. Lumpe

19. März 2009

Projektbegleiter:
Klinge Paperwerke GmbH Weener:
Uwe Sonntag
Papierfabrik Adolf Jass Schwarza GmbH:
Michael Habeck
SCA Packaging: Dr. Alexander Fried
Millvision GmbH: Cornelia Lumpe
PTS: L. Hamann, J. Kappen, M. Malchin

Das Forschungsprojekt wurde gefördert
durch das
Kuratorium für Forschung und Technik
der Zellstoff- und Papierindustrie
im Verband Deutscher
Papierfabriken e.V. (VDP), Bonn

Inhaltsverzeichnis

	Seite
1 Zusammenfassung.....	3
2 Wissenschaftlich- technische und wirtschaftliche Problemstellung	5
2.1 Ausgangssituation	5
2.2 Einflüsse auf die Stickybeladung und die Bildung von Sekundärstickys im Konstanten Teil ...	9
2.3 Problemstellung/ Forschungsbedarf.....	12
3 Forschungsziel	12
4 Gesamtvorgehen	13
5 Methoden	15
5.1 Wasser- und Stoffanalytik	15
5.2 Bilanzierung	19
6 Datenaufnahme, Probenahme und Messung in 3 Papierfabriken (vgl. Arbeitspaket 3)	20
6.1 Spezifika der Werke	21
6.2 Prozess-Schema/ Probenahmeplan.....	21
6.3 Probenahmestellen und Messprogramm	25
7 Ergebnisse	26
7.1 Werk 1.....	26
7.1.1 Vor Ort Messwerte.....	28
7.1.2 Profildarstellung der Messergebnisse	30
7.2 Werk 2.....	35
7.2.1 Vor Ort Messwerte.....	37
7.2.2 Profildarstellungen der Messergebnisse für V0	38
7.3 Werk 3.....	41
7.3.1 Vor Ort Messwerte.....	42
7.3.2 Profildarstellungen der Messergebnisse	43
7.4 Stickymessung nach Millvision	45
8 Schlussfolgerungen	49
8.1 Bildung von Sekundärstickys	49
8.1.1 Arbeitshypothese	49
8.1.2 Gefundene Sekundärstickyquellen	51
8.1.3 Ermittelte Ursachen für Sekundärstickyquellen	56
8.2 Empfehlung zum Nachweis von Sekundärstickyquellen in der Praxis	63
8.2.1 Bilanzierungen von Sekundärstickyquellen.....	63
8.2.2 Schnellmethode auf NIR Basis nach PTS.....	65
8.2.3 Schnellmethode auf NIR Basis nach Millvision	65

Durchführende Forschungsstelle	67
Literaturverzeichnis.....	68

1 Zusammenfassung

Zielstellung

Das Ausmaß und die Randbedingungen einer Sekundärsticky-Bildung im konstanten Teil von Papierfabriken zur Herstellung von Verpackungspapieren sollten ermittelt werden. Vorrangig betrachtet wurde der Einfluss des Retentionssystems. Kam ein separates Fixiermittel zum Einsatz, dann sollte dessen Wirkung ebenfalls erfasst werden.

Durchführung

Es wurden 3 Papierfabriken zur Herstellung von Wellpappenrohpapieren, mit unterschiedlichen Retentionssystemen, untersucht. Betrachtet wurden vorrangig bezüglich Retention und Fixierung relevante Bilanzräume. Beprobte wurde in erster Linie vor und nach Additiv-Dosierstellen aber auch in den Siebwässern und Sortierstufen.

Folgende Varianten wurden untersucht:

Werk	Variante	Beschreibung
Werk 1	V0	Ist- Zustand
	V1	Die Dosierung des Fixiermittels wurde um 50% erhöht.
	V2	Dosierortwechsel des Retentionsmittel 1 an den Anfang des konstanten Teils.
Werk 2	V0	Ist- Zustand
	V1	Verringerung der Retentionsmitteldosierung um ca. 12%.
Werk 3	V0	Ist- Zustand

Die mögliche Sekundärsticky-Bildung wurde durch Kombination geeigneter Messmethoden mit Hilfe einer Stoff-Wasser-Bilanz der betrachteten Bilanzräume bestimmt. Anhand der Ergebnisse konnte bewertet werden, in wie Weit die Sekundärsticky-Bildung im Vergleich zur Primärsticky-Belastung bei der Bekämpfung von Ablagerungen berücksichtigt werden muss.

Ergebnisse

Anhand der Messergebnisse wurden in zwei von drei Papierfabriken Sekundärstickyquellen identifiziert:

	Fixiermittelin- duziert	Retentionsmit- telinduziert	Stoffverdün- nung
Werk 1	X(V0)		X (V0, V1, V2)
Werk 2		X (V0, V1)	
Werk 3	Keine Sekundärstickyquellen		

Fixiermittelinduzierte Sekundärstickyquelle

Es konnte der Einfluss der Fixiermittel-Dosierung auf die Sekundärstickybildung nachgewiesen werden. Im V1 wurde im Vergleich zu V0, durch die Erhöhung der Dosierung, die Sekundärstickybildung im betrachteten Bilanzraum unterdrückt.

Während es im Ist- Zustand (V0) zwischen Zu- und Auslauf des Bilanzraumes zu signifikanten Erhöhungen der Frachten im Partikelgrößenbereich zwischen 100 und 1500 µm kam, wurden im V1 nach der Erhöhung der Dosierung keine Änderungen deutlich.

Reproduziert werden konnte dies durch den tendenziell identischen Verlauf der Grafiken im V0 und V2, in denen die Dosierungen des Fixiermittels gleich waren.

Retentionsmittelin- duzierte Sekundärstickyquelle

Es konnten in beiden Varianten ungewollte retentionsmittelbedingte Agglomerationen von kolloidalen Partikeln und Mikrostickys zu Makrostickys nachgewiesen werden.

Der gemessene Anstieg in den Makrostickyfrachten, im betrachteten Bilanzraum beider Varianten, konnte auf ungewollte Reaktionen zwischen kolloidalen Partikeln und Mikrostickys aus dem Verdünnungswasser sowie dem durch SW1 angereicherten Hauptstoffstrom mit dem Retentionssystem zurückgeführt werden.

Signifikante Abnahmen der Mikrostickybeladungen zwischen Zu- und Auslauf des betrachteten Bilanzraumes bestätigten die additivbedingten Agglomerationen.

Stoffverdünnung In allen drei Varianten konnte der Einfluss, der mit dem Siebwasser eingetragenen kolloidalen Partikel und Mikrostickys sowie unverbrauchten Additiven, auf die Sekundärstickbildung nachgewiesen werden. Belegt wurde dies durch die signifikanten Erhöhungen der Makrostickyfrachten aller Partikelgrößen im Bilanzraum Stoffverdünnung zwischen Zu- und Auslauf.

	V0	V1	V2
Erhöhung der gesamten Makrostickyfracht (Sekundärstickbildung)	+41%	+30%	+65%

Weiterhin konnte anhand der Bilanzierung der Einfluss der veränderten Additivdosierstrategie vor der Verdünnungsstufe nachgewiesen werden. In V1 drängt die erhöhte Fixiermittelmenge die Sekundärstickbildung im Vergleich zu V0 zurück. In V2 konnte gezeigt werden, dass der Dosierortwechsel des Retentionsmittels 1 eine Verschlechterung des Ergebnisses brachte.

**Werkvergleich:
Ausmaß der Sekundärstickbildung**

In Relation zur Makrostickybeladung im Fertigstoff der Stoffaufbereitung ergibt sich das gesamte Ausmaß der Sekundärstickbildung in den Werken wie folgt:

Werk	Variante	Makrostickyfracht Fertigstoff [m ² /d]	Sekundärstickys [m ² /d]	Sekundärstickys [%]
1	0	4.055	670	16,5
	1	4.070	250	6,0
	2	3.640	1.210	33,0
2	0	4.140	770	18,5
	1	3.511	920	26,0
3	0	26.510	-	0

2 Wissenschaftlich- technische und wirtschaftliche Problemstellung

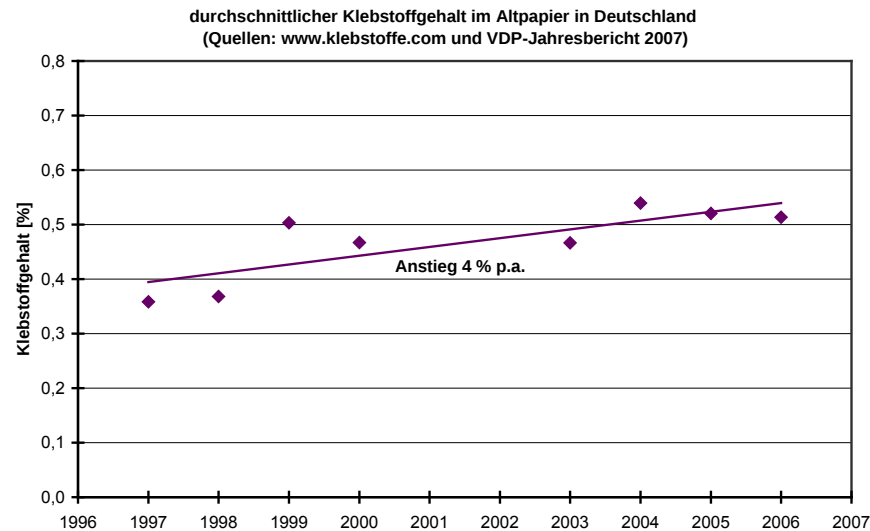
2.1 Ausgangssituation

**hohe Altpapier-
einsatzquoten
bei Verpa-
ckungspapieren**

Bei Verpackungspapieren liegt die Altpapiereinsatzquote in Deutschland seit Jahren deutlich über 100 %. D.h. aufgrund erheblicher Rejektmengen infolge von Verunreinigungen und hohen Füllstoffgehalten muss deutlich mehr Altpapier eingesetzt werden als netto an Papier produziert wird.

hohe Kleberbeladung im Altpapier

Im Altpapier sind derzeit durchschnittlich 0,5 % Klebstoffe aus der Papierverarbeitung enthalten [1]. Der jährliche Anstieg der mittleren Kleberbeladung lag in den letzten 10 Jahren bei ca. 4 %.

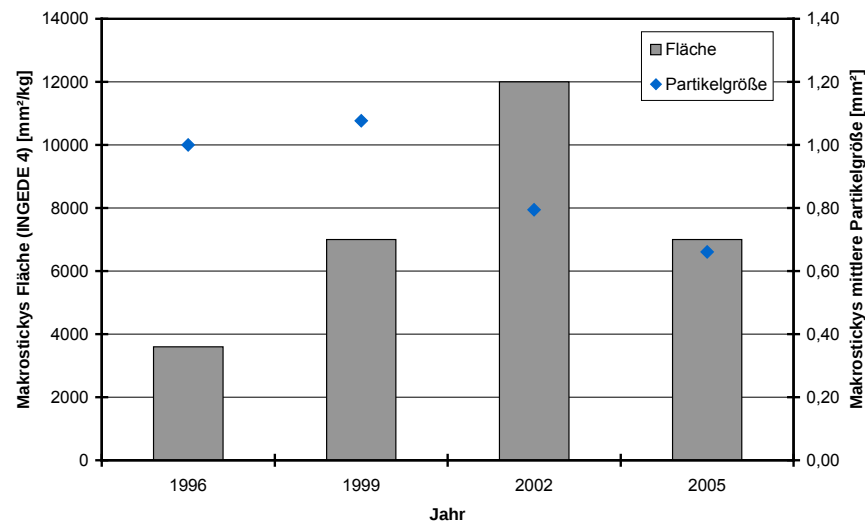


Ein Klebergehalt von 0,5 % entspricht überschlägig einer Makrostickyfläche von ca. 50.000 mm²/kg [2]. In Altpapierstoffen sind durchschnittlich jedoch nur ca. 20.000 mm²/kg (AP für Testliner 30.000 mm²/kg, AP für DIP und Tissue 7.000 mm²/kg) enthalten.

Man kann demnach davon ausgehen, dass bei der Altpapierzerfaserung mindestens die Hälfte aller enthaltenen Klebstoffe in feindisperse Partikel < 100 µm (= Mikrostickys) zerkleinert werden oder zum Teil auch in kolloidaler oder gelöster Form vorliegen.

Makrostickys tendenzielle Entwicklung der Beladung

Lt. Veröffentlichung der INGEDE hat sich die Makrostickybeladung im Altpapier zur Herstellung von Verpackungspapieren auf einem hohen Niveau stabilisiert. Als problematisch wird die tendenzielle Abnahme der durchschnittlichen Partikelgröße gesehen. Je kleiner die Makrostickys, desto schwieriger ist die Abtrennung dieser Partikel im Drucksortierer. Die Werte sind das Durchschnittsergebnis einer Erhebung in mehr als 30 Papierfabriken [3].



Mikrostickys

sowohl durch Makrostickys als auch durch Mikrostickys verursacht werden. Das Schädspotenzial kolloidaler und gelöster Substanzen wird erst dann relevant, wenn es zu starken Ausflockungen im Prozess kommt (Sekundärstickybildung) [4]. Grundsätzlich wird davon ausgegangen, dass Mikrostickys aufgrund ihrer im Vergleich zu den Makrostickys deutlich geringeren Größe auch eine dementsprechend reduzierte Ablagerungsneigung aufweisen [5] (siehe Schema [2]). Die mögliche Schädlichkeit der Mikrostickys ergibt sich auf 2 Wegen:

- sehr hohe absolute Beladung

Die Mikrostickybeladung in der Stoffsuspension kann ohne weiteres 10 bis 50 x höher als die Makrostickybeladung sein [6] [7]. Dabei kann aber davon ausgegangen werden, dass nicht alle Mikrosticky-Erscheinungsformen gleich klebrig bzw. störend sind (vgl. nächster Abschnitt).

- Potenzial zur Bildung von Sekundärstickys

Aus dieser hohen Beladung und dem Einsatz von fällenden und flockenden Additiven im Konstanten Teil ergibt sich ein hohes Potenzial zur Bildung unerwünschter stabiler Stickyagglomerate. Diese sind in Form zusätzlicher Makrostickys messtechnisch nachweisbar [8].

	Bildung unerwünschter Sekundärstickys	abtrennbar durch Druck-Sortierer?	Ablagerungsneigung (Kennzeichen)	Bezeichnung Partikelgröße	abblirrbare Feststoffe
Makrostickys		ja (nicht vollständig)	sehr hoch (Klebrigkeit)	grobdispers (Makropartikel)	
Mikrostickys		nein	mittel (Klebrigkeit)	feindispers (Mikropartikel)	
potenzielle Sekundärstickys		nein	nahezu keine (Ladung)	kolloidal (1 nm - 1 µm), gelöst (< 1 nm)	
L. Hamann, PTS Heidenheim					

Trennkriterium:
Laborsortierung,
Schlitzplatte
100 bzw. 150 µm

Trennkriterium:
Schwarzbandfilter
(retentierte Partikel-
größe ca. 1...5 µm)

Trennkriterium:
Laborsortierung,
Schlitzplatte
100 bzw. 150 µm

Trennkriterium:
Schwarzbandfilter
(retentierbare Partikel-
größe ca. 1...5 µm)

Mikrostickys mögliche Er- scheinungsfor- men

Mikrostickys liegen in einem Partikelgrößenbereich zwischen 1 und 100 µm. Bei einer Bestimmung der Mikrostickybeladung mittels Extraktion z.B. mit Dimethylformamid (DMF), werden alle in der Tabelle aufgeführten Mikrostickyarten als Gesamtextrakt ausgewiesen [9].

Mikrosticky-Erscheinungsart	Gehalt im Altpapier ca. [%]	Kleber- bzw. Bindergehalt ca. [%]	Klebrigkeit des Partikels
Klebstofffilm zerkleinert	0,1 - 0,5	100	++ / +++
Agglomerat (Sekundärsticky)	< 0,1	50 - 90	++ / +++
Druckfarbenfilm zerkleinert	0,1 - 3,0	20 - 50	+
Streichfarbenfilm zerkleinert	5 - 20	10 - 15	+

Wenn in den Partikeln ein entsprechend hoher Pigmentanteil vorhanden ist, wie z.B. in Druckfarben und im Papierstrich, dann sind diese Partikel sicherlich deutlich weniger klebrig als Mikrostickys, die ausschließlich aus Klebern bestehen.

Mikrostickys Messung

Die messtechnische Erfassung von Mikrostickys ist derzeit nicht standardisiert und wird auf verschiedenen Wegen versucht.

Nachteil der Extraktionsmessung ist der nicht eindeutige Bezug zur Klebrigkeit unterschiedlicher Mikrosticky-Erscheinungsformen, und die schwierige Differenzierung zwischen Makro- und Mikrostickyfraktion im Extrakt.

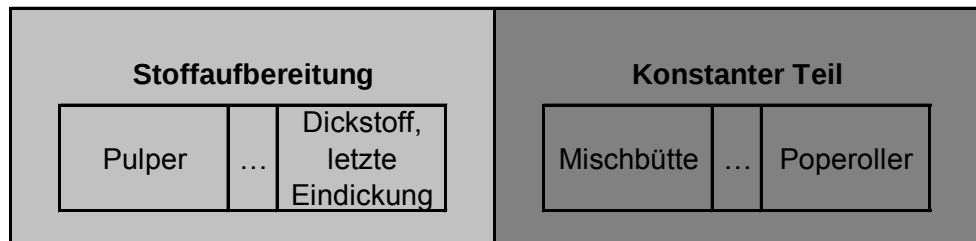
Ablagerungsmethoden sind kritisch, da die zu messende abgelagerte Sticky-menge im Bereich von Nano- bzw. Milligramm liegt. Schwierigkeiten macht auch die Trennung zwischen abgelagerten Stickys und Faser- bzw. Füllstoffen [10].

Alle bisherigen Mikrosticky-Messmethoden sind in der Regel sehr zeitaufwändig und nicht vor Ort einsetzbar. Potenzial wird in einer auf potenzielle Stickysubstanzen kalibrierten NIR-Messung gesehen [11].

2.2 Einflüsse auf die Stickybeladung und die Bildung von Sekundärstickys im Konstanten Teil

Definition Konstanter Teil

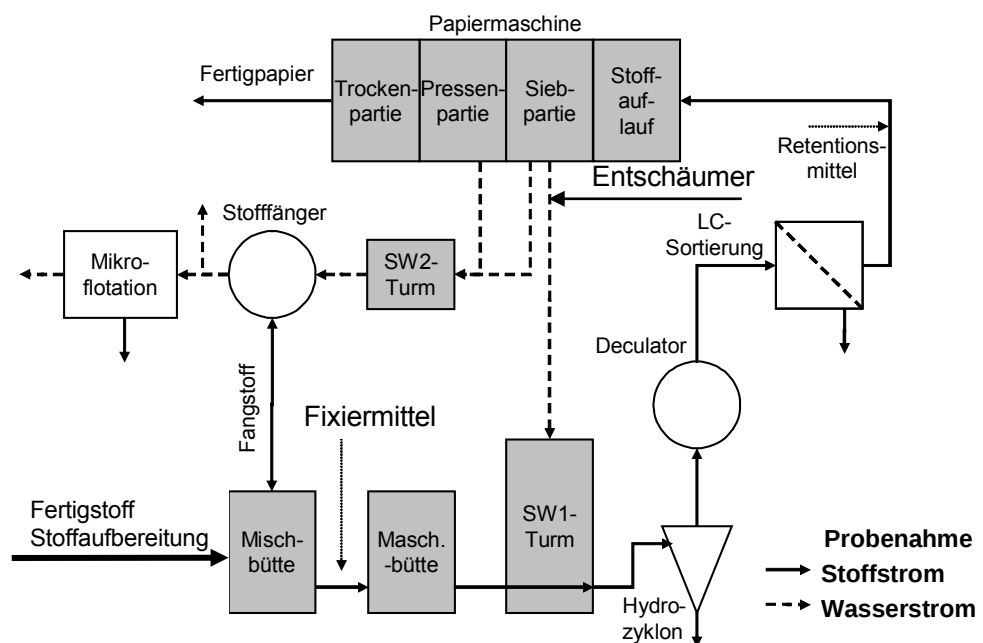
Der Konstante Teil dient hauptsächlich zur Mischung der Faser- und Füllstoffe sowie zur Dosierung chemischer Additive. Der Konstante Teil oder Papiermaschinen-Loop (PM-Loop) wird für das Projekt nach der klassischen Aufteilung wie folgt definiert.



Vor Beginn des Konstanten Teils der Papiermaschine sind alle wichtigen physiko-mechanischen Verfahren zur Reinigung der Stoffsuspension und zur Reaktivierung der Papierfasern (Mahlung) bei richtiger Funktion der vorgelagerten Stoffaufbereitung abgeschlossen.

In den letzten Jahren hat die zielgerichtete Entfernung unerwünschter Inhaltsstoffe aus der Stoffsuspension und dem Kreislaufwasser auch im Konstanten Teil zunehmend an Bedeutung gewonnen. Gründe dafür sind die generell hohe und steigende Stickybeladung im Altpapier und die oftmals an oder sogar über der Kapazitätsgrenze arbeitende Stoffaufbereitung. Damit ist die Fertigstoffbeladung mit Stickys in vielen Fällen zu hoch für einen störungsarmen Betrieb der Papiermaschine.

Die Haupt-Prozessstufen im Konstanten Teil der Papiermaschine sind nachfolgend dargestellt.



Stick-Schad-Phänomene und mögliche Gegenmaßnahmen	Im Konstanten Teil können eine generelle Stickyüberladung und unerwünschte Stickyagglomerationen, aber auch zeitabhängige Anreicherungseffekte auftreten. Zur Bekämpfung dieser Ursachen für Ablagerungen an der Papiermaschine kann die zielgerichtete Abtrennung von Stickys in Drucksortierer und Cleaner oder durch Fixierung sowie eine Kreislaufwasserreinigung eingesetzt werden.
Fixierungen	Mikrostickys können mit Hilfe geeigneter chemischer Additive an die Papierfasern fixiert und damit im Papier ausgetragen werden. Auf diese Weise lässt sich die Konzentration dieser Partikel im Siebwasserkreislauf verringern. Unerwünschte Nebenwirkung der Stickyfixierung ist eine mögliche Bildung von Sekundärstickys. Mikrostickys gehen bei der Entwässerung der Papierbahn zum Großteil in die Siebwässer über. Daher ist eine effektive Mikrostickysenke im Prozesswasser, z.B. eine Mikroflotation zur Prozesswasserreinigung, ein wichtiger Verfahrensschritt zur Vermeidung von stickybedingten Produktionsstörungen [12].
Stickyüberladung	Eine Stickyüberladung im Konstanten Teil ist vor allem die Folge einer hohen Stickybeladung im Fertigstoff. Bei einer solchen Überladung pegelt sich ein hohes Stickyniveau im Siebwasserkreislauf ein. Je nach eingestellter Retention wird nur ein begrenzter Anteil der Mikrostickyfracht mit der Papierbahn ausgeschleust. Der Richtwert für die maximal akzeptable Makrostickybeladung im Stoffauflauf bei Massendruckpapieren liegt derzeit bei ca. 200 mm²/kg (gemessen mit der 100µm Schlitzplatte entsprechend INGEDE-Methode Nr. 4) und für Verpackungspapiere bei 3000 mm²/kg (gemessen mit der 150µm Schlitzplatte entsprechend INGEDE-Methode Nr. 4) [13]. Im Bereich der Mikrostickys liegen noch keine Vergleichswerte vor.
Sekundärstickys	Die im Fertigstoff eingebrachte hohe Makrostickybeladung kann sich durch unerwünschte Agglomerationen feindisperser, kolloidaler und molekularer Substanzen im Konstantteil noch weiter erhöhen: Sekundärstickys werden gebildet. Der messtechnische Nachweis einer Sekundärstickybildung in Praxisanlagen ist nicht ohne weiteres möglich. Änderungen in der Stickybeladung können auch die Folge von Stoffmischungen oder Verdünnungen sein. Zur sicheren Detektion einer Sekundärstickybildung muss eine komplette Input/Output-Bilanz der Stickybeladung am jeweiligen Messpunkt erstellt werden. Wesentlich ist auch die Flockenstabilität – es sind nur stabile Stickyflocken messtechnisch erfassbar. Additivhersteller berichteten über messtechnisch nachweisbare Verschiebungen im Partikelgrößenbereich der Mikrostickys bei Variation des Additiveinsatzes [14]. Daraus wird dann auf das Vorhandensein auch größerer Agglomerate geschlossen.

Dies geschieht zumeist durch unvorteilhafte Dosierungen chemischer Additive oder ungünstige Prozessbedingungen, wie z.B. erhöhter Frischwassereinsatz nach Maschinenstillstand, hohe Luftgehalte [15] oder Ausschusseinsatz. In der Folge kommt es zu unerwünschten und nicht kontrollierbaren Flockungsreaktionen in der Stoffsuspension oder im Kreislaufwasser.

Durch Einbringung von Scherkräften in die Stoffsuspension im Konstanten Teil können bereits fixierte Stickys wieder von den Fasern abgelöst werden. Die Folge ist eine vermehrte Bildung unerwünschter **Mikrosticky-Agglomerate** [16].

Bei einer sehr hohen Beladung mit Mikrostickys im Kreislaufwasser kann es bei einer integrierten Mikroflotation aufgrund der in diesem Aggregat zielgerichteten Flockung zu einer verstärkten Bildung von **Sekundärstickys** kommen. Dies ist insbesondere bei einer Rückführung des Flotats in den Prozess zu beachten.

Zusammenfassung

Zusammenfassend sind im Konstanten Teil der Papiermaschine folgende Effekte wirksam, die stickybedingte Probleme verstärken oder verringern können [17] [18]. Eingangsvoraussetzung ist das Niveau der Stickybeladung im Fertigstoff der Stoffaufbereitung: dieses ist je nach Anlagentechnik sehr unterschiedlich hoch. Basierend darauf sind zu bewerten:

1. Stickybeladung im Fertigstoff
2. Stickyretention in der Sieb- und Pressenpartie
3. Kreislaufwasserreinigung mittels Scheibenfilter oder/und Mikroflotation
4. Fixierungswirkung mit speziellen Additiven
5. Umfang der Bildung von Sekundärstickys
6. Luftgehalt in der Stoffsuspension.
7. Austrag von Stickys mit dem Papier

All diese Effekte haben einen direkten Einfluss auf die absolute Höhe und die Ablagerungsneigung der klebenden Verunreinigungen (Stickys) im Konstanten Teil.

Zur zielgerichteten Bewertung müssen alle diese Teilbausteine im Zusammenhang betrachtet werden. Dies geschieht jedoch derzeit nur sehr eingeschränkt. Eine strukturierte Vorgehensweise und Ergebnisse zur Bilanzierung der Makro- und Mikrostickys über den gesamten Konstanten Teil existieren bisher nicht.

Eine Bilanzierung kann Quellen und Senken der Stickybeladung, insbesondere bei Sekundärstickys, eindeutig identifizieren. Nur hiermit ist es möglich, gezielt an den Ursachen ablagerungsbedingter Produktionsstörungen anzusetzen und die Erfolge der Optimierungsmaßnahmen zu überprüfen.

2.3 Problemstellung/ Forschungsbedarf

Sekundärstickybildung	Die prinzipiell mögliche Bildung von Sekundärstickys wurde bisher hauptsächlich an Modellstoffen gezeigt. Ein konkreter messtechnisch gesicherter Nachweis dieses Phänomens in Praxisanlagen steht noch aus.
Mikrostickys	Mikrostickys wurden bisher bei der Stickykontrolle in Papierfabriken nicht ausreichend betrachtet. Eine detaillierte Bilanzierung der Mikrostickys im Stoff-/Wasserkreislauf an der Papiermaschine wurde bisher nicht durchgeführt.
systematische Prozessanalyse fehlt	Der aktuelle Entwicklungsstand bei der Prozessanalyse zur vollständigen Darstellung der Stickysituation im Konstanten Teil in Papierfabriken ist unzureichend. Eine gesicherte Ursachenzuordnung für auftretende Ablagerungen an der Papiermaschine ist nur schwer möglich bzw. die bisher verfügbaren Informationen dazu sind widersprüchlich. D.h. die Vorgehensweise zur Ablagerungsreduzierung erfolgt bisher in der Regel empirisch. Die konkrete Zuordnung der Ablagerungsversursacher zur Fraktion der Makrostickys, Mikrostickys oder Sekundärstickys wird nicht berücksichtigt.
Ablagerungen	Die Bestimmung des Ablagerungsverhaltens der Inhaltsstoffe der Stoffsuspension oder des Prozesswassers in Praxisanlagen war bisher nicht in zufriedenstellender Weise möglich und wurde bei bisherigen Systemanalysen nicht angewendet.

3 Forschungsziel

Übergeordnetes Ziel	Das Ausmaß und die Randbedingungen einer Sekundärsticky-Bildung im Konstanten Teil von Papierfabriken zur Herstellung von Verpackungspapieren sollte ermittelt werden. Es sollte vorrangig der Einfluss des Retentionsmittelsystems betrachtet werden. Wird ein separates Fixiermittel eingesetzt, dann sollte die Wirkung vor und nach der Dosierstelle ebenfalls erfasst werden.
Projekt	Zu folgenden Effekten sollten deutliche Aussagen getroffen werden können: • Wie groß ist der anteilige Gehalt kolloidaler potenzieller Stickys, Mikro- und Makrostickys in der Stoffsuspension bei Verpackungspapieren? • Wie verändert sich der Gehalt bzw. das Verteilungsverhältnis kolloidale potenzielle Stickys/ Mikrostickys/ Makrostickys durch die Zugabe von Retentionsmitteln (Sekundärstickybildung)? • Verstärkt sich die Ablagerungsneigung nach der Zugabe des Retentionsmittels?

-
- Welche Stickyfraktion ist wie stark an der Bildung von Ablagerungen beteiligt?

Die mögliche Sekundärsticky-Bildung sollte durch Kombination geeigneter Messmethoden mit Hilfe einer Stoff-Wasser-Bilanzierung bestimmt werden. Anhand der Ergebnisse sollte bewertet werden, in wie weit die Sekundärsticky-Bildung im Vergleich zur Primärsticky-Belastung bei der Bekämpfung von Ablagerungen berücksichtigt werden muss.

4 Gesamtverfahren

Übersicht

Im Projekt waren vor allem Messungen und deren detaillierte Auswertung im konstanten Teil von 3 Papierfabriken vorgesehen.

Die Datenaufnahme und Organisation der Untersuchungen am Anfang des Projektes schufen eine wesentliche Basis für die spätere Stickybilanzierung.

Auf der Grundlage der Datenaufnahme und Organisation wurden die Probenahmen und Messungen in den 3 Papierfabriken durchgeführt.

In der Ergebniszusammenfassung wurde die aus den Untersuchungen abgeleitete zur Erfassung und Bewertung Sekundärstickyquellen im konstanten Teil dargestellt.

Mit dem Ziel, die aufwändige und die Gesundheit gefährdende Extraktion mit Dimethylformamid zukünftig zu vereinfachen, wurde parallel ein neues auf NIR basierendes Messverfahren zur Mikrostickymessung erprobt.

Arbeitspaket 1

Im Schritt 1 sollte die Datenaufnahme und die Organisation der Untersuchungen durchgeführt werden. Dies beinhaltete:

- Die Beschreibung der Stickysituation in den Papierfabriken

Dazu wurde ein Fragenkatalog zu Informationen über stickybedingte Stillstände, Abrisse, Zusatzkosten, Art der eingesetzten Additive, Dosiermengen und Rezepturvarianten erstellt und von den Unternehmen ausgefüllt.

- Prozess-Schema Konstantteil

Anhand von Auszügen aus den Prozessleitsystemen, Besichtigungen der Praxisanlagen in den einzelnen Unternehmen sowie Informationen über Dosierorte wurden Blockschaltbilder erstellt. Auf deren Grundlage konnten später die Probenahmestrategien festgelegt werden.

**Arbeitspaket 2
bis 4**

Im nächsten Schritt wurden die Probenahmen und Messungen durchgeführt.

Dazu gehörten:

- die Festlegung der Probenahmestrategie,
- die Probenahmen vor Ort,
- die quantitativen Messungen der Stickybeladungen,
- Datenzusammenstellung,
- die Detektierung möglicher Sekundärstickyquellen und
- die Präsentation der Zwischenauswertung im 2. Projektbegleitermeeting.

Arbeitspaket 5

Im Arbeitspaket 5 erfolgten der Datenvergleich und die Auswertung sowie die Präsentation der Ergebnisse mit anschließender Erstellung des Abschlussberichtes.

- Die Darstellung der Ergebnisse aller Werke.
- Die Darstellung von Sekundärstickyquellen und Senken.
- Priorisierung der beteiligten Fraktionen an der Sekundärstickybildung.
- Schlussfolgerungen zum Ablagerungsverhalten.

Sitzungen

In der ersten Sitzung des Projektbegleitenden Ausschusses am **14.02.2008** wurde das Projekt im Überblick vorgestellt.

Im Rahmen der zweiten Sitzung des Projektbegleitenden Ausschusses am **31.07.2008** wurden die Ergebnisse von Werk 1 präsentiert und durchgesprochen.

In der dritten Sitzung des Projektbegleitenden Ausschusses am **15.01.2009** wurden die wichtigsten Ergebnisse der Untersuchungen aus allen drei Werken vorgestellt und diskutiert.

5 Methoden

5.1 Wasser- und Stoffanalytik

Messverfahren Die folgenden Messmethoden wurden angewandt:

Parameter	Messmethode
Ladungsdichte	Gerätevorschrift PCD 03 (Mütek)
pH-Wert	DIN 38404 T.5
Temperatur	DIN 38404 T.4
Elektrische Leitfähigkeit	DIN EN 27888
Makrostickygehalt	INGEDE-Methode Nr. 4
Mikrostickygehalt	PTS Plattenmethode für Mikrostickys (auf Basis INGEDE Nr.9)
DMF (Dimethylformamid)- Extrakt Schwarzbandfilter	PTS-Gerätevorschrift
DCM (Dichlormethan)- Extrakt Schwarzbandfilter (ungefällt)	PTS-Gerätevorschrift
DCM (Dichlormethan)- Extrakt Schwarzbandfilter (gefällt pH-2))	(nicht bestimmt)
DMF (Dimethylformamid)- Extrakt Membranfilter (0,45 µm)	PTS-Gerätevorschrift
PTS NIR Schnellmethode auf Basis von DMF Extrakt	PTS-Gerätevorschrift
Millvision NIR Schnellmethode auf Basis von DCM Extrakt	

Makrostickygehalt Der Makrostickygehalt wurde nach der INGEDE Methode Nummer 4 bestimmt.[Fehler! Textmarke nicht definiert.]

Bilanzabweichungen von 15 % sind als Folge der Ungenauigkeit des Messverfahrens einzukalkulieren.

Mikrostickygehalt Bei einer signifikanten und unerwünschten Sekundärstick-Bildung kann immer von einer Erhöhung der abgelagerten Partikelmenge ausgegangen werden. Bei einer ordnungsgemäßen Fixierung/Retention oder Maskierung durch ein Additiv müsste sich die Ablagerungsneigung entsprechend verringern.

Die Bestimmung der aus Mikrostickys gebildeten Ablagerungen erfolgte mit der PTS-Plattenmethode [19]. Ursprüngliche Basis dieses zwischenzeitlich weiter entwickelten Messverfahrens ist die INGEDE-Methode Nr. 9 [20].

Ziel der Methode ist die Nachstellung Mikrosticky bedingter Ablagerungen in der Trockenpartie der Papiermaschine. Die an einer polierten Edelstahlplatte abgelagerten Mikrostickys werden selektiv angefärbt und mittels hochauflösender Kamera als Bild aufgenommen. Die Auswertung des Kamerabildes erfolgt im PTS-Bildanalyse-System DOMAS.

Das Messergebnis wird analog zur Makrostickymessung als Anzahl [1/kg], Fläche [mm²/kg] und durchschnittliche Partikelgröße [µm²] ausgewiesen. Der Messbereich liegt zwischen 1 und 100 µm und deckt damit das gesamte Größenspektrum der Mikrostickys ab. Eine Unterteilung in mehrere Partikelgrößenklassen ist möglich.

**DMF-Extrakt
Schwarzbandfilter**

Die Messung mittels Extraktion erfolgte am Filterkuchen der Stoffdichtebestimmung. Definitionsgemäß sind die Mikrostickys in den abfiltrierbaren Stoffen enthalten. Als Extraktionsmittel wurde Dimethylformamid verwendet. Dieses Lösungsmittel ist sehr gut zur differenzierenden Bestimmung organischer Klebstoffe und Bindemittel geeignet. Insbesondere tendenzielle Veränderungen in der Mikrostickybeladung - wie z.B. in einer Flotation oder Filtration - sind sehr gut nachweisbar.

Der Extraktwert in der Stoffsuspension liegt in der Regel zwischen 1 und 6 %, in Prozesswässern oft höher. Gemessen wird ein Gesamtextrakt, der sich anteilig aus Mikrostickys, Makrostickys und einem Faserstoff-Grundniveau zusammensetzt.

Die Makrostickys haben bei Proben aus dem Konstanten Teil erfahrungsgemäß nur einen Masse bezogenen relativen Anteil von nicht mehr 1...5 % am Gesamtextrakt. Daher wurden die Makrostickys nicht extra aus der Probe abgetrennt und ihr Einfluss auf das Messergebnis wurde vernachlässigt. Damit konnte der Messaufwand wesentlich vereinfacht werden.

Zur separaten Kalkulation des Mikrosticky-Extraktwertes kann bei Bedarf ein aus dem Faserstoff stammendes Grundniveau vom Gesamtextrakt abgezogen werden. Dieses Grundniveau verkörpert den in und an den Fasern gebundenen und in der Mc-Nett-Kaskade nicht auswaschbaren Gehalt extrahierbarer Stoffe. Das Grundniveau im Faserstoffanteil der Probe liegt in DIP-Stoffen bei ca. 0,75 % und bei Verpackungspapieren bei ca. 1,50 %. Auf der anderen Seite werden z.B. nicht alle Stickysubstanzen vollständig extrahiert.

Im Projekt wurde nur der Gesamtextraktwert ausgewertet, da dieser für tendenzielle Betrachtungen völlig ausreichend ist.

Extrahiert wurde in drei Durchläufen, an einem handelsüblichen Serienextraktor der Fa. IKA. Die Extraktionstemperatur lag bei ca. 300 °C. Bestimmt wurde der Massenanteil des Extraktes bezogen auf die extrahierte Stoffmenge. Dazu wurde der Rückstand der Extraktion eingedampft, und anschließend gewogen. Die ermittelte Masse ergab den relativen Anteil des Extraktes der extrahierten Stoffmenge.

Bilanzabweichungen von 10 % sind als Folge der Ungenauigkeit des Messverfahrens Extraktion einzukalkulieren.

**DCM-Extrakt
Schwarzbandfilter**

Die Messung mittels Extraktion erfolgte analog zur DMF- Extraktion am Filterkuchen der Stoffdichtebestimmung. Als Extraktionsmittel wurde Dichlormetan (DCM) verwendet, welches insbesondere organische Klebstoffe löst.

Der ermittelte Extraktwert liegt, auf Grund der eingeschränkten Lösung, niedriger als der DMF- Extrakt- Wert.

Beispiel:

Lösungsmittel (Arbeits-/ Siedetemp.)	Extrakt [%]
DMF (153/298)	1,87
DCM (40/80)	0,5

Extrahiert wurde in drei Durchläufen, an einem handelsüblichen Serienextraktor der Fa. IKA. Die Siedetemperatur des DCM liegt bei 40°C. Extrahiert wurde bei ca. 80°C.

Bestimmt wurde der Massenanteil des Extraktes bezogen auf die extrahierte Stoffmenge. Dazu wurde der Rückstand der Extraktion eingedampft, und anschließend gewogen. Die ermittelte Masse ergab den relativen Anteil des Extraktes der extrahierten Stoffmenge.

Im Projekt wurde der Extrakt Gesamtwert verwendet.

**DMF-Extrakt
Membranfilter**

Zur Probenvorbereitung wurde die Stoffsuspension bzw. das Prozesswasser über eine 0,45 µm Membran abgesaugt. Alle Feststoffe, also auch sämtliche kolloidale Partikel wurden auf der Membran zurück gehalten. Der Membrandurchgang wies keine sichtbare Resttrübung auf.

Der Gesamt-Stickygehalt im Membranrückstand wurde mittels Extraktion mit Dimethylformamid gemessen. Der anteilige Gehalt kolloidaler Stickys ergibt sich aus der Differenz des hier gemessenen Gesamt-Stickygehaltes und der separaten Mikrostickymessung am Filterkuchen des Stoffdichteblasses.

**PTS NIR
Schnellmethode auf Basis
von DMF Extrakt
Schwarzbandfilter**

Bestimmt wurde der DMF- Extrakt mit Hilfe einer NIR-spektroskopischen Methode. Das Messprinzip beruht auf der Absorption von Lichtstrahlung im nahen Infrarot im Wellenlängenbereich von 1000 bis 2500 nm (10.000 bis 4000 cm⁻¹). Die Messung erfolgt in der industriellen Praxis fast ausschließlich in diffuser Reflexion. Dabei wird das zu untersuchende Material mit infrarotem Licht bestrahlt. Das Licht dringt in das Material ein und wird teilweise bei bestimmten Wellenlängen absorbiert, wieder reflektiert und als NIR-Spektrum registriert [21].

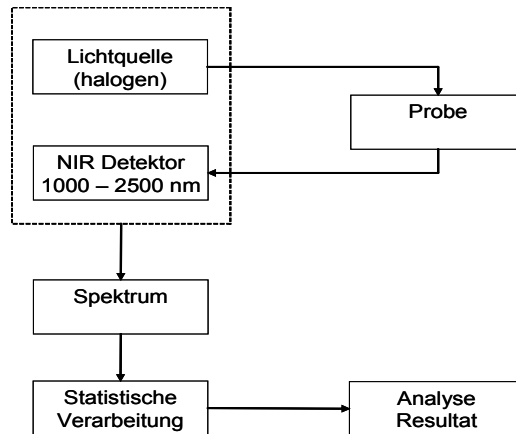
Die NIR-Spektren enthalten Informationen zur chemischen Zusammensetzung der untersuchten Proben aus Stoffsuspension bzw. Prozesswasser. Bei der Stickymessung werden mit Hilfe chemometrischer Auswerteverfahren quantitative Unterschiede der Spektren im Gehalt stickytypischer Substanzen ausgewertet. Die NIR-Stickymessung wurde auf Basis des DMF-Extraktes kalibriert.

Gemessen wurde am trockenen Filterkuchen der Stoffdichtebestimmung. Dieses Blatt wurde zur späteren Extraktion mit DMF verwendet.

**Millvision NIR
 Schnellmethode auf Basis
 von DCM Extrakt
 Schwarz-
 bandfilter**

Um eine kontinuierliche Messung im Prozess zu ermöglichen, hat Millvision ein Verfahren entwickelt, das auf der NIR-Technik beruht. Von den zu analysierenden Proben werden mit einem NIR-Sensor die Spektren aufgenommen und anhand chemometrischer Methoden eine Korrelation bestimmt.

- Schematische Wiedergabe eines NIR Messsystems

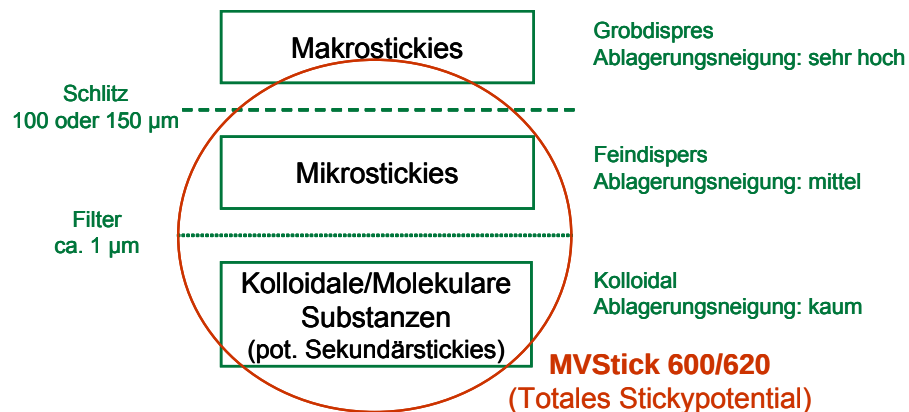


- Korrelation mit DCM Extraktion

Die von Millvision entwickelte Methode basiert im Moment auf der Korrelation mit Analyseresultaten von DCM- Extraktionen von Proben die bis auf pH=2 angesäuert wurden. Durch diese Ansäuerung werden die potentiellen Sekundärstickys aus dem kolloidalen und hochmolekularen Bereich ausgefällt so dass diese mit extrahiert wurden. Mit dem NIR Sensor wird also das Totale Stickiypotential, also sowohl die Mikrostickys als auch die potentiellen Sekundärstickys, gemessen. Da die Makrostickys vor der Extraktion nicht abgetrennt wurden sind diese auch im Extraktionswert enthalten. Der absolute Anteil der Makrostickys ist jedoch gegen über dem Anteil der Mikrostickys gering (ca. 1%), so dass die Wahrscheinlichkeit, dass der NIR-Sensor ein Makrostickyteilchen misst, ebenfalls sehr gering ist. Aufgrund dessen ist es nicht möglich eine Aussage über den Makrostickyanteil im NIR Messwert zu tätigen.

Die Methode ist so konzipiert, dass eine Kalibrierung mit anderen Parametern (z.B. DMF- Extrakt, oder Fällungsrückstand) grundsätzlich möglich ist.

- Messbereich des Millvision NIR Sensors (MV Stick 620)



**NIR Verfahren:
Tabellarischer
Vergleich der
Kalibrierbasen**

	Vorbe- handlung der Probe	Extrahierte Probe	Extrakti- onsmittel	Messung
NIR PTS	ungefällt	Schwarzband- filter Rück- stand	DMF	am SD Blatt
NIR Millvi- sion	gefällt (pH- Wert 2,0)	Schwarzband- filter Rück- stand	DCM	in der Stoffsus- pension

**Zusammenfass-
ung Messme-
thoden**

Parameter	Nr.	Makro- stickys	Mikro- stickys	Kolloidale Substanzen
Makrostickygehalt	1	X		
Mikrostickygehalt	2		X	
DMF (Dimethylformamid)- Extrakt Schwarzbandfilter	3	X		
DCM (Dichlormethan)- Extrakt Schwarzbandfilter (ungefällt)	4	X		
DCM (Dichlormethan)- Extrakt Schwarzbandfilter (gefällt pH-2))	5	X		
DMF (Dimethylformamid)- Extrakt Membranfilter (0,45 µm)	6	X		

5.2 Bilanzierung

**Stoff- Wasser Bi-
lanz**

Über die Erfassung der Stoffdichten und Volumenströme an den ausgewählten Probenahmestellen wurde eine plausible Stoff-Wasser-Bilanz erstellt. Nur über eine solche Bilanzierung konnte die tatsächliche Veränderung der Sticky- und Störstoffracht sowie die mögliche Agglomeration zu Sekundärstickys genau aufgezeigt werden. Damit konnten die erheblichen Effekte einer Verdünnung bzw. Eindickung im Konstanten Teil bzw. in der Siebpartie auf die quantitative Stickybeladung herausgerechnet werden.

Aus diesem Grund sollte zusätzlich zur absoluten Beladung an Makro- und Mikrostickys auch eine mögliche Veränderung im Ablagerungsverhalten gemessen werden.

Makrostickybilanz Wurde ein Anstieg in der Makrostickyfracht (als Quelle im Sinne einer Bilanz) festgestellt, so konnte hier eindeutig von einer Sekundärstickybildung durch Agglomeration ausgegangen werden. Die auf diese Art nachgewiesenen Stickyagglomerate sind stabil gegenüber Scherkräften. Durch die Einbeziehung der Probe Siebwasser in die Bilanzierung sollte gezeigt werden, welcher Sticky- und Störstoffanteil im Fertigpapier über die Papiermaschine ausgetragen wird und welcher Anteil mit dem Siebwasser zirkuliert.

DMF Extrakt-Bilanz Die Messung der DMF Extrakte konnte Hinweise zur Fixierung und Retention von kolloidalen potenziellen Stickys im Faservlies geben. Stieg die Fracht bezogen auf den DMF Extrakt in der Stoffsuspension (Quelle im Sinne einer Bilanz), dann ist eine zusätzliche Anlagerung kolloidaler Stickys an die Papierfasern oder eine Agglomeration von Kolloidmaterial zu Mikrostickys erfolgt. Gleichzeitig müsste in diesem Fall eine Reduzierung der kolloidalen Stickyfracht messbar sein. Andererseits kann die DMF- Extrakt-Fracht sinken, wenn Mikrostickys zu Makrostickys agglomeriert werden. Dies ist jedoch derzeit messtechnisch nicht erfassbar. Überlagerten sich beide Effekte, dann konnte der Messwert des DMF Extraktes trotz eindeutiger Sekundärstickybildung fallweise konstant sein.

6 Datenaufnahme, Probenahme und Messung in 3 Papierfabriken (vgl. Arbeitspaket 3)

Vorgehen Es wurden die kompletten Konstanten Teile von 3 Papierfabriken zur Herstellung von Wellpappenrohpapieren aus 100 % Altpapier beprobt und vermessen. Die drei Papierfabriken werden im Bericht als **Werk 1**, **Werk 2** und **Werk 3** bezeichnet. Beprobte wurden verschiedene Varianten bei denen die Dosiermengen bzw. Dosierorte der Additive zielgerichtet verändert wurden.

6.1 Spezifika der Werke

Werk 1

Werk 1 produzierte Testliner 2 aus 100% Altpapier und arbeitet mit einem zweistufigen Retentionssystem sowie einer zusätzlichen Fixiermittelkomponente. Im Untersuchungszeitraum waren durch kontinuierliche Reinigung keine Siebbelegungen erkennbar.

- Geschwindigkeit Papiermaschine: 1330 m/min
- Breite Papiermaschine: 7,60 m
- Grammatur: 100 g/m²
- Produktionsmenge: ca. 60 t/h lutro

Werk 2

Werk 2 produzierte Wellenstoff aus 100% Altpapier, und arbeitet mit einem einstufigen Retentionssystem.

- Geschwindigkeit Papiermaschine: 1200 m/min
- Breite Papiermaschine: 7,50 m
- Grammatur: 110 g/m²
- Produktionsmenge: ca. 48 bis 60 t/h lutro

Werk 3

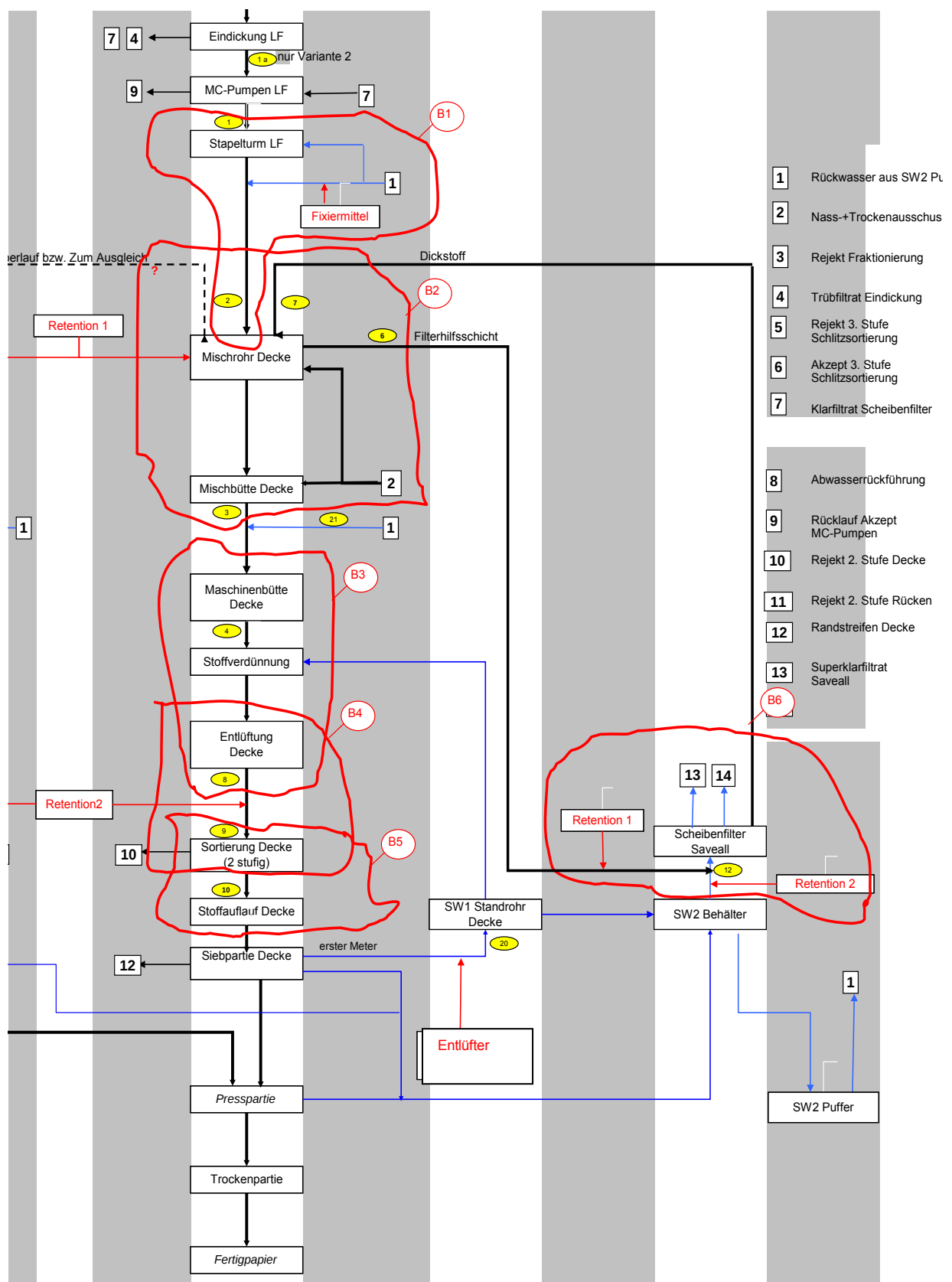
Werk 3 produzierte Testliner 3 aus 100% Altpapier, und arbeitet mit einem zweistufigen Retentionssystem sowie einer zusätzlichen Fixiermittelkomponente.

- Geschwindigkeit Papiermaschine: 1050 m/min
- Breite Papiermaschine: 5,07 m
- Grammatur: 100 g/m²
- Produktionsmenge: ca. 30 t/h lutro

6.2 Prozess-Schema/ Probenahmeplan

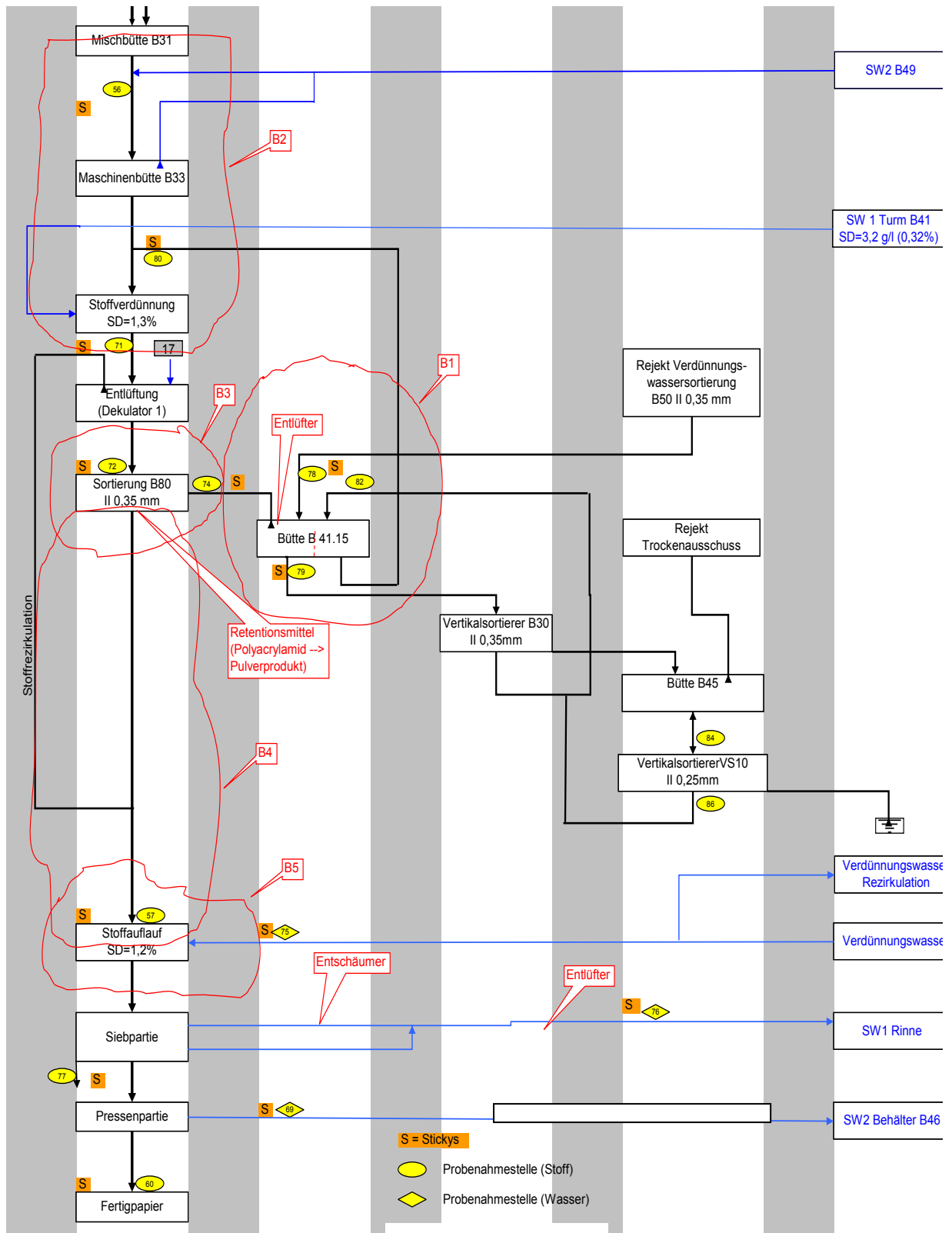
Werk 1

Blockschaltbild mit gekennzeichneten Bilanzräumen und Probenahmestellen.



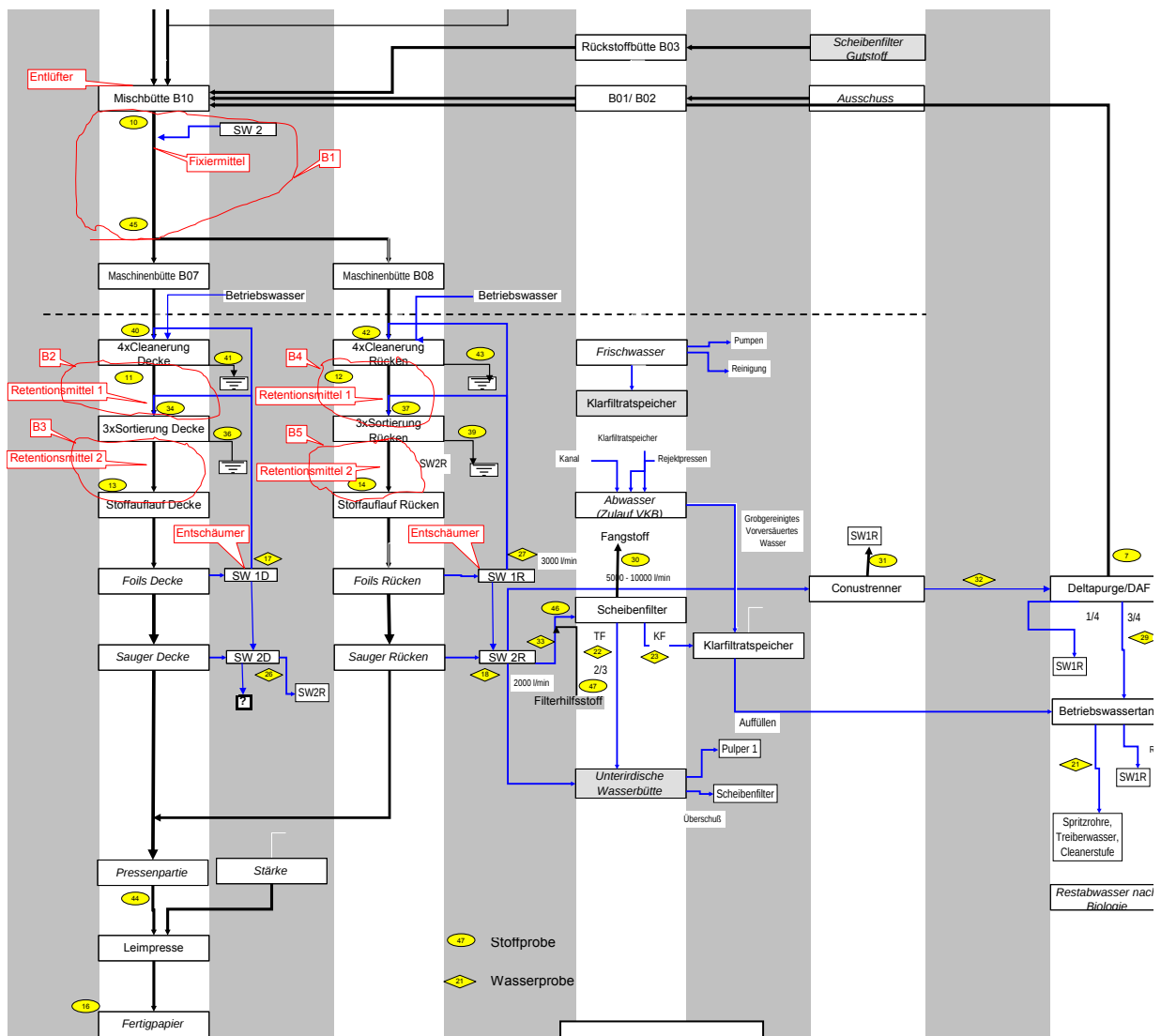
Werk 2

Blockschaltbild mit gekennzeichneten Bilanzräumen und Probenahmestellen.



Werk 3

Blockschaltbild mit gekennzeichneten Bilanzräumen und Probenahmestellen



6.3 Probenahmestellen und Messprogramm

Vorgehen	Für die drei Werke wurde ein detailliertes Programm zur Probenahme und Messung für den Konstanten Teil erstellt. Es wurden ausgewählte Bilanzräume mit den erforderlichen Zu- und Ausläufen beprobt. Die Bilanzräume wurden nach Additivdosierorten und anderen relevanten Verfahrensstufen (z.B. Verdünnung, Sortierung) definiert. Auch die Siebwässer und rückgeführten Klarwässer wurden bei Bedarf untersucht. Es wurde in allen Fällen eine Mischprobe aus 3 Rundgängen im Abstand von ca. 1 h gebildet. Alle verfügbaren Volumenströme aus dem Prozessleitsystem wurden erfasst.
Strategie Werk 1	Im Werk 1 wurden insgesamt 3 x 14 Stellen im Konstanten Teil beprobt in drei unterschiedlichen Varianten. Weiterhin wurde der Zulauf zur Lochsortierung in der Stoffaufbereitung vermessen, um die Altpapierqualität bezüglich Stickys zu erfassen. Mit diesem ausführlichen Untersuchungsprogramm war die Erstellung von Bilanzen der Massenströme und Stickys an allen wesentlichen Knotenpunkten im Konstanten Teil möglich. Das Messprogramm im Werk 1 umfasste die Methoden zur Stickydetektierung: INGEDE 4 (Makrostickys) und DMF-Extrakt (Mikrostickys). Zur Reduzierung des Aufwands wurde nur an ausgewählten Proben die Klebrigkeit mittels Plattenmethode (INGEDE 9) und auch kolloidale Stickypartikel mittels DMF-Extraktion erfasst. Weitere Parameter zur Beschreibung des allgemeinen Betriebszustandes waren Temperatur, pH-Wert, Leitfähigkeit und PCD-Ladung.
Strategie Werk 2	Im Werk 2 wurden insgesamt 2 x 22 Stellen im Konstanten Teil beprobt in zwei unterschiedlichen Varianten. Das Messprogramm war bis auf wenige Ausnahmen identisch zum Werk 1.
Strategie Werk 3	Im Werk 3 wurden insgesamt 22 Stellen im Konstanten Teil beprobt. Es wurde nur 1 Betriebszustand beprobt.

7 Ergebnisse

Vorgehen

Es wurden in allen Werken die Ist- Zustände an ausgewählten Stellen im konstanten Teil, und über zwei Werke verteilt verschiedene Variationen im konstanten Teil beprobt. Variiert wurden Dosiermengen und Dosierort. Je nach Additiv-Dosierort wurden für jedes Werk Bilanzräume gebildet.

Alle in den Arbeitspaketen 2, 3 und 4 ermittelten Messwerte wurden in einer Übersichtstabelle für jedes Werk zusammen gestellt (Anlagen 4, 5 und 6). Zur Kennzeichnung des Betriebszustandes wurden direkt bei der Probenahme vor Ort die Parameter Temperatur, pH-Wert und Leitfähigkeit ermittelt.

Anhand der vom Werk erhaltenen Volumenströme und der Messwerte der Stoffdichte wurde eine plausible Stoff-/Wasserbilanz für jede einzelne Prozessstufe im Konstanten Teil erstellt. Auf diese Stoffbilanz wurde die Beladung an Makro- und Mikrostickys übertragen.

Die Gesamtstoff- und Stickystrome wurden in Form von Sankeydiagrammen zusammengefasst. Aus der Bilanzrechnung wurde auf eine mögliche Bildung von Sekundärstickys geschlossen.

7.1 Werk 1

Varianten

Beprobt wurden 3 Varianten an ausgewählten Stellen des Deckenstrangs im Konstanten Teil: siehe Probenahmeplan 6.4

Variante	Beschreibung	Zeit	Rohstoff	Grammatur [g/m²]	Produktion [t/h lutro]
V0	Ist- Zustand	22.05.08 09-12 Uhr	50% 1.04; 20% 1.02; 30% 4.01	100	60
V1	Dosierung Fixiermittel um 50% erhöht	22.05.08 15-18 Uhr	50% 1.04; 20% 1.02; 30% 4.01	100	60
V2	wie V0 aber Dosierung Retentionsmittel 1 vor Stapelturm (Verschiebung von Bilanzkreis 2 in 7; siehe nachfolgende Tab.)	23.05.08 09-12 Uhr	50% 1.04; 20% 1.02; 30% 4.01	100	60

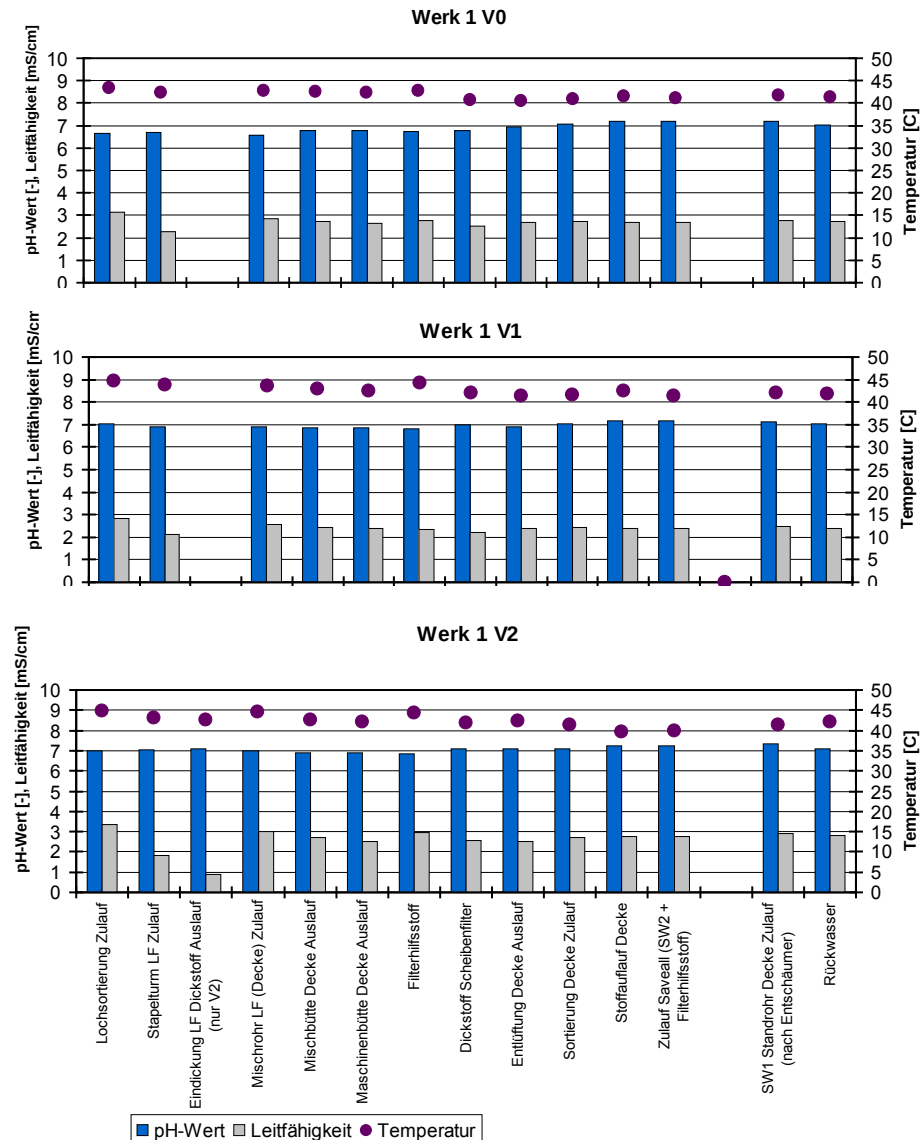
Bilanzräume

Nummer / Name	Zuläufe	Ausläufe	Grund der Auswahl
B1/ Fixiermittel	Stapelturm Langfaser Zulauf, Rückwasser	Mischrohr LF (Decke) Zulauf	Dosierung Fixiermittel
B2/ Retentionsmittel 1 (in Variante 2 Misch- rohr)	Mischrohr LF (Decke) Zulauf, Dickstoff Scheibenfilter	Filterhilfsstoff, Misch- bütte Decke Auslauf	Dosierung Bentonit
B3/ Stoffverdünnung	Maschinenbütte De- cke Auslauf, SW1 Standrohr Decke Zu- lauf	Entlüftung Decke Aus- lauf	Einfluss Entschäumer Siebwasser
B4/ Retentionsmittel 2	Entlüftung Decke Aus- lauf	Sortierung Decke Zu- lauf	Dosierung Retenti- onsmittel 2
B5/ Sortierung	Sortierung Decke Zu- lauf	Rejekt 2. Stufe, Rezir- kulation Stoffauflauf, Stoffauflauf Decke	Bewertung der Ab- scheidungen von Sti- ckys
B6/ Saveall Retention 1+2	SW2+Filterhilfsstoff Seaveall Zulauf	Filtrate, Dickstoff Scheibenfilter	Einfluss Retention 1+2
B7/ Retention 1 (nur Variante 2)	Eindickung Langfaser Dickstoff Auslauf	Stapelturm LF Zulauf	Dosierung Bentonit in der Variante 2

7.1.1 Vor Ort Messwerte

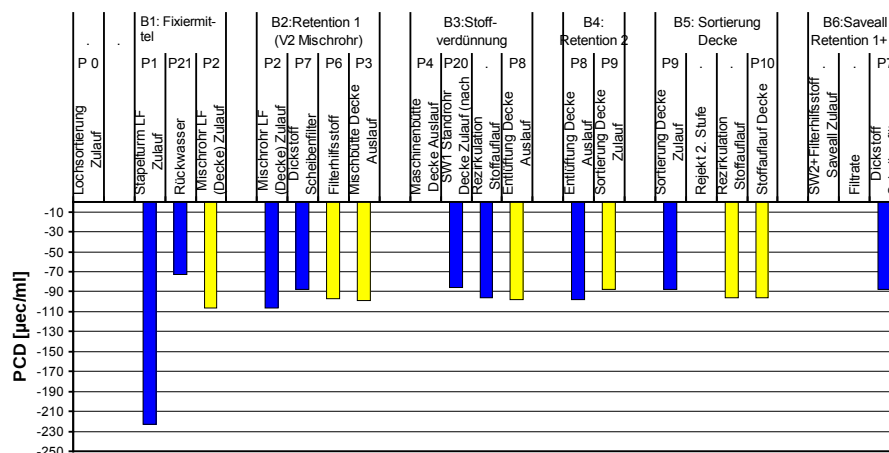
pH-Wert, Temperatur, Leitfähigkeit

Im Niveau von pH-Wert, Temperatur und Leitfähigkeit waren in allen drei Varianten keine besonderen Auffälligkeiten bzw. sprunghafte Veränderungen zu erkennen. Der pH-Wert stieg in Richtung Stoffauflauf leicht an. Ursache ist sicherlich die zunehmende Stoffverdünnung mit Siebwasser.

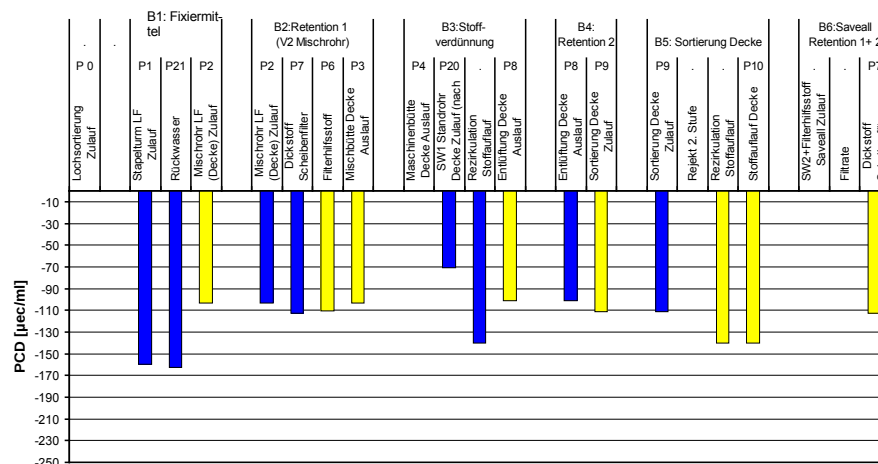


PCD

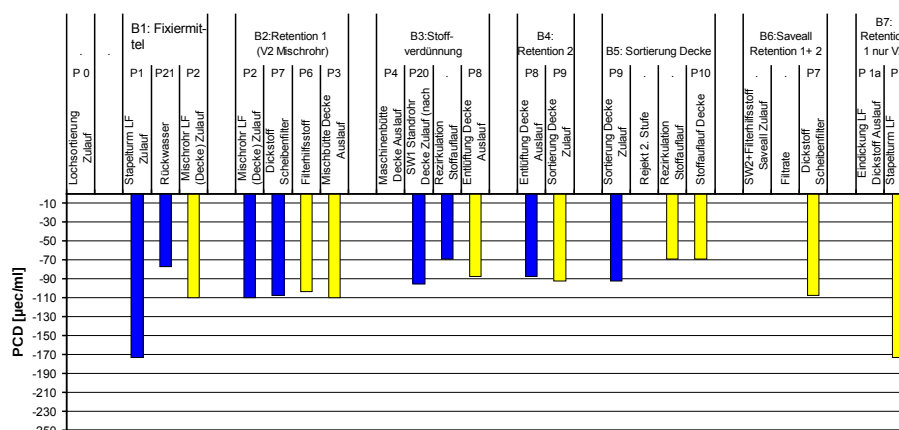
Im Bereich der Fixiermitteldosierung (B1) verschob sich, insbesondere in V0, das Ladungsniveau deutlich in Richtung Neutralpunkt. Eine von vielen Betreibern beabsichtigte Verschiebung, um im konstanten Teil ein konstantes Ladungsniveau einzustellen. Damit ist allerdings auch an dieser Stelle eine erhöhte Wahrscheinlichkeit zur Stickyagglomeration vorhanden. Im Übrigen Konstanten Teil waren keine weiteren signifikanten Veränderungen im PCD messbar.



Werk 1 V0



Werk 1 V1

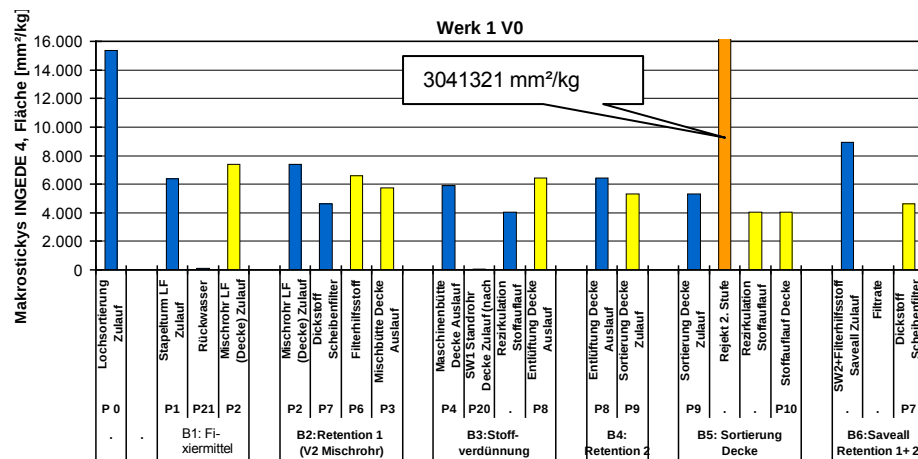


Werk 1 V2

7.1.2 Profildarstellung der Messergebnisse

Makrostickys konstanter Teil

In der nachstehenden Abbildung sind die Beladungen, am Beispiel der V0 dargestellt. Die Beladung im Altpapier lag mit 15500 mm²/kg recht niedrig. Die Beladung reduzierte sich in der Stoffaufbereitung um ca. 60%.



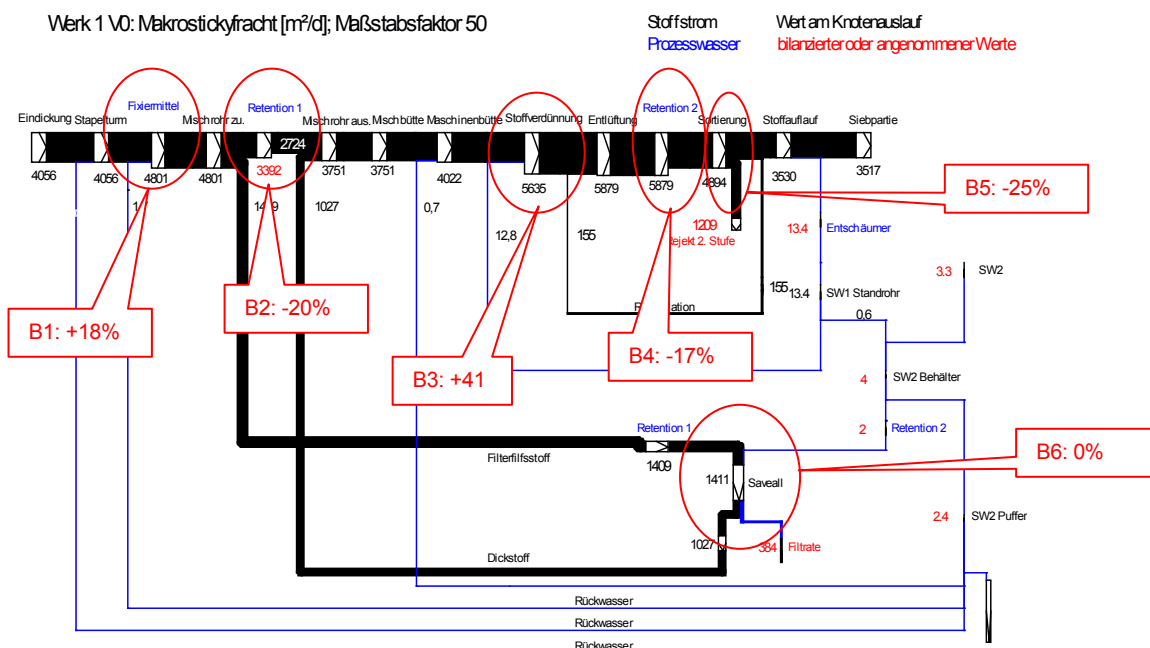
Bilanz Makrostickydetails

Aus den Beladungen wurden die Makrostickyfrachten ermittelt, welche in den folgenden Sankey- Diagrammen abgebildet sind.

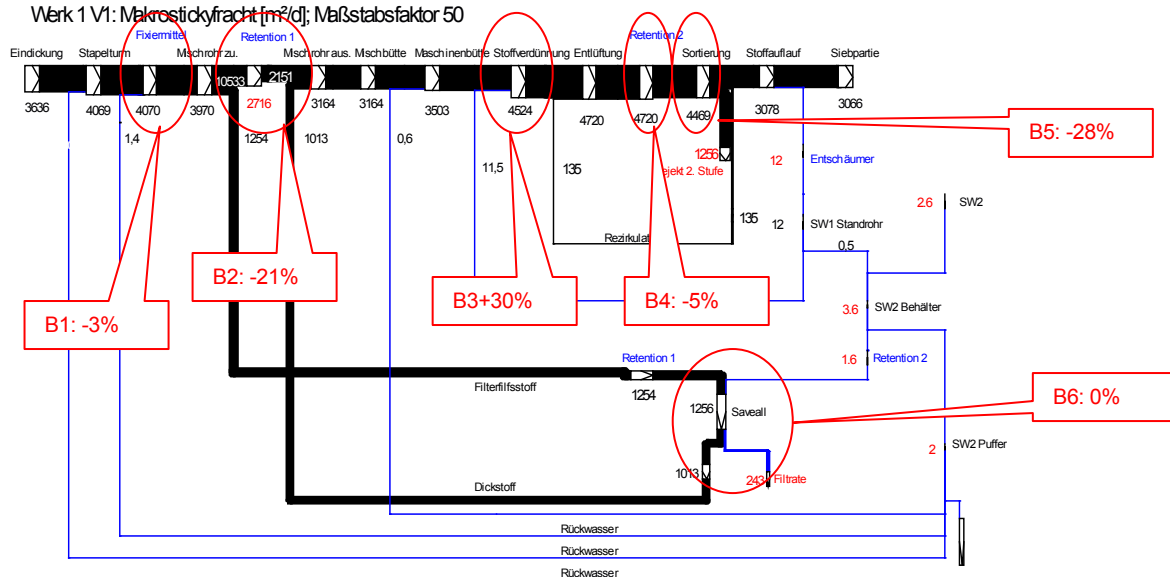
Die Makrostickys bewegten sich hauptsächlich entlang des Hauptstoffstromes. In den Siebwässern waren keine signifikanten Makrostickyfrachten zu verzeichnen.

- B1: In der V0 kommt es zu einer signifikanten Erhöhung der Makrostickyfracht. In der V1 und V2 kommt es zu einer leichten Senkung.
- B2: In der V0 und V1 kommt es zu einer signifikanten Senkung der Makrostickyfracht. In der V2 sind keine Veränderungen sichtbar.
- B3: In allen drei Varianten kommt es zu signifikanten Erhöhungen.
- B4: Hier kommt es in allen drei Varianten zu Senkungen der Makrostickyfrachten.
- B5: In der Stoffsortierung wurde eine erhebliche Menge an Makrostickys ausgetragen.
- B6: In der Faserrückgewinnung kam es in allen drei Varianten zu Senkungen der Makrostickyfrachten.
- B7 (nur V2): Hier kommt es zu keinen signifikanten Änderungen.

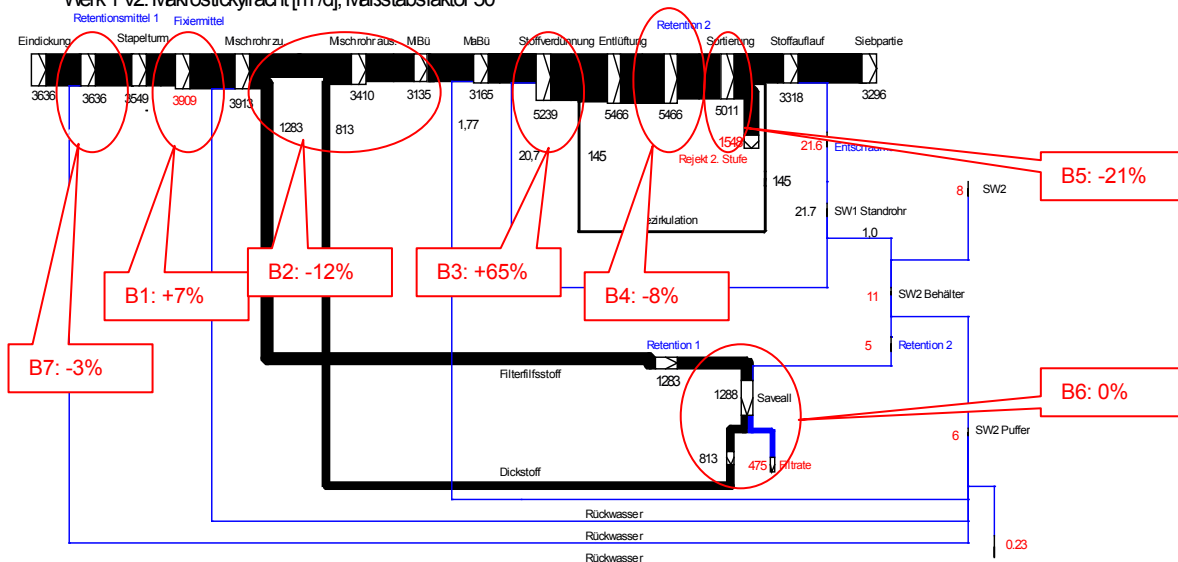
Werk 1 V0: Makrostickyfracht [m²/d]; Maßstabsfaktor 50



Werk 1 V1: Makrostickyfracht [m²/d]; Maßstabsfaktor 50

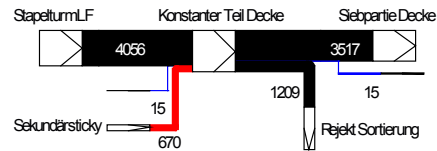


Werk 1 V2: Makrostickyfracht [m²/d]; Maßstabsfaktor 50

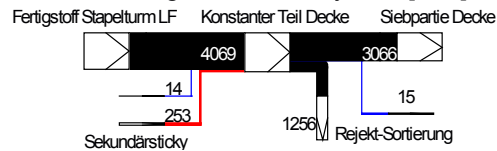


Globale Bilanzen Makrostickys Die nachstehenden Sankey Diagramme stellen die Globalbetrachtungen der konstanten Teile dar.

V0: Globalbetrachtung der Makrostickyfracht [m^2/d]; Maßstabsfaktor: 50



V1: Globalbetrachtung der Makrostickyfracht [m^2/d]; Maßstabsfaktor: 50

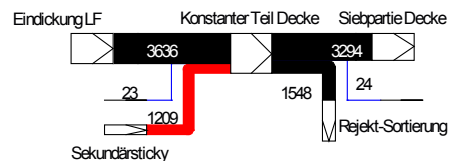


V2: Globalbetrachtung der Makrostickyfracht [m^2/d]; Maßstabsfaktor: 50

Ein- und Austräge durch Prozesswässer

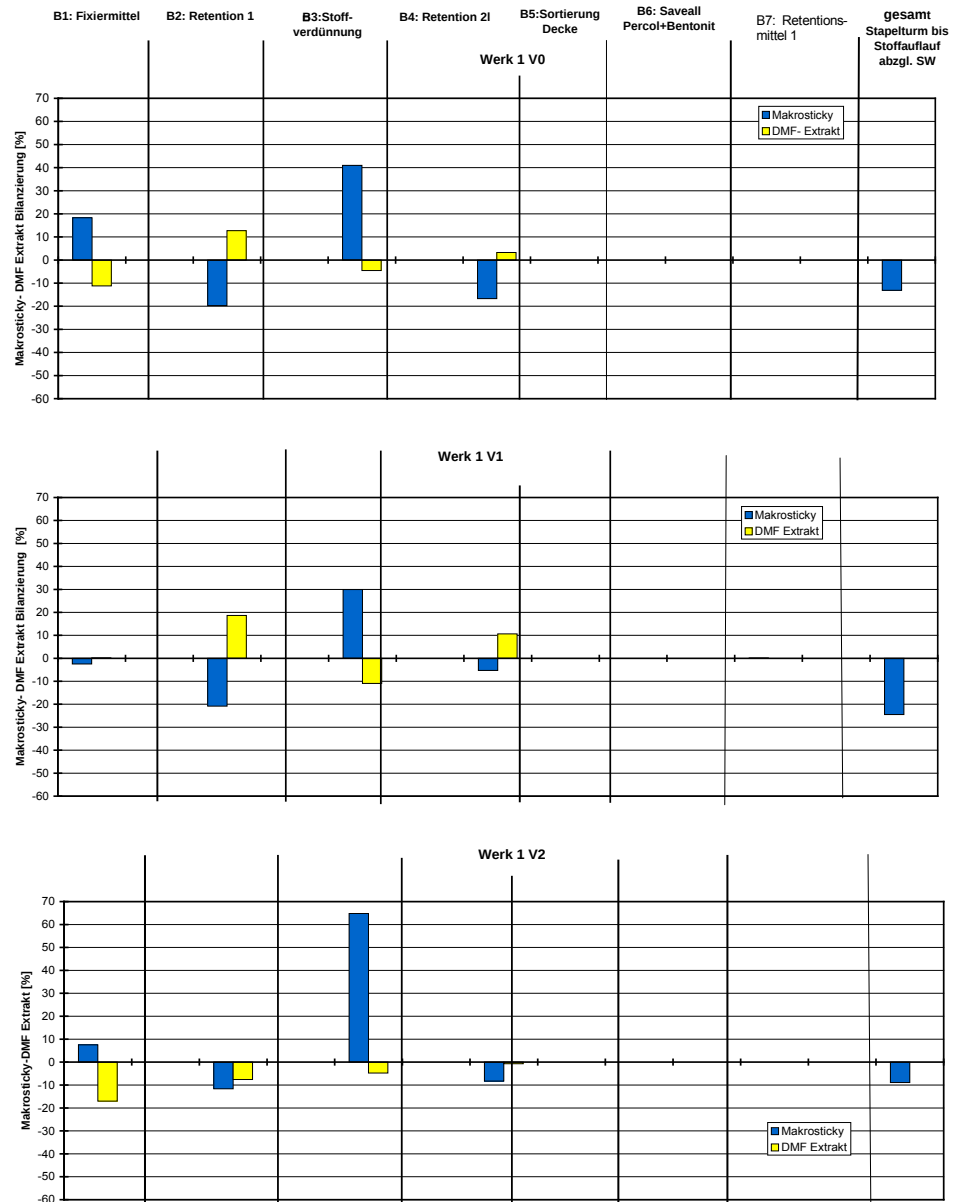
Ein- und Austräge durch Stoffströme

sonstige Erhöhungen oder Reduzierungen der Stickyfrachten



Vergleich Bilanzierung Makrosticky-Mikrostickys

In den folgenden Abbildungen sind Ergebnisse der Makrosticky- und DMF Extrakt Schwarzbandfilter Bilanzen gegenübergestellt. Die Balken in den Diagrammen verkörpern die Differenz zwischen der Summe der Auslauffrachten und Zulauffrachten an der jeweiligen Stelle im Prozess. Bilanzabweichungen von 10 % sind als Folge der Ungenauigkeit des Messverfahrens Extraktion einzukalkulieren.



B1: Anstieg der Makrostickyfracht in V0. Etwa gleichbleibende Makrostickyfracht in V1 und 2. Deutlich sinkender DMF- Extrakt in V2.

B2: Senkung der Makrostickyfrachten, bei überw. steigendem DMF Extrakt.

B3: Anstieg der Makrostickyfrachten bei sinkendem DMF- Extrakt.

B7: Sinkende Makrostickyfracht bei steigendem DMF Extrakt.

Makro- und Mikrostickgrößenverteilung

In den folgenden Abbildungen sind die Makrostickgrößenklassenverteilungen nach INGEDE Nr. 4 und die Mikrostickgrößenklassen nach PTS Plattenmethode dargestellt.

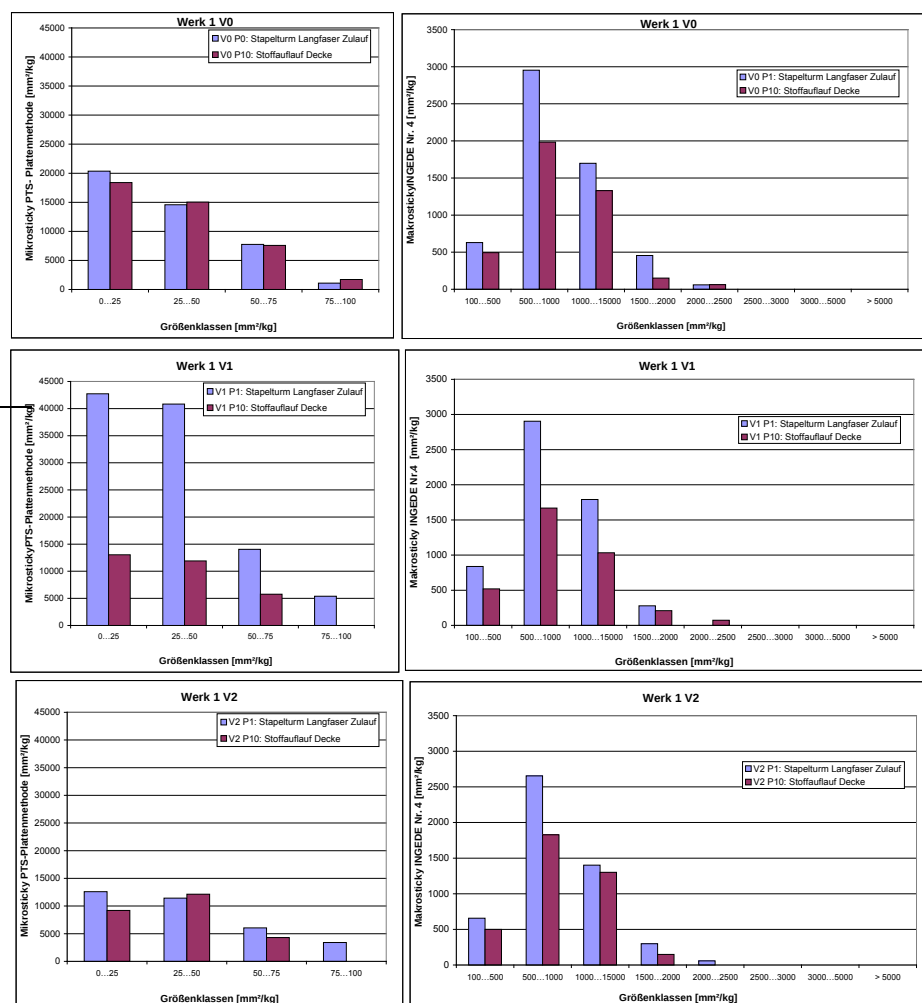
In den Grafiken werden auch die unterschiedlichen Absolutwerte beider Fraktionen deutlich. Dabei ist zu berücksichtigen, dass die Mikrostickys aufgrund ihrer geringen Partikelgröße wesentlich weniger störend an der Papiermaschine sind als Makrostickys.

- Makrostickys (INGEDE Nr.4)

Über den gesamten Konstanten Teil betrachtet werden in allen drei Varianten Abnahmen in allen Größenklassen deutlich. Ursache ist die Abtrennung von Makrostickys im Sortierer. Die Strukturen der Größenverteilungen am Eingang des konstanten Teils sind bei allen Varianten sehr ähnlich.

- Mikrostickys (PTS-Plattenmethode)

Die Strukturen der Größenverteilungen am Eingang des konstanten Teils waren bei allen Varianten sehr unterschiedlich. In der Variante 1 wurden starke Reduzierungen innerhalb der Größenklassen gemessen.



Zusammenfassung Werk 1

- Makrostickys

Im Bereich der Fixiermitteldosierung (+19%) und Stoffverdünnung (+41%) kam es im V0 zu signifikanten ungewollten Erhöhungen der Makrostickyfrachten.

Über die gesamten Konstanten Teile betrachtet gingen die Bilanzen in allen drei Varianten auf. Die Reduzierungen der Makrostickyfrachten zwischen Stapelturm und Stoffauflauf betrugen: im V0 ca. 12%, im V1 ca. 23% und im V2 ca. 9%.

- Mikrostickys (PTS Plattenmethode)

Es kam im V1 zu signifikanten Verschiebungen innerhalb der Größenklassen. Die Mikrostickybeladungen nahmen am Stoffauflauf relativ zum Stapelturm in der V0 um 2%, in der V1 um 70% und in der V2 um 23% ab.

7.2 Werk 2

Vorgehen

Bepробt wurden 2 Varianten an ausgewählten Stellen des konstanten Teils:
siehe Probenahmeplan 6.4

Variante	Beschreibung	Zeit	Rohstoff	Grammatur [g/m ²]	Produktion [t/h Iutro]
V0	Ist- Zustand	14.10.08	95% 1.04; 5% 1.02	110	50
V1	Dosierung Retenti- onsmittel verringert von 5200 l/h auf 4600 l/h	15.10.08	95% 1.04; 5% 1.02	90	48

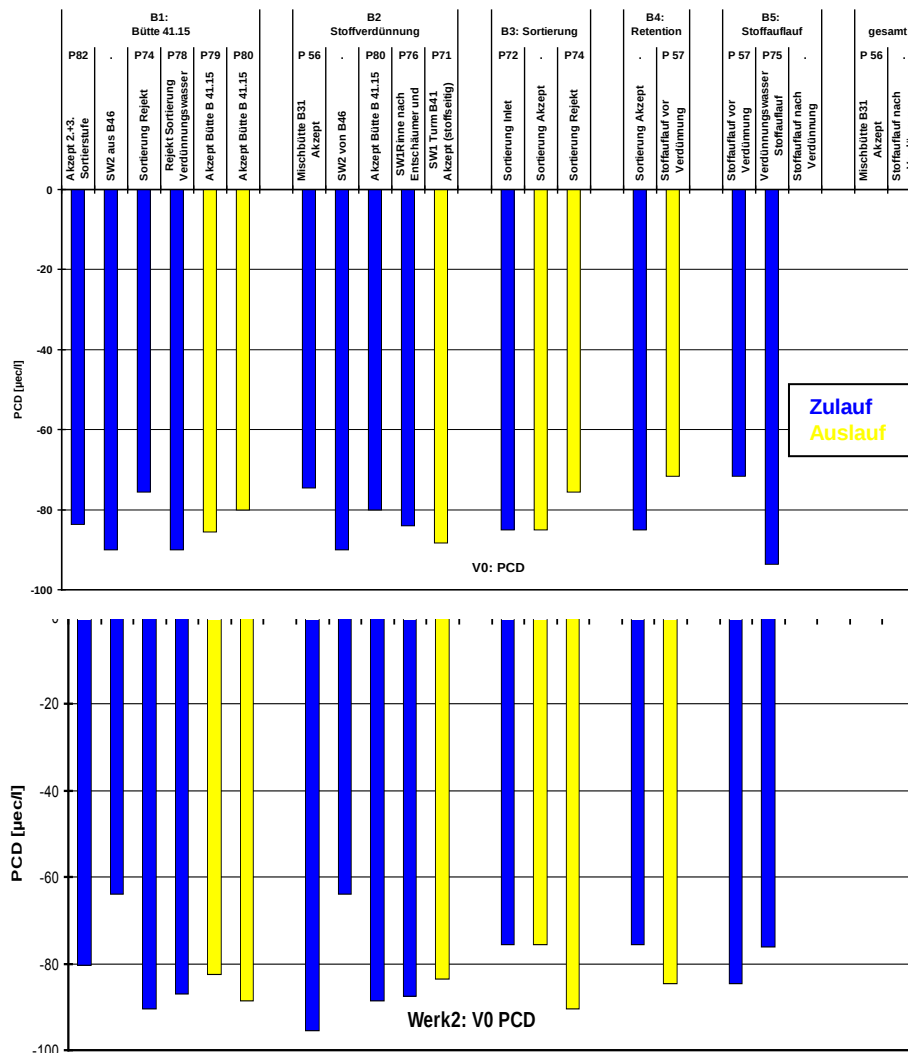
Bilanzräume

Nummer / Name	Zuläufe	Ausläufe	Grund der Auswahl
B1/ Bütte 41.15	Akzept 2.+3. Sortierstufe, SW2 aus B46, Rejekt Sortierung, Rejekt Sortierung Verdünnungswasser	Akzept Bütte B 41.15 (Rejektzulauf), Akzept Bütte B 41.15 (Sorter-Akzept)	Einfluss Entschäumer Siebwasser
B2/ Stoffverdünnung	Mischbütte B31 Akzept, SW2 aus B46, Akzept Bütte B 41.15	Filterhilfsstoff, Mischbütte Decke Auslauf	Einfluss von kolloidalen Partikeln und Entschäumer im Siebwasser
B3/ Sortierung	Sortierung Zulauf	Sortierung Akzept, Sortierung Rejekt	Bewertung der Abscheidungen von Stickys
B4/ Retentionsmittel	Sortierung Akzept	Stoffauflauf vor Verdünnung	Dosierung Retentionsmittel
B5/ Stoffauflauf	Stoffauflauf vor Verdünnung, Verdünnungswasser Stoffauflauf	Stoffauflauf nach Verdünnung	Einfluss von kolloidalen Partikeln und Entschäumer im Siebwasser

7.2.1 Vor Ort Messwerte

PCD

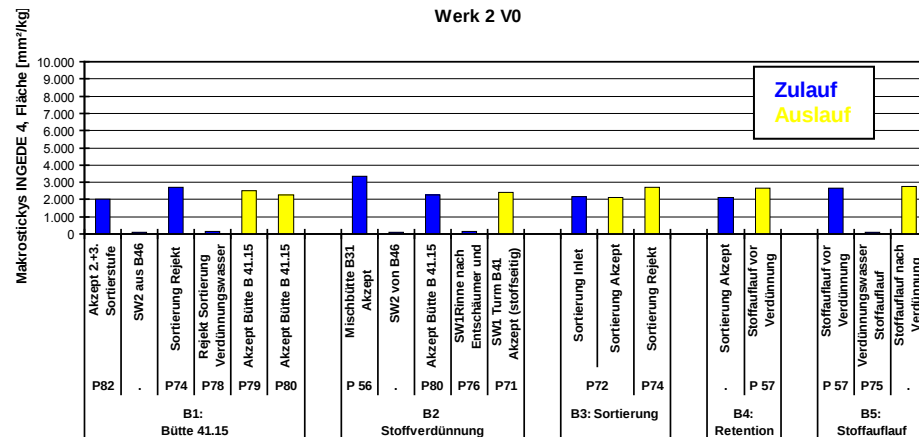
In beiden Varianten waren keine signifikanten Veränderungen im PCD sichtbar.



7.2.2 Profildarstellungen der Messergebnisse für V0

Makrostickys, Konstanter Teil

Im nachstehenden Diagramm wurden die Makrostickybeladungen, am Beispiel der V0, an den wichtigsten Stellen im konstanten Teil dargestellt.



Bilanz Makrostickydetails

Im Folgenden werden die Makrostickyfrachten in Sankeydiagrammen dargestellt. Folgende Effekte waren in den Makrostickyfrachten der einzelnen Bilanzräume beobachtbar:

In den Siebwässern waren keine signifikanten Makrostickyfrachten zu verzeichnen.

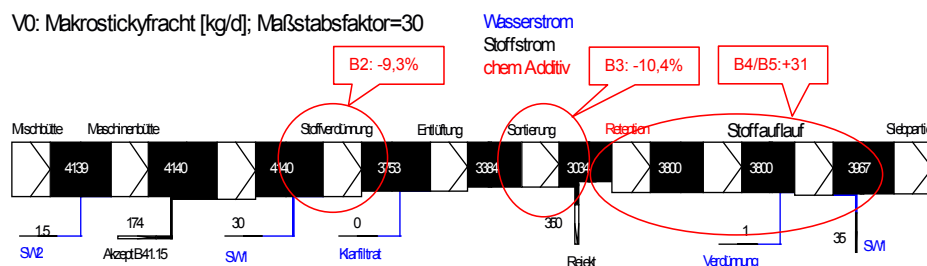
B2: Eine leichte Senkung im V0, und gleichbleibend im V1.

B3: In der V0 und V1 sind keine signifikanten Abscheidungen über das Rejekt der Sortierung beobachtbar.

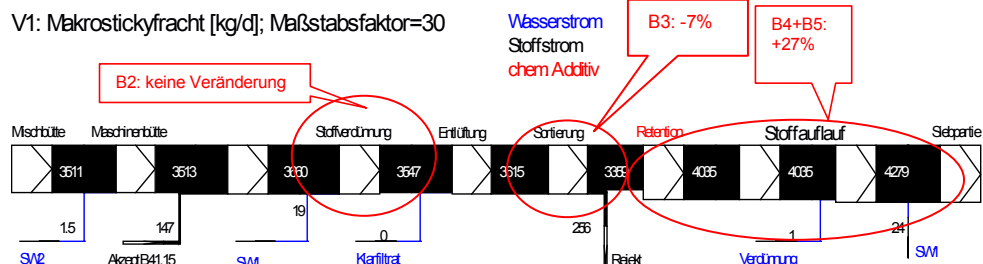
B4/B5: Es sind signifikante Erhöhungen in beiden Varianten beobachtbar.

Der Wert Siebpartie wurde über die Gesamtretention, ausgehend von einer nahezu 100%igen Makrostickyretention, ermittelt.

V0: Makrostickyfracht [kg/d]; Maßstabsfaktor=30



V1: Makrostickyfracht [kg/d]; Maßstabsfaktor=30



Globale Bilanzen Makrostickys

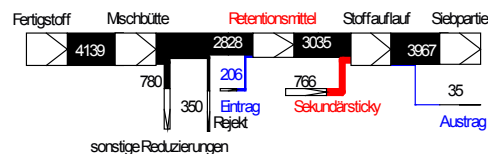
Die nachstehenden Sankey- Diagramme stellen die Globalbetrachtungen der konstanten Teile dar.

V0: Globalbetrachtung der Makrostickyfrachten [m^2/d]; Maßstabfaktor=50

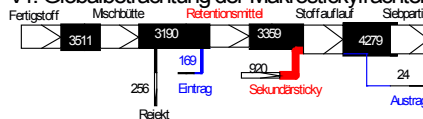
Ein- und Austräge durch Prozesswasser

Ein- und Austräge durch Stoffströme

sonstige Erhöhungen oder Reduzierungen der Stickyfrachten

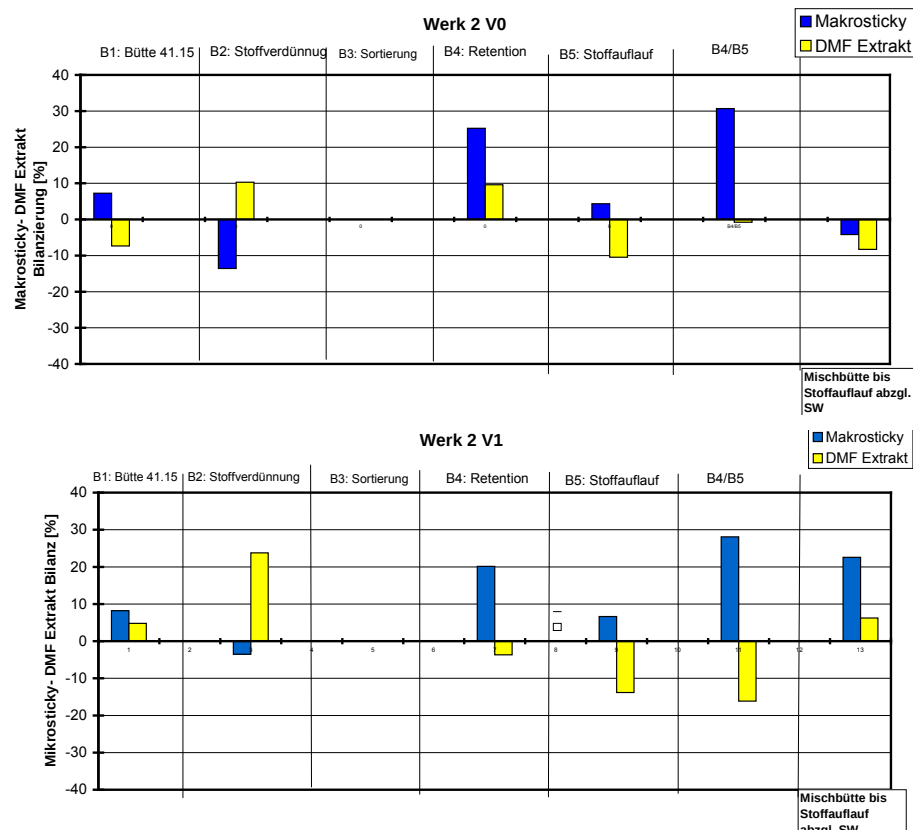


V1: Globalbetrachtung der Makrostickyfrachten [m^2/d]; Maßstabfaktor=50



Vergleich Bilanzierung Makrostickys- Mikrostickys

In den folgenden Abbildungen sind Ergebnisse der Makrosticky- und DMF Extrakt Schwarzbandfilter Bilanzen gegenübergestellt. Die Balken in den Diagrammen verkörpern die Differenz zwischen der Summe der Auslaufrachten und Zulufrachten an der jeweiligen Stelle im Prozess.



B1: Leichter Anstieg der Makrostickyfracht bei steigendem Extraktwert.

B2: Sinkende Makrostickyfracht bei steigendem Extraktwert.

B4/5: Signifikant steigende Makrostickyfracht bei sinkendem Extraktwert.

Makro- und Mikrostickgrößenverteilung

In den folgenden Abbildungen sind die Makrostickgrößenverteilungen nach INGEDE Nr. 4 und die Mikrostickgrößenverteilungen nach PTS Plattenmethode dargestellt.

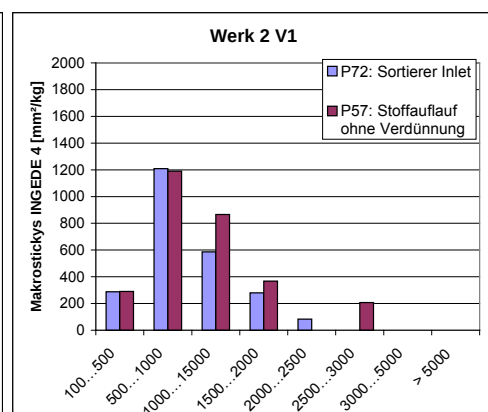
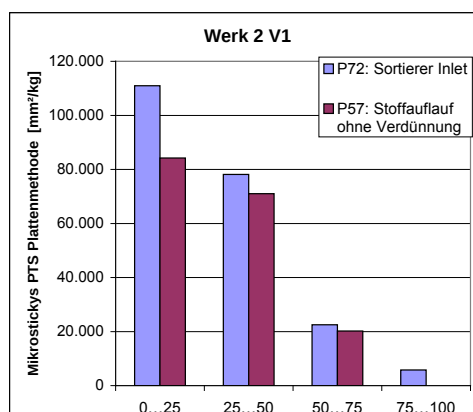
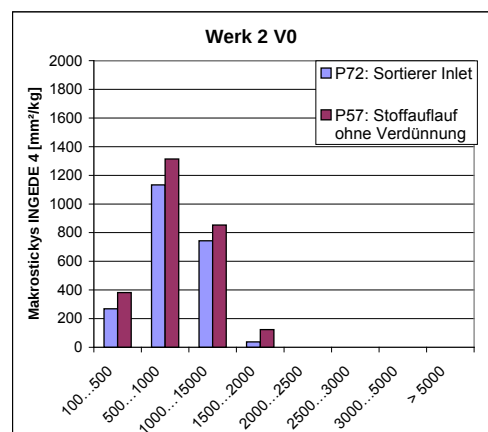
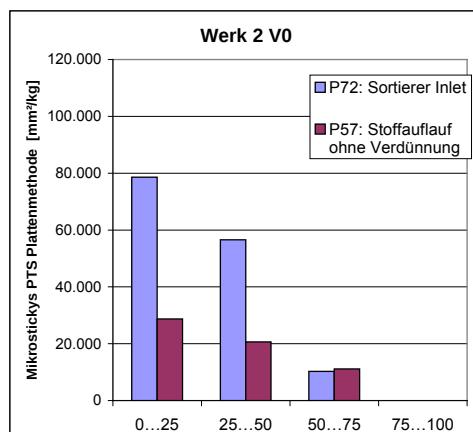
In den Grafiken werden die unterschiedlichen Absolutwerte beider Fraktionen deutlich. Auf Grund ihrer geringeren Partikelgröße sind Mikrostickys im Vergleich zu Makrostickys weniger schädlich.

- Makrostickys INGEDE Nr.4

Zwischen (P72) Zu- und (P57) Auslauf der Retentionsmitteldosierung betrachtet, wurden in beiden Varianten signifikante Erhöhungen deutlich. Die Strukturen der Größenverteilungen am Zulauf (P72) sind bei beiden Varianten sehr ähnlich.

- Mikrostickys PTS Plattenmethode

Die Strukturen der Größenverteilungen am Zulauf (P72) sind bei den Varianten sehr unterschiedlich. In der Variante 0 werden starke Verschiebungen innerhalb der Größenverteilungen deutlich.



Zusammenfassung Werk 2

- Makrostickys

Im Bereich der Retentionsmitteldosierung und Verdünnung Stoffauflauf kam es zu einer ungewollten Erhöhung der Makrostickyfrachten um 31% im V0 und 27% im V1.

Über den gesamten Konstanten Teil betrachtet ging die Bilanz in der V0, mit einer Reduzierung der Makrostickyfracht um ca. 5%, auf. In der V1 ging die Bilanz nicht auf. Hier erhöhte sich die Makrostickyfracht über den gesamten konstanten Teil um ca. 23%.

- Mikrostickys (PTS Plattenmethode)

Es kam im V0 zu signifikanten Verschiebungen innerhalb der Größenklasse. Die Mikrostickybeladung nahm am Stoffauflauf relativ zum Sortierer Akzept um 60% ab. Im V1 nahm die Beladung an Mikrostickys um 18% ab.

7.3 Werk 3

Vorgehen Beprobte wurde der Ist- Zustand an ausgewählten Stellen im Konstanten Teil: siehe Probenahmeplan 6.4

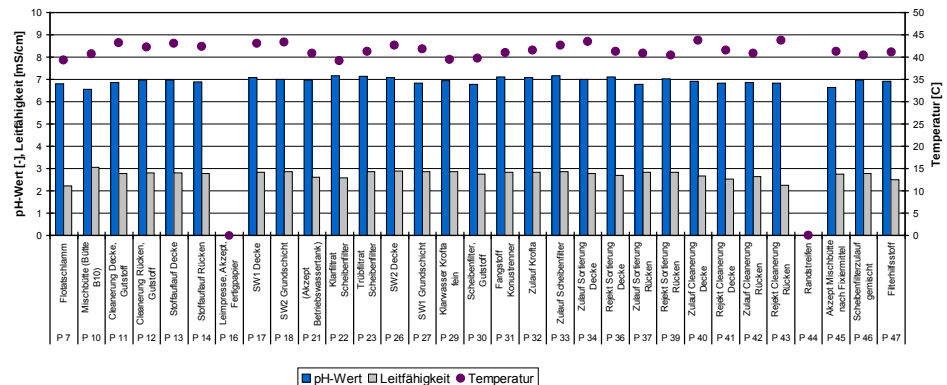
Variante	Beschreibung	Zeit	Rohstoff	Grammatur [g/m ²]	Produktion [t/h Iutro]
V0	Ist- Zustand	12.11.08	50% 4.01; 50% 1.04	100	30

Bilanzräume

Nummer / Name	Zuläufe	Ausläufe	Grund der Auswahl
B1/ Fixiermittel	Auslauf Mischbütte, SW2 Rücken	Zulauf Stofftrennung	Dosierung Fixiermittel
B2/ Retentionsmittel 1 Decke	Akzept Cleanerung Decke, SW1 Decke	Zulauf Sortierung Decke	Dosierung Retentionsmittel 1
B3/ Retentionsmittel 2 Decke	Akzept Sortierung Decke,	Stoffauflauf Decke	Dosierung Retentionsmittel 2
B4/ Retentionsmittel 1 Rücken	Akzept Cleanerung Rücken, SW1 Decke	Zulauf Sortierung Rücken	Dosierung Retentionsmittel 1
B5/ Retentionsmittel 2 Rücken	Akzept Sortierung Rücken	Stoffauflauf Rücken	Dosierung Retentionsmittel 2

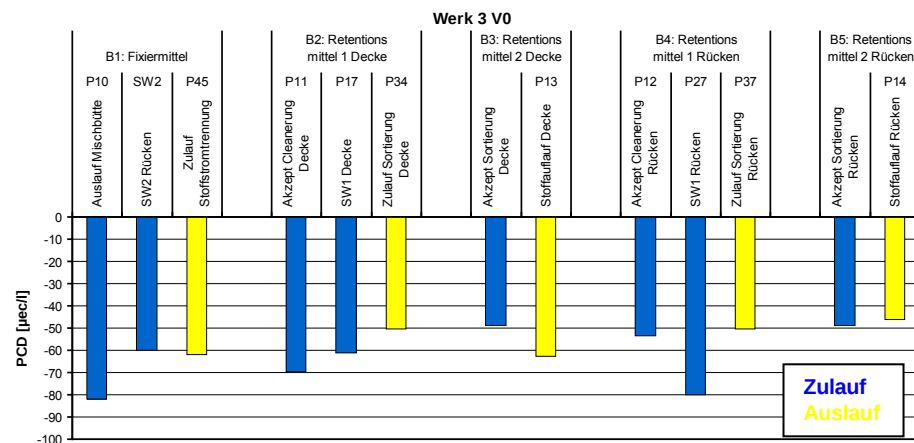
7.3.1 Vor Ort Messwerte

pH- Wert, Tempe-
 ratur, Leitfähig-
 keit



Der pH-Wert stieg vom Fertigstoff in Richtung Stoffauflauf geringfügig an. Die Leitfähigkeit lag insgesamt im normalen Bereich. Es waren keine starken Sprünge der beiden Parameter sichtbar.

PCD

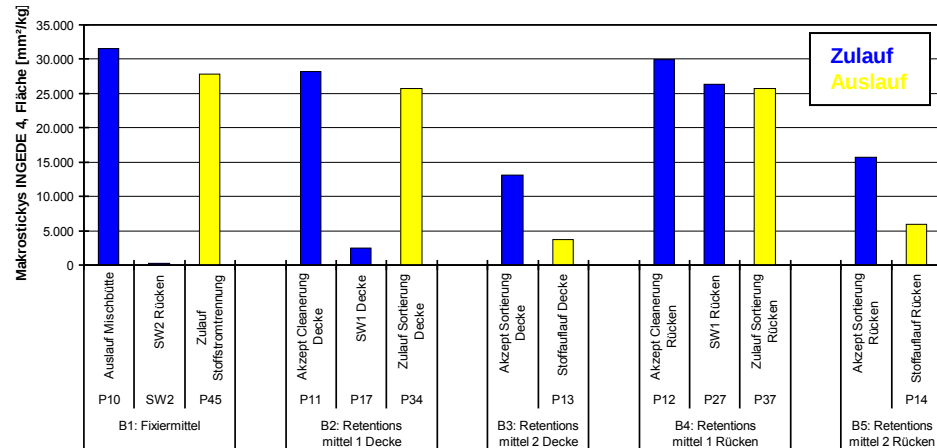


Im konstanten Teil waren keine signifikanten Veränderungen im PCD messbar.

7.3.2 Profildarstellungen der Messergebnisse

Makrostickys, Konstanter Teil

In diesem Diagramm wurden die Makrostickybeladungen an den wichtigsten Stellen im konstanten Teil dargestellt.



Bilanz Makrostickydetails

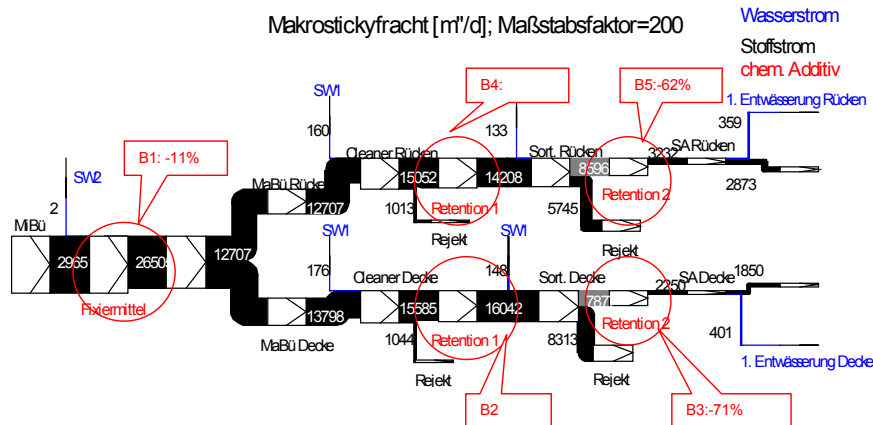
Im nachstehenden Sankeydiagramm sind die Makrostickyfrachten dargestellt.

Folgende Effekte waren in den Bilanzräumen zu beobachten:

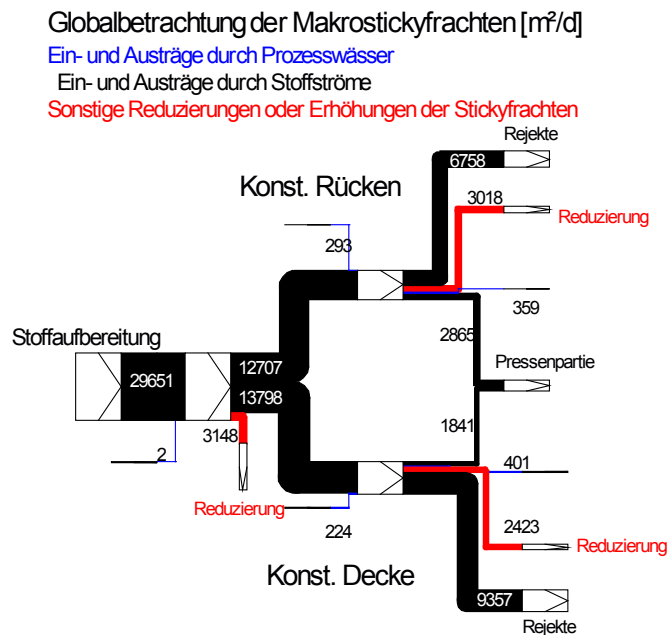
B1: Es kam zu einer deutlichen Senkung der Makrostickyfracht.

B2 und B4: Keine Veränderungen in den Makrostickyfrachten.

B3 und B5: Es kam zu signifikanten Senkungen der Makrostickyfrachten.

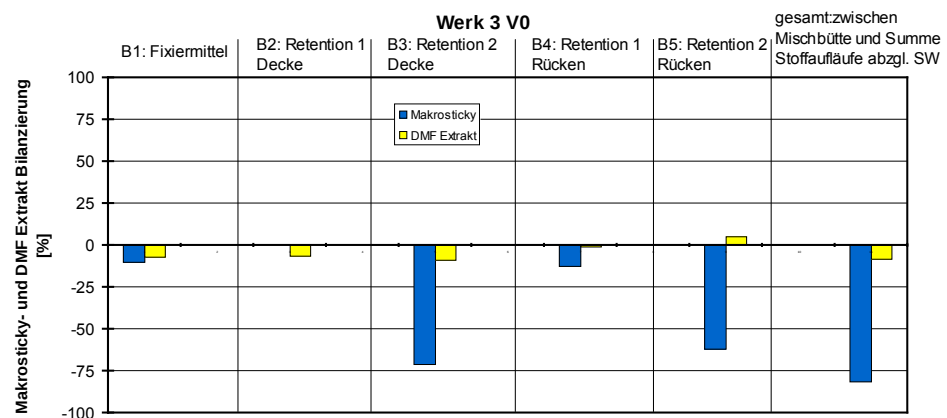


Globale Bilanzen Makrostickys Nachstehendes Sankey Diagramm stellt die Globalbetrachtung der Konstanten Teile dar.



Vergleich Bilanzierung Makrostickys- Mikrostickys

In der folgenden Abbildung sind die Ergebnisse der Makrosticky- und DMF Extrakt Schwarzbandfilter Bilanzen gegenübergestellt. Die Balken im Diagramm verkörpern die Differenz zwischen der Summe der Auslaufrachten und Zulaufachten an der jeweiligen Stelle im Prozess.



B1: Eine sinkende Makrostickyfracht bei steigendem Extrakt.

B2/B4: Etwa gleichbleibende Makrostickyfrachten bei sinkendem Extrakt.

B3/B5: Signifikante Senkungen der Makrostickyfrachten bei steigendem Extrakt.

Makro- und Mikrostickgrößenverteilung

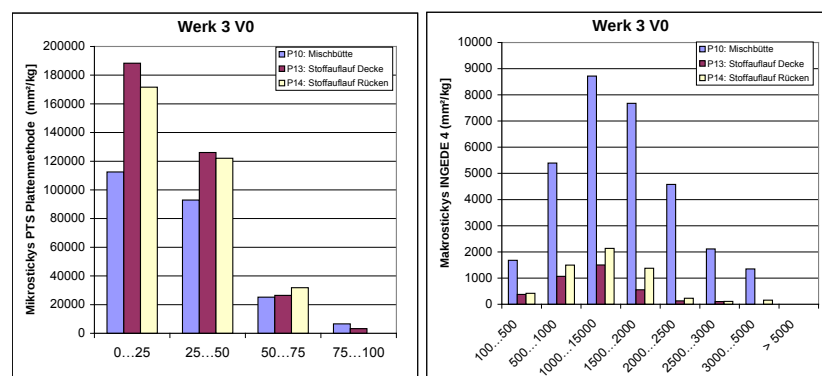
In der folgenden Abbildung sind die Makrostickgrößenverteilungen nach INGEDE Nr. 4 und die Mikrostickgrößenverteilungen nach PTS Plattenmethode dargestellt. In der Grafik werden die unterschiedlichen Absolutwerte beider Fraktionen deutlich.

- Makrostickys INGEDE Nr.4

Zwischen Mischbütte und Stoffauflauf betrachtet, wurden signifikante Senkungen deutlich.

- Mikrostickys (PTS Plattenmethode)

Es werden starke Verschiebungen innerhalb der Größenklassen deutlich, die zu teilweise signifikanten Erhöhungen zwischen Mischbütte und den Stoffaufläufen führten.



Zusammenfassung Werk 3

- Makrostickys

Über den gesamten Prozess kam es zu einer sinkenden Tendenz. Es wurden am Stoffauflauf niedrigere Makrostickfrachten gemessen, als durch die Stoffaufbereitung eingetragen wurden. Über den gesamten konstanten Teil betrachtet nahm die Summe der Makrostickfrachten an den Stoffaufläufen um ca. 80% relativ zur Mischbütte ab.

- Mikrostickys (PTS Plattenmethode)

Die Ablagerungsneigung nahm vom Eingang des konstanten Teils (Mischbütte) bis zum Stoffauflauf um 27 bis 30% zu.

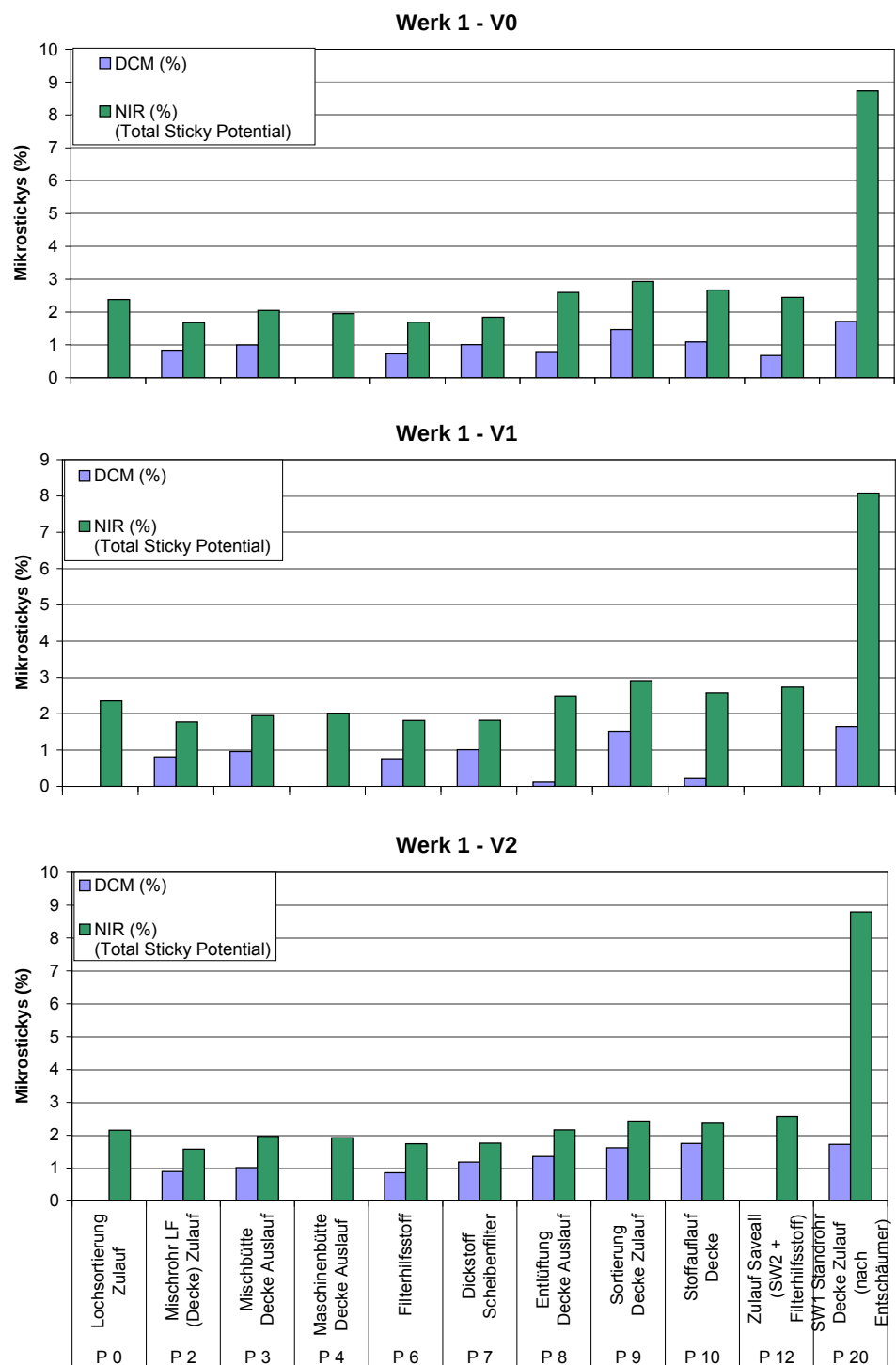
7.4 Stickmessung nach Millvision

Vorgehen

Während der Betriebsuntersuchungen der PTS wurden in den verschiedenen Werken gleichzeitig die Proben mit dem MVStick620 vermessen.

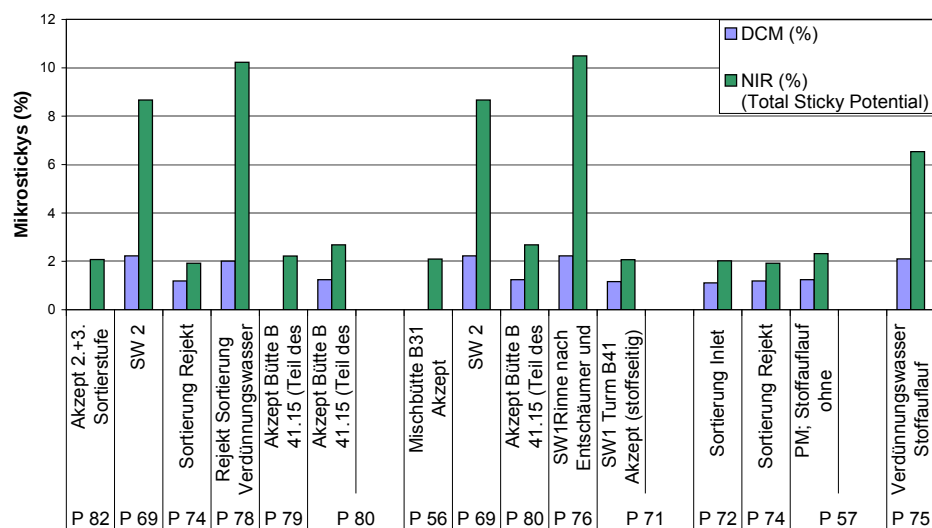
Das Messergebnis in mg/l zeigt das Totale Stickypotential. Im Nachfolgenden wird jedoch für den Vergleich mit dem (durch die PTS bestimmten) DCM Extrakt, der gemessene Wert in % umgerechnet.

Werk 1

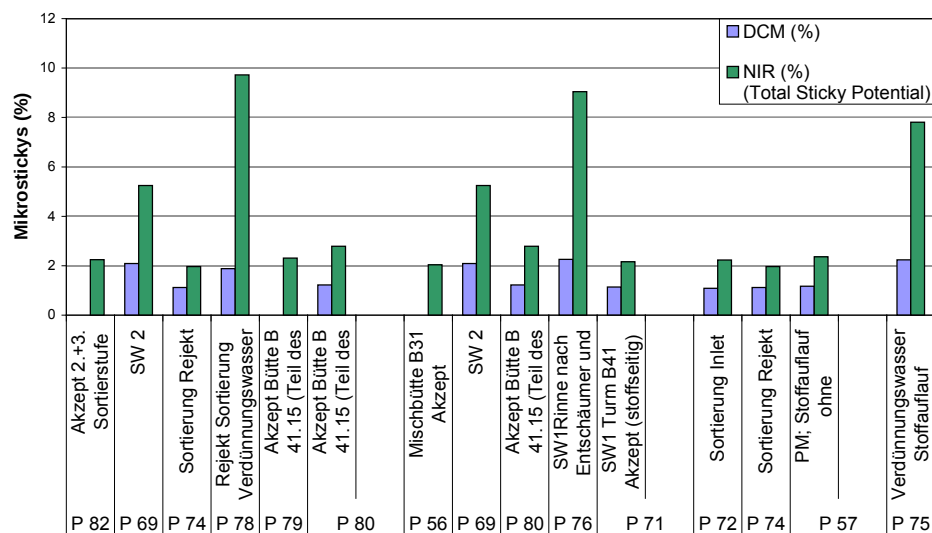


Werk 2

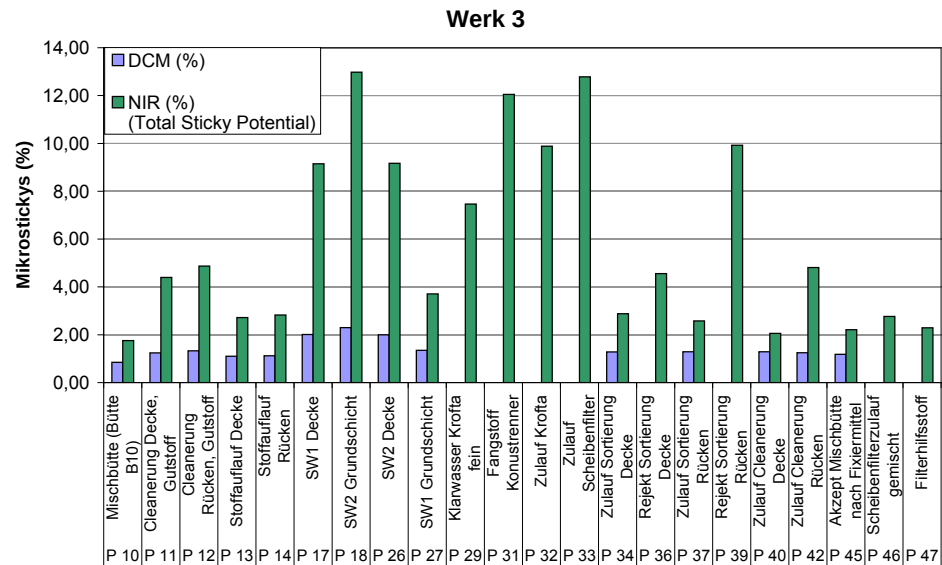
Werk 2 - V0



Werk 2 - v1



Werk 3



Fazit

In allen untersuchten Proben ist zu sehen, dass das mit dem MVStick620 gemessene Totale Stickypotential deutlich höher als der DCM Extrakt liegt. Dies ist zu erklären mit dem erweiterten Messbereich des NIR Sensors. Wie in Kapitel 5.1 erklärt liegt dem Referenzwert nicht nur das einfache DCM Extrakt zu Grunde, sondern es wurden vor der Extraktion alle potentiellen Sekundärstickys ausgefällt. Deshalb war es von vorne herein zu erwarten, dass der NIR-Wert deutlich höher liegt als der DCM Extrakt.

Ein einfacher Vergleich dieser 2 Werte ist deshalb nicht sinnvoll.

Um die Aussagekraft des gemessenen Wertes zu beurteilen müssen deshalb die einzelnen Messpunkte zusammen mit den Makrostickys in Massenbilanzen betrachtet werden. Dies ist in Kapitel 8.1.2 ausgearbeitet.

8 Schlussfolgerungen

8.1 Bildung von Sekundärstickys

8.1.1 Arbeitshypothese

Quelltyp In folgender Grafik sind die Typen der Sekundärstickyquellen dargestellt.

Quelltyp →	1	2	3	4
Kolloidale Substanzen	-	-	=	-
Mikrostickys	= (+/-)	+	-	+
Makrostickys	+	+	+	=

+	Zunahme
=	Unverändert
-	Abnahme

Veränderungen der Makrostickygesamtbeladungen können nur durch Agglomerationen aus dem Kolloidalen- und Mikrostickybereich oder durch Redispergierungen in den Kolloidalen- und Mikrostickybereich hervorgerufen werden.

Demnach lassen sich Agglomerate im Mikrostickybereich und Agglomerate im Makrostickybereich als Formen der Bildung von Sekundärstickys definieren.

Analyseparameter In folgender Grafik sind Möglichkeiten der Erfassung einzelner Stickyfraktionen dargestellt.

	Analysenparameter		
Kolloidale Substanzen			•DMF Extrakt Rückstand Membranfilter (ungefällt) •DCM Extrakt gefällt
Mikrostickys	- gehalt nach PTS-Plattenmethode	DMF Extrakt Rückstand Schwarzbandfilter (ungefällt)	
Makrostickys	INGEDE 4		

Durch die Extraktion des Schwarzbandfilterrückstands wird sowohl die Mikro- als auch die Makrostickyfraktion erfasst. Der Massenanteil der Makrostickys ist in der Regel sehr gering gegenüber der Mikrostickys.

Die Extraktion des Membranfilterrückstands erfasst sowohl die Mikro- und Makrostickyfraktion als auch den Kolloidalen Anteil.

Somit ergibt die Differenz aus Extrakt Rückstand Membranfilter und Extrakt Rückstand Schwarzbandfilter die Masse des kolloidalen Anteils.

Mit der Methode INGEDE Nr. 4 wird ausschließlich die Makrostickyfraktion erfasst, und der Flächeninhalt bezogen auf die Masse des Faserstoffs ermittelt.

Detektierung von Sekundärstickquellen In der nachstehenden Grafik sind die theoretischen Möglichkeiten der Detektierung von Sekundärstickquellen dargestellt.

Quelltyp		1	2	3	4	+	Zunahme
Kolloidale		-	-	=	-	=	Unverändert
Mikrostickys		= (+/-)	+	-	+	-	Abnahme
Makrostickys		+	+	+	=		
Extrakt Rückstand Membranfilter – Extrakt Rückstand Schwarzbandfilter	kolloidale	=/-	-	=	-		
Extrakt Rückstand Schwarzbandfilter (ungefällt) = NIR PTS	Mikro- und Makrosticky	= /+	+	=	+		
INGEDE 4	Makrosticky	+	+	+	=		
Extrakt Rückstand Membranfilter	Kolloidale, Mikro- und Makrosticky	=	=	=	=		

Die Grafik macht deutlich, dass es möglich ist durch Veränderungen der Kolloidalen Fraktion auf Veränderungen in der Mikrostickyfraktion zu schließen.

Jedoch durch Veränderungen der Kolloidalen Fraktion und/oder Mikrostickyfraktion auf Veränderungen in der Makrostickyfraktion zu schließen erscheint, auf Grund der Unvergleichbarkeit beider Analyseverfahren, derzeit nicht möglich. Eine Möglichkeit die Makrostickyfraktion mit der Mikrostickyfraktion zu Vergleichen bieten die Messungen nach INGEDE Nr. 9, da hier in der Eigenschaft des Messverfahrens nur der eigentliche Stickygehalt gemessen wird. Auf Grund des hohen Analyseaufwandes konnten hier jedoch nur ausgewählte Proben gemessen werden, und lassen somit nur eingeschränkte Vergleiche zu.

Fazit

Mit der Ermittlung des Gesamtextraktes (Rückstand Membranfilter) kann die Gesamtbeladung an Stickys ermittelt werden, und mit Hilfe des Schwarzbandextraktes ist es möglich Verschiebungen zwischen der Kolloidalen- und Mikrostickyfraktion wahr zu nehmen. Verschiebungen im Makrostickybereich können auf diese Weise nicht ermittelt werden.

Nur mit der INGEDE Methode Nr. 4 können zuverlässige Aussagen über Verschiebungen innerhalb der Makrostickyfraktion getroffen werden.

Weiterhin können zuverlässige Aussagen über Verschiebungen im Mikrostickybereich durch die PTS Plattenmethode (in Anlehnung an INGEDE Nr. 9) getroffen werden.

Auf Grund des erheblichen Analyseaufwandes konnte der Gesamtextrakt auf der Basis DMF und Analysen nach der PTS Plattenmethode nur an ausgewählten Stellen durchgeführt werden.

Die Makrostickyfraktion stellt deshalb die zuverlässigste und aussagekräftigste Fraktion bezüglich der Sekundärstickybildung dar.

8.1.2 Gefundene Sekundärstickyquellen

In den folgenden Diagrammen sind die Bilanzen der DMF- Extrakte über die Makrostickyfrachten dargestellt. Die einzelnen Quadranten stellen den jeweiligen Sekundärsticky- Quelltypen und Senken (siehe 8.1.1) dar:

Quadrant 1: Quelltyp 1 oder 2

Quadrant 2: Quelltyp 4 oder Makrostickysenke

Quadrant 3: Mikro- Makrostickysenke

Quadrant 4: Quelltyp 3

Da Makrostickyströme, je nach Rohstoffeintrag und Homogenisierungen im Prozess, hohen Schwankungen ausgesetzt sind ist hier eine Bilanzabweichung von 15% einzukalkulieren.

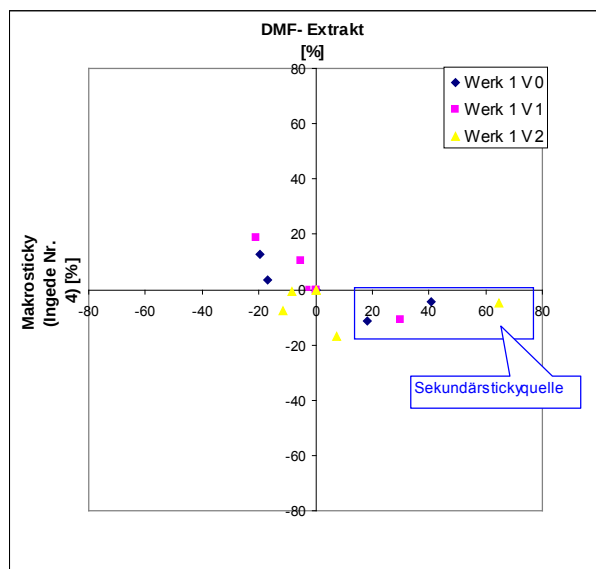
Bilanzabweichungen von 10% sind als Folge der Ungenauigkeit des Messverfahrens Extraktion ebenfalls einzukalkulieren.

Werk 1

Bilanzzusammenfassung

		V0		V1		V2	
		Makrost. [%]	DMF- Extrakt [%]	Makrost. [%]	DMF- Extrakt [%]	Makrost. [%]	DMF- Extrakt [%]
B1	Fixiermittel	18	-11	-2	0	8	-17
B2	Retention 1	-20	13	-21	19	-12	-8
B3	Stoffverdünnung	41	-5	30	-11	65	-5
B4	Retention 2	-17	3	-5	11	-8	-1
B5	Sortierung Decke	0	0	0	0	0	0
B6	Saveall: Retention 1 + 2	0	0	0	0	0	0
	gesamt	-13	5	-24	50	-9	7

Sekundärstickys Folgende Grafik stellt mögliche Sekundärstickysquellen und Senken dar.



Gemäß der Definition für Sekundärstickysquellen (siehe 9.1.1) und unter Berücksichtigung der Bilanzabweichungen war folgendes zu beobachten.

Sekundärstickysquellen im Makrostickybereich: 4.Quadrant: Quelltyp1 u.3

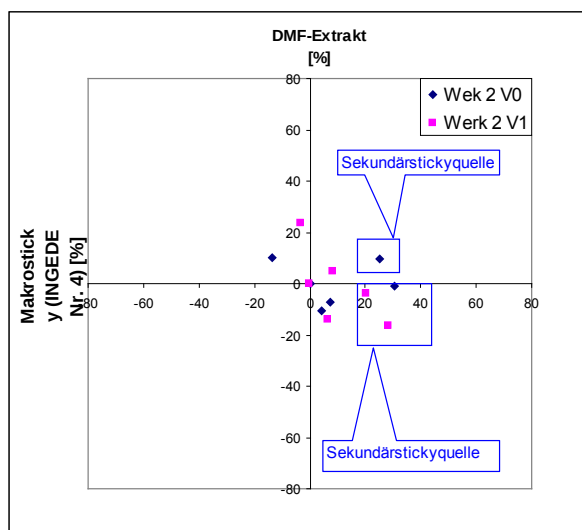
Bilanzraum	Variante	Erhöhung Makrosticky- fracht [%]	DMF Extrakt	Wichtung Sekundär- stickys
B1	V0	18	sinkend	gering
B3	V0/V1/V2	41/30/65	Gleich/sinkend/ gleich	signifikant

Werk 2

Bilanzzusammenfassung

		V0		V1	
		Makrost.	DMF-Extrakt	Makrost.	DMF-Extrakt
		[%]	[%]	[%]	[%]
B1	Bütte 41.15	7	-7	8	5
B2	Stoffverdünnung	-14	10	-4	24
B3	Sortierung	0	0	0	0
B4	Retention	25	10	20	-4
B5	Stoffauflauf	4	-10	7	-14
B4/B5	Retention/Stoffauflauf	31	-1	28	-16
	gesamt	-4	-8	23	6

Sekundärstickys



- Sekundärstickysquellen im Makrostickbereich: Typ 2 und 3

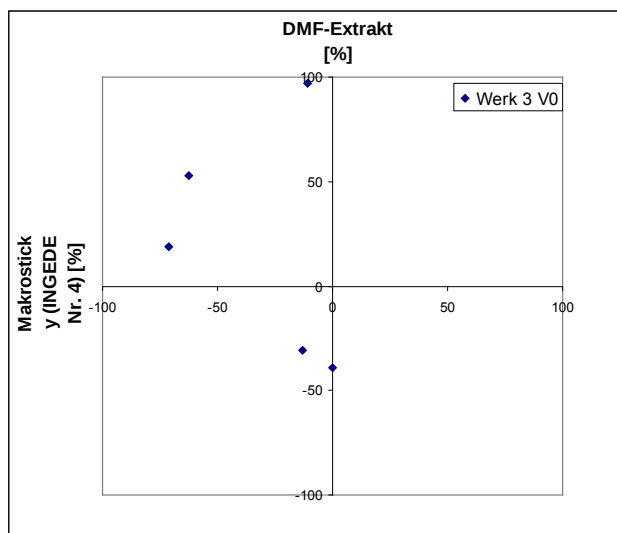
Bilanzraum	Variante	Erhöhung Makrostickfracht [%]	DMF Extrakt	Wichtung Sekundärstickys
B4	V0/V1	25/20	etwa gleich	signifikant
B4/B5	V0/V1	31/28	sinkend	signifikant

Werk 3

Bilanzzusammenfassung

		Makrost.	DMF- Extrakt
		[%]	[%]
B1	Fixiermittel	-11	-7
B2	Retention 1 Decke	0	-7
B3	Retention 2 Decke	-71	-9
B4	Retention 1 Rücken	-13	-1
B5	Retention 2 Rücken	-62	5
	Konst. Gesamt (Summe der Stoffaufläufe)	-82	-9

Sekundärstickys



Sekundärstickyquellen im Makrostickybereich:

Es kam im Werk 3 zu keinen Sekundärstickybildungen.

Bilanzierung nach Millvision

Vorgehen

Es wurden dieselben Bilanzräume betrachtet die durch die PTS definiert sind. Hierbei wurden die Veränderungen der Makrostickys und des Totalen Stickypotentials (NIR Wert) berechnet.

Die Ergebnisse sind in folgenden Tabellen zusammengefasst.

Werk 1

V0	Makrostickys	Total Sticky Potential (NIR)
B1: Fixiermittel	18,3%	-
B2: Retentionsmittel 1	-11,5%	3,5%
B3: Stoffverdünnung	41,7%	-29,8%
B4: Retentionsmittel2	-16,8%	1,5%
B5: Sortierung Decke	-24,7%	0,2%

V1	Makrostickys	Total Sticky Potential (NIR)
B1: Fixiermittel	-2,5%	-
B2: Retentionsmittel 1	-11,3%	-2,9%
B3: Stoffverdünnung	30,6%	-31,2%
B4: Retentionsmittel 2	-5,3%	4,8%
B5: Sortierung Decke	-28,1%	-2,5%

V2	Makrostickys	Total Sticky Potential (NIR)
B7: Retentionsmittel 1	-2,4%	-
B1: Fixiermittel	24,4%	-
B2:	-15,6%	-0,3%
B3: Stoffverdünnung	65,7%	-28,6%
B4: Retentionsmittel 2	-8,3%	3,5%
B5: Sortierung Decke	-30,9%	-3,9%

Fazit Werk 1

Die grau unterlegten Bilanzräume weisen eine Zunahme an Makrostickys auf und sind somit als Sekundärstickyquelle zu bezeichnen. Dies sind die Bilanzräume B1 (Fixiermitteldosierung) und B3 (Stoffverdünnung).

Im Bilanzraum B1 konnte mit dem MVStick620 nicht gemessen werden, da die Stoffdichte der Zulaufprobe (Zulauf Stapelturm LF) mit ca. 12% viel zu hoch für den NIR Sensor war.

Jedoch ist im Bilanzraum B3 sehr gut zu sehen, dass mit einer Zunahme des Makrostickyanteils eine deutliche Abnahme des Totalen Stickypotentials einhergeht.

Werk 2

V0	Makrostickys	Total Sticky Potential (NIR)
B2: Bütte 41.15	7,5%	-0,1%
B3: Stoffverdünnung	-10,2%	-33,4%
B4/B5: Sortierung/ Retentionsmitteldosierung	23,2%	10,1%

V1	Makrostickys	Total Sticky Potential (NIR)
B2: Bütte 41.15	8,5%	0,0%
B3: Stoffverdünnung	0,2%	-31,9%
B4/B5: Sortierung/ Retentionsmitteldosierung	19,2%	7,0%

Fazit Werk 2

Die identifizierte Sekundärstickyquelle liegt in diesem Werk in Bilanzraum B4/B5, also bei der Sortierung und anschließenden Retentionsmitteldosierung. Die beiden Bilanzräume wurden zusammengefasst, weil es nicht möglich war eine Akzeptprobe vor der Retentionsmittelzugabe zu nehmen. Da die Sortierung allerdings üblicherweise Makrostickys entfernt, ist der Anstieg der Makrostickys auf die Retentionsmitteldosierung zurückzuführen.

Beim Totalen Stickypotential ist eine leicht steigende Tendenz zu beobachten. Das Retentionsmittel verursacht eine Agglomeration der klebenden Partikel aus dem kolloidalen und hochmolekularen Bereich (siehe Messergebnisse PTS). Dies kann durch Störstoffe verursacht werden, die nicht mit dem MVStick620 gemessen werden. Eine Störstoffmessung könnte an dieser Stelle mehr Einblick liefern.

Eine weitere Auffälligkeit im Werk 2 ist im Bilanzraum B3 (Stoffverdünnung) zu erkennen. Der MVStick620 zeigt hier eine deutliche Reduktion des Totalen Sticky Potentials. Jedoch ist hier keine Makrostickyerhöhung zu beobachten. Die Ursachen hierfür sind im Moment noch nicht zu erklären.

Werk 3

Da im Werk 3 keine Sekundärstickybildung zu beobachten war, wurde auf eine erneute Bilanzrechnung verzichtet.

8.1.3 Ermittelte Ursachen für Sekundärstickyquellen

Sekundärstickyquellenübersicht

Folgende Sekundärstickyquellen konnten identifiziert werden

	Fixiermittel	Retentionsmittel	Stoffverdünnung
Werk 1	X(V0)		X (V0, V1, V2)
Werk 2		X (V0, V1)	

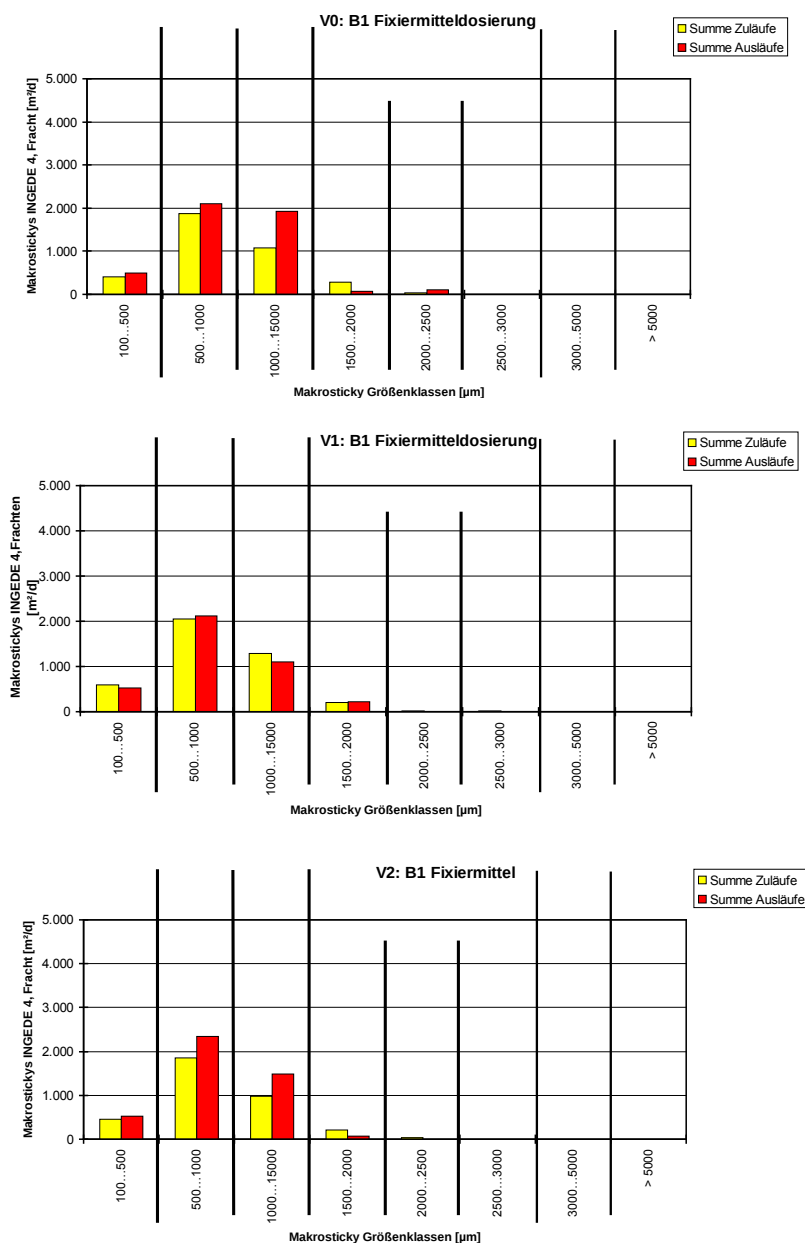
Bewertung der Fixiermittelinduzierten Sekundärstickyquelle

Erwartungen

Die Erhöhung der Fixiermitteldosierung um 50% in V1 könnte eine Agglomeration (Sekundärstickybildung) aber auch eine Unterdrückung der Sekundärstickybildung zur Folge haben.

Makrosticky Partikelgrößenverteilung

In den folgenden Diagrammen sind die Makrostickyfrachten der einzelnen Größenklassen im Vergleich der Summen von Zu- und Auslauf dargestellt.



Fazit

Im V1 wird deutlich, dass die Sekundärstickybildung durch Erhöhung der Fixiermitteldosierung unterdrückt werden kann.

Während es im Ist- Zustand (V0) zwischen Zu- und Auslauf zu signifikanten Erhöhungen der Frachten im Partikelgrößenbereich zwischen 100 und 1500 µm kam, wurden im V1 nach der Erhöhung der Dosierung keine Änderungen deutlich.

Reproduziert werden kann dies durch den tendenziell identischen Verlauf der Grafiken im V0 und V2, in denen die Dosierungen des Fixiermittels gleich waren.

Die Unterdosierung des Fixiermittels ist also im V0 bzw. V2 die Ursache für die Sekundärstickybildung. Allerdings war die Fixiermittelinduzierte Sekundärstickybildung sehr gering und lag im Mittel von V0 und V2 dicht an der Nachweisgrenze.

Die deutliche Verschiebung des PCD Werte (siehe 7.1.1) insbesondere im V0 in Richtung Neutralpunkt ist von vielen Betreibern beabsichtigt, mit dem Ziel der Einstellung eines konstanten Ladungsniveaus im konstanten Teil. Damit ist allerdings auch eine erhöhte Wahrscheinlichkeit zur Stickyagglomeration gegeben.

Bewertung der Retentionsmittelinduzierten Sekundärstickyquelle

Erwartungen

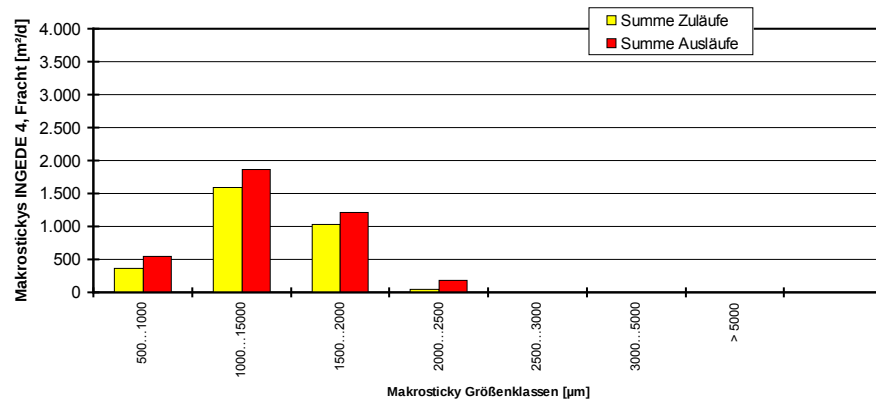
Die Verringerung der Retentionsmitteldosierung um ca. 12% in V1 sollte den Einfluss des Retentionsmittels auf die Sekundärstickybildung prüfen.

Zu erwarten war eine Verringerung der Retention, welche den Gehalt an kolloidalen Partikeln und Mikrostickys im SW1 erhöht. Die daraus folgende Anreicherung von kolloidalen Partikeln und Mikrostickys im Hauptstoffstrom könnte dann zu einer Sekundärstickybildung im Bereich der Retentionsmitteldosierung führen.

Makrosticky Partikelgrößenverteilung

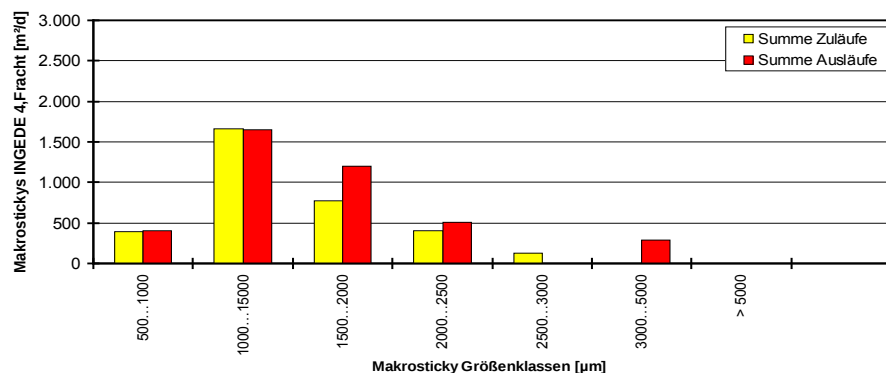
In den folgenden Diagrammen sind die Makrostickyfrachten der einzelnen Größenklassen im Vergleich der Summen von Zu- und Auslauf dargestellt.

V0: B4 Retentionsmittel



Signifikante Erhöhungen wurden in allen dargestellten Größenklassen gemessen.

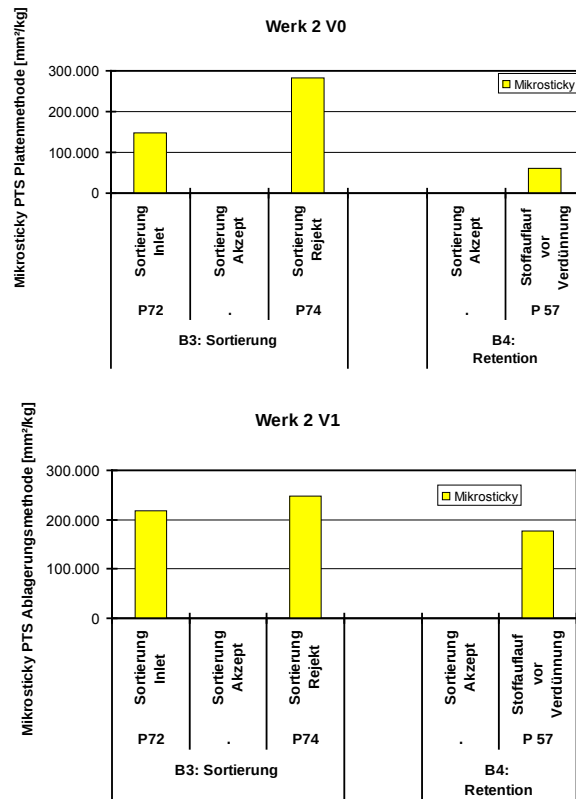
V1: B4 Retentionsmittel



Signifikante Erhöhungen im Bereich zwischen 1500 und 5000 µm. Die Gesamtfracht stieg im V0 um 766 m²/d und im V1 um 676 m²/d.

Mikrostickys

Im Folgenden sind die Mikrostickybeladungen nach der PTS Plattenmethode zwischen Sortierer Zulauf und Stoffauflauf vor Verdünnungswasser dargestellt.



In beiden Varianten sind deutliche Reduzierungen zwischen Sortierer Zulauf und Stoffauflauf ohne Verdünnungswasser erkennbar. Weiterhin ist die Eingangsbeladung im V1 deutlich höher als im V0.

Fazit

Die Grammatur wurde von 110 g/m² im V0 auf 90 g/m² im V1, bei erhöhter Bahngeschwindigkeit, gesenkt.

Signifikante Erhöhungen aller dargestellten Größenklassen in V0 und zwischen 1500 µm und 5000 µm im V1 belegten die Sekundärstickybildung. Eine Erhöhung der durchschnittlichen Partikelgröße zwischen Sortierung und Stoffauflauf wurde nur im V1 von 0,35 mm² auf 0,39 mm² gemessen.

Der gemessene Anstieg in den Makrostickyfrachten beider Varianten konnte auf ungewollte Reaktionen zwischen kolloidalen Partikeln und Mikrostickys, aus dem Verdünnungswasser sowie dem durch SW1 angereicherten Hauptstoffstrom, mit dem Retentionssystem zurückgeführt werden.

Die höhere Mikrostickyeingangsbeladung im V1 belegt die Anreicherung von kolloidalen Partikeln und Mikrostickys im SW1, als Folge der verringerten Retention. Der mit SW1 verdünnte Hauptstoffstrom erfuhr somit ebenfalls eine Anreicherung mit Mikrostickys und kolloidalen Partikeln.

Die signifikanten Abnahmen der Mikrostickybeladungen nach der PTS Ablagemethode zwischen Sortierer Zulauf und Stoffauflauf bestätigen die additivbedingten Agglomerationen (siehe auch 7.2.2/ Größenklassenverteilung).

Vor dem Hintergrund der erzielten Ergebnisse erscheint es sinnvoll die Gesamtretention zu erhöhen. Interessant wäre es in diesem Zusammenhang folgende Varianten zu prüfen:

- Die Erhöhung der Dosiermenge des Retentionsmittels.
- Ein Wechsel des Dosierortes vor die Sortierstufe.
- Der Einsatz eines zusätzlichen kurzketigen Fixiermittels. Beispielsweise in die Mischbütte.
- Ein zweistufiges Retentionssystem, kombiniert aus Mosaik- und Brückenbildner.

Bewertung der Stoffverdünnung**Erwartungen**

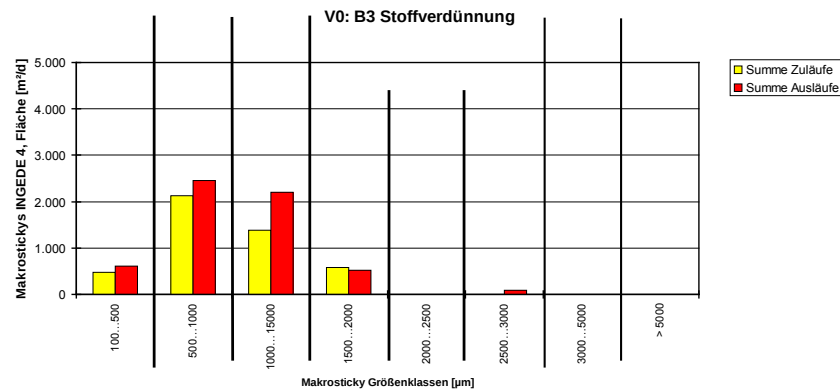
Mit der Bilanzierung der Verdünnungsstufe sollte der Einfluss, der mit dem SW1 eingetragenen Kolloidalen Partikel und Mikrostickys sowie unverbrauchtem Additiven, auf die Sekundärstickybildung geprüft werden. Eine Erhöhung der Makrostickyfrachten am Auslauf der Stoffverdünnung könnte eine Sekundärstickybildung, verursacht durch unverbrauchte Additive im Siebwasser oder im Hauptstoffstrom, belegen.

Weiterhin könnten Veränderungen der Additivdosierstrategien (vor diesem Bereich), durch eventuell bessere Fixierungen an der Faseroberfläche, Einfluss auf den Umfang der Sekundärstickybildung nehmen.

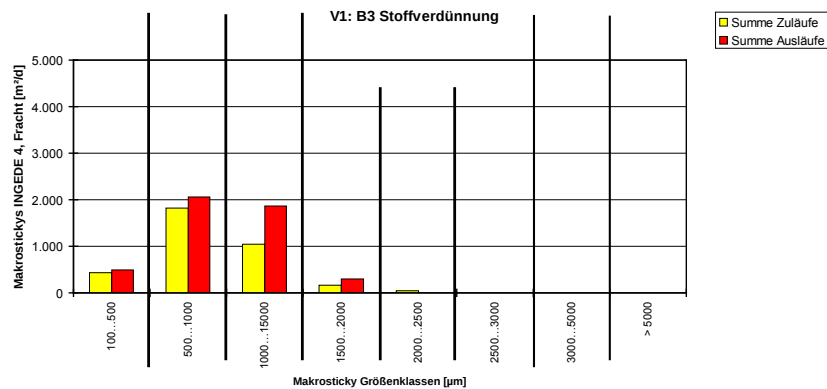
Eine Veränderung des pH- Wertes war ebenfalls zu erwarten.

Makrosticky Partikelgrößenverteilung

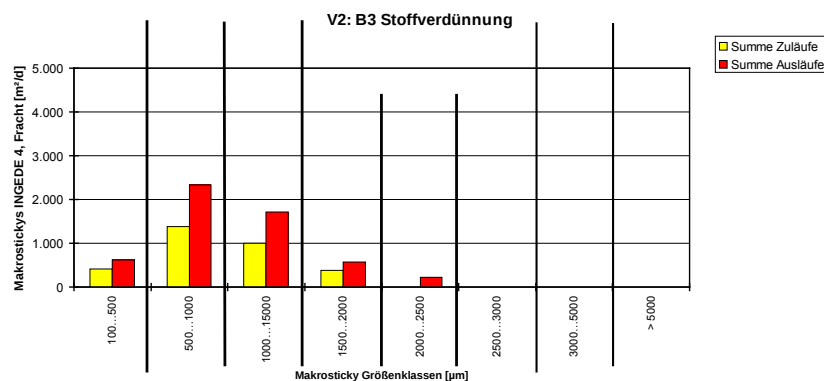
In den folgenden Diagrammen sind die Makrostickyfrachten der einzelnen Größenklassen im Vergleich der Summen von Zu- und Auslauf dargestellt.



Signifikante Erhöhungen waren vor allem im Größenklassenbereich bis 1500 µm messbar.



Deutliche Erhöhungen wurden im Bereich bis 2000 µm gefunden.



Signifikante Erhöhungen in den Frachten wurden bis zu einer Partikelgröße von 2500 µm gefunden.

Fazit

Die signifikanten Erhöhungen der Frachten aller Partikelgrößen belegen die Agglomeration von kollidalen Partikeln und Mikrostickys in allen drei Varianten.

Im SW1 wurde sicherlich kolloidales Material, Mikrostickys und unverbrauchtes Retentionsmittel 2 zurück geführt. Die Kombination der unverbrauchten Additive Fixiermittel/ Bentonit/ Retentionsmittel 2 führten vermutlich zur Bildung neuer stabiler Makrosticky-Agglomerate. Die Erhöhung der durchschnittlichen Partikelgröße in allen Varianten von 0,32 mm² auf 0,37 mm² belegt die Agglomeration.

In allen Varianten sind geringfügige Erhöhungen des pH- Wertes zwischen Maschinenbütte und Auslauf Entlüftung zu beobachten.

Weiterhin wird der Einfluss der Dosierstrategie deutlich.

	V0	V1	V2
Erhöhung der gesamten Makrostickyfracht (Sekundärstickybildung)	+41%	+30%	+65%

In V1 drängt die erhöhte Fixiermittelmenge die Sekundärstickybildung im Vergleich zu V0 zurück. Dies deutet auf eine verbesserte Fixierung an der Faser-oberfläche hin. Das Gegenteil stellt sich in V2 ein, hier bewirkt der Dosierortwechsel des Retentionsmittel 1 eine Erhöhung gegenüber V0, womit der Einfluss des Additivs auf die Agglomeration bestätigt ist. Interessant wäre an dieser Stelle eine Untersuchung bei komplettem Verzicht auf Additivdosierungen.

8.2 Empfehlung zum Nachweis von Sekundärstickyquellen in der Praxis

8.2.1 Bilanzierungen von Sekundärstickyquellen

Probenahmestategie

Besteht der Verdacht einer Sekundärstickybildung, wird die Festlegung von Bilanzräumen um Dosierorte von chemischen Additiven empfohlen. Beprobte werden müssen alle erforderlichen Zu- und Ausläufe des Bilanzraumes, um eine geschlossene Stoff-/ Wasser Bilanz erstellen zu können.

Stoff-/ Wasserbilanz

Über die Erfassung der Stoffdichte und Volumenströme aller Zu- und Ausläufe eines Bilanzraumes kann eine geschlossene Stoff-/ Wasser Bilanz erstellt werden. Weiterhin können anhand der gemessenen Stickybeladungen und der Stoffströme die Stickyfrachten ermittelt werden.

Somit ist es möglich tatsächliche Veränderungen in den Stickyfrachten innerhalb des Bilanzraumes aufzuzeigen.

Makrostickybilanz

Ein Anstieg im Vergleich zwischen Summe Zuläufe und Summe Ausläufe der Makrostickyfrachten, weist hier auf eine Sekundärstickybildung in Form von Agglomerationen hin.

Die Ergebnisse des Projektes haben gezeigt, dass zuverlässige Aussagen über Verschiebungen innerhalb der Makrostickyfraktion derzeit nur durch Messungen nach der Methode INGEDE Nr. 4 getroffen werden können.

Die Makrostickyfraktion stellt deshalb momentan die aussagekräftigste Fraktion bezüglich der Sekundärstickybildung dar.

Mikrostickybilanz

Messungen mit der PTS Plattenmethode haben gezeigt, dass das Schadpotential der Mikrostickys deutlich geringer ist als der Gesamtgehalt nach der DMF Extraktion Schwarzbandfilter. Demnach lässt sich nur mit der Ablagerungsmethode der tatsächliche Gehalt an Mikrostickys (im Sinne von Klebrigkeit) bestimmen. Weiterhin ist es möglich auf diese Weise Differenzierungen zwischen Agglomerationen, Fixierungen und Redispergierungen sowohl im Mikrosticky- als auch im Makrosticky Bereich zu treffen (siehe 8.1).

Ergänzend: Gehalt an kolloidalen Substanzen

Kolloidale Stickys können bei Zugabe von chemischen Additiven wie Fixiermittel und Retentionsmittel, insbesondere von kurzkettigen Additiven mit hoher spezifischer Ladung, an die Papierfaser fixiert oder zu Mikrostickys bzw. Makrostickys agglomerieren. Durch Bildung der Differenz zwischen Extrakt Membranfilter und Extrakt Schwarzbandfilter ist die Erfassung von kolloidalen Substanzen möglich. Auf diese Weise können Verschiebungen durch Agglomerationen in den Mikrosticky- und Makrostickybereich aber auch Redispergierungen in den kolloidalen Bereich ermittelt werden.

Bedeutung des Extraktverfahrens

Im DMF Extrakt Schwarzbandfilter ändert sich generell nur etwas, wenn zusätzlich Kolloidmaterial fixiert/agglomeriert wurde oder wenn bereits fixiertes/agglomeriertes Kolloidmaterial wieder abgelöst wurde. Eine Differenzierung zwischen fixiertem und agglomeriertem Material ist derzeit nicht möglich. Auf Grund der gleichzeitigen Erfassung von Makrostickys und Mikrostickys, ist im DMF Extrakt die Wahrnehmung von Verschiebungen (im Sinne von Agglomerationen und Redispergierungen) zwischen beiden Fraktionen ebenfalls nicht möglich.

8.2.2 Schnellmethode auf NIR Basis nach PTS

Methode nach PTS

Messungen in der industriellen Praxis an DIP- Stoffen ergaben in der Vergangenheit zufriedenstellende Ergebnisse, und kommen auch dort schon zur Anwendung.

Im Verpackungspapierbereich wurden im Zuge dieses Projekts erstmalig Messungen auf der Kalibrierbasis von DIP Stoffen durchgeführt. Entsprechend sind die Korrelationen mit dem DMF Extrakt momentan noch nicht zufriedenstellend, und erfordern weiteren Entwicklungsbedarf.

Geplant sind weitere Kalibrierungen auf der Basis von Verpackungspapieren, um in Zukunft auch in diesem Bereich eine Schnellmethode, als Ersatz für den DMF Extrakt, in der Praxis anwenden zu können.

8.2.3 Schnellmethode auf NIR Basis nach Millvision

MVStick 620 als Ersatz für andere Mikrostickymessmethoden

Zu Beginn der Untersuchungen stellte sich die Frage, ob der durch Millvision entwickelte Prototyp MVStick620 als gleichwertiger Ersatz für andere Mikrostickymessmethoden eingesetzt werden kann. Im Moment existieren eine Reihe unterschiedlicher Methoden, die sich grob in zwei Gruppen aufteilen lassen; Methoden die die Schadwirkung der Stickys berücksichtigen (Ablagerungsmessungen) und Methoden die die absolute Stickybelastung messen (z.B. Extraktionsmessungen). Da die NIR-Messung eine optische Methode ist, kann diese nur in die Reihe der Mikrostickymessungen eingeordnet werden, die die absolute Stickybelastung messen. Millvision hat sich dazu entschlossen als Referenzwert einen modifizierten Extraktionswert heranzuziehen, weil hiermit das gesamte potential klebender Verunreinigungen eingeschlossen wird. Als Referenzwert wurde das DCM-Extrakt einer stark angesäuerten Probe verwendet. Durch die starke Ansäuerung kommt es zu einer Fällung der kolloidalen potentiell klebenden Substanzen. Somit ist der gemessene Wert als „totales Stickypotential“ (Summe Mikrostickys und kolloidale Stickys) zu bezeichnen und nicht direkt mit einem reinen DCM-Extrakt zu vergleichen. Auch wenn sich der absolute Wert nicht direkt mit einer der vielen herkömmlichen Messmethoden vergleichen lässt, zeigen die Ergebnisse in der Praxis deutlich, dass bei einer Untersuchung in einer Papierfabrik Veränderungen an kritischen Stellen im System mit dem MVStick620 sichtbar gemacht werden können.

MVStick 620 als Tool für die Stickybilanzierung

Aus diesem Grund wurden die ermittelten Messwerte für eine Bilanzierung herangezogen um zu beurteilen wie weit sich eine NIR-Schnellmessung als Alternative zur herkömmlichen Extraktion (in diesem Fall mit DMF) eignet. Die Ergebnisse von Werk 1 zeigen deutlich, dass an den Stellen an denen eine Reduzierung des totalen Stickypotentials zu sehen ist, gleichzeitig eine Erhöhung der Makrostickys zu messen ist, was auf eine Sekundärstickyquelle hindeutet.

Dieser Effekt wurde auch schon in der Vergangenheit bei Systemuntersuchungen, die Millvision (teilweise auch in Zusammenarbeit mit der PTS) in anderen Papierfabriken durchgeführt hat, beobachtet. In Werk 2 sind die Ergebnisse weniger deutlich. Hier sind an zwei Stellen (Stoffverdünnung und Retentionsmitteldosierung) Veränderungen des totalen Sekundärstickypotentials zu sehen – allerdings in positiver und negativer Richtung. Die Makrostickymessung zeigt jedoch, dass nur an einer dieser beiden Stellen (Retentionsmitteldosierung) zu einer Sekundärstickybildung kommt.

Fazit

Die Methode der Stickybilanzierung ist aus folgenden zwei Gründen kritisch zu betrachten.

Erstens wird derzeit immer das Gesamt- Stickypotenzial (Mikrostickys + potentielle Sekundärstickys) gemessen, solange die Proben nicht vorher filtriert und damit fraktioniert wurden. Makrostickys werden vermutlich nur zu einem kleinen Anteil erfasst. Da die Messwerte lt. MVSTICK620 immer über 1,5 %, meist sogar über 2,0 % Stickygehalt lagen, ist eine Detektierung einer Agglomeration zu neuen Makrostickys über eine Reduzierung des NIR- Messwertes nicht gesichert möglich. Selbst bei einer angenommenen extremen Sekundärstickybildung von 5.000 mm²/kg ergibt sich nur ein rechnerischer Unterschied im NIR-Wert von ca. 0,05 %. Diese Abweichung liegt jedoch eindeutig im Bereich der Messwertschwankung der NIR-Messung.

Zweitens beruht das Messprinzip für Makrostickys (INGEDE Methode Nr. 4) und das Messprinzip für Mikrostickys (Extraktion) auf zwei völlig verschiedene Mechanismen. Die INGEDE Methode Nr. 4 beruht auf der Schadwirkung der klebenden Verunreinigungen (als auf der Klebrigkeit), mit der Extraktion wird eine absolute Stickybeladung gemessen. Diese zwei völlig verschiedenen Prinzipien machen einen Vergleich der beiden Fraktionen (Makro- und Mikrostickys) schwierig.

Im Projekt wurde im Werk 1 eine eindeutige Verringerung des NIR- Stickywertes bei einer gleichzeitigen Erhöhung der Makrostickyfläche nach INGEDE Nr. 4 gemessen. Dieser Zusammenhang konnte im Werk 2 jedoch nicht bestätigt werden.

Die Bilanzierung ist also komplexer und die Sekundärstickybildung ist nicht nur abhängig von Frachten, sondern auch von der Klebrigkeit der Stickys, die durch Prozessumstände wie Leitfähigkeit, Ladung, Störstoffe, usw. beeinflusst werden. Damit sollte der MVSTICK620, unter Berücksichtigung des Ablagerungsverhalten und der Prozessbedingungen, noch weiter auf seine Plausibilität hin überprüft werden.

Alleine mit dem MVStick 620 ist eine Identifizierung von Sekundärstickyquellen nicht möglich. Es muss immer noch eine Makrostickymessung durchgeführt werden um die Schadwirkung der klebenden Verunreinigungen sicher zu bestimmen. Der Messaufwand bei einer Systemanalyse könnte zukünftig durch den Einsatz des MVSTICK620 deutlich reduziert werden, da das Messergebnis sofort zur Verfügung steht. Die aufwendige und gesundheitsgefährdende Extraktionsmessung könnte entfallen.

Durchführende Forschungsstelle

Forschungsstelle: Papiertechnische Stiftung
Institut für Zellstoff und Papier – PTS-IZP, Heidenau
Pirnaer Straße 37
01809 Heidenau

Forschungsstelle 2: Millivision GmbH
Münchner Straße 204r
85757 Karlsfeld

Forschungsstelle 3:

Leiter der Forschungsstelle: Dr. A.-B. Kerkhoff
Leiter Kompetenzzentrum: Dr. J. Kappen
Projektleiter: Dipl.-Ing. M. Malchin
Laufzeit 01.02.2008 - 31.01.2009

Literaturverzeichnis

- 1 www.klebstoffe.com
- 2 Hamann, L.
Stickys im Altpapier - Definitionen, Quellen, Auswirkungen
PTS-Seminarreihe „Bekämpfung und Vermeidung von Stickys“, Tagungsband (2007)
- 3 Faul, A.; Hanecker, E.
Aktivitäten der INGEDE zur verbesserten Stickykontrolle in Papierfabriken
PTS-Seminarreihe „Bekämpfung und Vermeidung von Stickys“, Tagungsband (2007)
- 4 N.N.
Begriffsbestimmungen von Stickys
Zellcheming Arbeitsblatt RECO, 1/2003
- 5 Baumann, P.; Esser, A.; Rübenacker M.; Kuhn, J.
Optimierter Fixiermitteleinsatz zur Steigerung der Produktivität
Wochenblatt für Papierfabrikation, Nr. 22 (2002), S. 1504ff
- 6 Johannson, H.; Wikman, B.; Lindström, E.; Österberg, F.
Detection and Evaluation of Micro-Stickies
Progress in Paper Recycling, Nr. 2 (2003), S. 4-11
- 7 Delagoutte, T.; Kumar, S.
Stickies balance: an efficient tool to improve your process efficiency
PTS/CTP Deinking Symposium2008, Conference book
- 8 de Jong, R. L.
Agglomeration of Microstickies
Progress in paper recycling, No. 3 (2005), p. 40-42
- 9 Hamann, L.
Messung von Makro- und Mikrostickys in Kreislaufwässern als Basis für Prozessoptimierungen
PTS-Analytiktag, München 03/06; Tagungsband
- 10 Venditti, R. A.; etc.
Evaluation of various adhesive contaminant (stickies) analysis methods: Tracking stickies
concentrations across unit operations in old corrugated container recycling plants
Progress in Paper Recycling, No. 2 (2005), p. 9-19
- 11 Pigorsch, E.
EU-Projekt ECOTARGET
Präsentation zum Projektmeeting, Krefeld, April 2008
- 12 Mönnigmann, R.; Schwarz, M.
Abwasserfreie Papierfabrik – Traum oder Alptraum
Das Papier, Nr. 6 (1998), S. 357f
- 13 Lascar, A.
Trends in deinking system design
6th Advanced Training Course on Deinking Technology, Grenoble, March 2003
Conference Book

- 14 Esser, A.; Blum, R.; Kuhn, J.; Leduc, M.
Neue Entwicklungen auf dem Gebiet der Störstoffbekämpfung mit Polyvinylaminen
Wochenblatt für Papierfabrikation, Nr. 10 (2004), S. 535ff
- 15 Rauch, R.
Produktions- und Qualitätsstörungen durch hohe Gasgehalte – Symptomatik,
Nachweis und Behebung an Fallbeispielen
PTS-Seminar, Betriebsstörungen erfolgreich bekämpfen – Trouble Shooting in der
Papiererzeugung und –veredelung, München 2003, Tagungsband
- 16 Schabel, S.; Schädler, V.; Rienecker, R.
Scherbeanspruchung von Polymeren im Kosnsten Teil – eine exemplarische Betrachtung
Internationale Papierwirtschaft, Nr. 7 (2004), S. T112ff
- 17 Borschke, D.; Schwarz, M.
Systemanalyse und Prozessoptimierung – eine Serviceleistung von Voith Sulzer
Das Papier, Nr. 6 (1998)
- 18 Kannegießer, D.; Tresch, R.; Arnold, J.
Die Aufgaben von Retentionsmitteln und Stoffentlüftern bei der Blattbildung
Wochenblatt für Papierfabrikation, Nr. 7 (1994)
- 19 Blasius, K.; Hanecker, E., Klein, R.
Bewertung von Ablagerungen bildeneden Substanzen in Altpapierstoffen und Filtraten
Veröffentlichung zum Abschlussbericht AIF 14139B, www.ptspaper.de
- 20 Prüfung von Klebstoffen auf ihre Neigung zur Bildung von Ablagerungen in Papiermaschinen-
Trockenpartien
Methodenbeschreibung
www.ingede.com
- 21 Pigorsch, E.
Retentionsbewertung durch spektroskopische Quantifizierung von Inhaltsstoffen nach zeitnaher
Aufbereitung von Suspensionsproben
Veröffentlichung zum Abschlussbericht AIF 14410BR, www.ptspaper.de

Anhang

Anlage 1

Messwerte Werk 1

Werk1														
Probenahmen 22.05. und 23.05.08		Variante 0												
WPR (TL 2) 100 g/m²														
Probe	Bezeichnung	Temp	pH-Wert	Leitfähigkeit	Stoffdichte	PCD	Makrostickys Fläche	Makrostickys durchschnittl. Partikelgröße	DCM Extrakt	DMF Extrakt	Stickys kolloidal (DMF-Extrakt Filterkuchen 0,45 µm Membran)	DMF Extrakt NIR-PTS (Stoffkuchen)	DCM Extrakt NIR-Milvision (Suspension)	Ablagerungen Mikrostickys
		[°C]	[-]	[mS/cm]	[%]	[µec/l]	[mm²/kg]	[mm²]	[%]	[%]	[%]	[%]	[%]	[mm²/kg]
P 0	Lochsartierung Zulauf	43	6,67	3,16	3,44		15.389	0,57		2,69			2,38	
P 1	Stapelturm LF Zulauf	42	6,70	2,27	14,00	-223	6.374	0,36	0,68	2,64	0,15		0,75	43.774
P 1a	Eindickung LF Dickstoff Auslauf (nur V2)													
P 2	Mischrohr LF (Decke) Zulauf	43	6,59	2,85	4,90	-106	7.368	0,35	0,84	2,45			1,68	
P 3	Mischbütte Decke Auslauf	43	6,80	2,72	4,90	-99	5.716	0,41	1,00	2,89	0,64		2,05	
P 4	Maschinenbütte Decke Auslauf	42	6,77	2,66	3,90		5.917	0,32		2,85			1,95	
P 6	Filterhilfsstoff	43	6,75	2,78	4,80	-97	6.574	0,31	0,73	2,54			1,69	
P 7	Dickstoff Scheibenfilter	41	6,79	2,51	4,90	-88	4.639	0,33	1,01	3,19			1,84	
P 8	Entlüftung Decke Auslauf	41	6,94	2,70	1,02	-98	6.415	0,37	0,79	3,61		3,19	2,60	
P 9	Sortierung Decke Zulauf	41	7,05	2,73	1,02	-88	5.339	0,40	1,47	3,72		3,29	2,93	
P 10	Stoffauflauf Decke	42	7,18	2,70	1,03	-96	4.020	0,33	1,09	3,60		3,27	2,67	42.727
P 12	Filterhilfsstoff	41	7,17	2,70	1,40		8.912	0,88		2,97		2,71	2,45	
P 20	(nach Entschäumer)	42	7,20	2,76	0,29	-86	64	0,07	1,71	7,04			8,73	
P 21	Rückwasser	41	7,04	2,73	0,15	-73	123	0,11		8,97			18,00	

Werk1																		
Probenahmen 22.05. und 23.05.08																		
WPR (TL 2) 100 g/m²		Variante 1																
		Temp	pH-Wert	Leitfähigkeit	Stoffdichte	PCD	Makrostickys Fläche	Makrostickys durchschnittl. Partikelgröße	DCM Extrakt	DMF Extrakt	Stickys kolloidal (DMF-Extrakt	DMF Extrakt NIR-PTS (Stoffkuchen)	DCM Extrakt NIR-Milvision (Suspension)	Ablagerungen Mikrostickys				
Probe	Bezeichnung																	
		[°C]	[-]	[mS/cm]	[%]	[µec/l]	[mm²/kg]	[mm²]	[%]	[%]	[%]	[%]	[%]	[%]	[mm²/kg]			
P 0	Lochsortierung Zulauf	45	7,04	2,81	3,44		16.431	0,72		3,01				2,35				
P 1	Stapelturm LF Zulauf	44	6,89	2,13	14,00	-160	6.394	0,30	0,75	2,27	0,19			0,73	103.004			
P 1a	Eindickung LF Dickstoff Auslauf (nur V2)																	
P 2	Mischrohr LF (Decke) Zulauf	44	6,89	2,56	4,90	-104	6.094	0,29	0,81	2,40				1,78				
P 3	Mischbütte Decke Auslauf	43	6,87	2,42	4,90	-104	4.822	0,32	0,96	3,00	0,21			1,95				
P 4	Maschinenbütte Decke Auslauf	42	6,85	2,39	3,90		5.154	0,32		2,86				2,02				
P 6	Filterhilfsstoff	44	6,80	2,36	4,80	-111	5.852	0,30	0,76	2,36				1,82				
P 7	Dickstoff Scheibenfilter	42	6,98	2,23	4,90	-113	4.578	0,29	1,01	3,24				1,82				
P 8	Entlüftung Decke Auslauf	41	6,90	2,38	1,02	-102	5.150	0,37	0,12	3,45		3,34		2,50				
P 9	Sortierung Decke Zulauf	42	7,05	2,42	1,02	-111	4.876	0,35	1,50	3,81		3,42		2,91				
P 10	Stoffauflauf Decke	43	7,15	2,40	1,03	-141	3.505	0,31	0,22	4,13		3,42		2,58	30.718			
P 12	Filterhilfsstoff)	41	7,15	2,39	1,40		5.438	0,39		2,76		3,17		2,74				
		0																
P 20	(nach Entschäumer)	42	7,14	2,46	0,29	-71	57	0,07	1,65	7,33				8,08				
P 21	Rückwasser	42	7,04	2,40	0,15	-163	97	0,13	2,57	8,35				15,12				

Werk1														
Probenahmen 22.05. und 23.05.08														
WPR TL 2) 100 g/m²		Variante 2												
		Temp	pH-Wert	Leitfähigkeit	Stoffdichte	PCD	Makrostickys Fläche	Makrostickys durchschnittl. Partikelgröße	DCM Extrakt	DMF Extrakt	Stickys kolloidal (DMF-Extrakt)	DMF Extrakt NIR-PTS (Stoffkuchen)	DCM Extrakt NIR-Millivision (Suspension)	Ablagerungen Mikrostickys
Probe	Bezeichnung													
		[°C]	[-]	[mS/cm]	[%]	[µec/l]	[mm²/kg]	[mm²]	[%]	[%]	[%]	[%]	[%]	[mm²/kg]
							0,0							
P 0	Lochsortierung Zulauf	45	7,01	3,34	3,44	-173	12.415	0,47		3,08			2,15	
P 1	Stapelturm LF Zulauf Eindückung LF Dickstoff Auslauf (nur V2)	43	7,03	1,81	14,00	-173	5.577	0,31	0,80	4,68	1,14		0,71	33.487
P 1a		43	7,08	0,88				0,34	1,04	3,11			0,64	
P 2	Mischrohr LF (Decke) Zulauf	45	7,02	3,02	4,90	-110	6.000	0,29	0,90	2,39			1,58	
P 3	Mischbütte Decke Auslauf Maschinenbütte Decke Auslauf	43	6,92	2,70	4,90	-110	4.778	0,31	1,01	2,73	0,44		1,97	
P 4		42	6,89	2,50	3,90		4.658	0,32		3,02			1,93	
P 6	Filterhilfsstoff	44	6,83	2,95	4,80	-103	6.000	0,31	0,86	1,87			1,74	
P 7	Dickstoff Scheibenfilter	42	7,12	2,57	4,90	-108	3.672	0,28	1,19	3,27			1,76	
P 8	Entlüftung Decke Auslauf	42	7,10	2,54	1,02	-87	5.964	0,36	1,35	3,71		3,30	2,16	
P 9	Sortierung Decke Zulauf	41	7,12	2,73	1,02	-92	5.467	0,37	1,62	3,68		3,31	2,43	
P 10	Stoffauflauf Decke	40	7,25	2,75	1,03	-69	3.778	0,32	1,75	3,71		3,33	2,36	25.639
P 12	Filterhilfsstoff)	40	7,26	2,74	1,40		5.583	0,37		2,36		3,11	2,57	
P 20	(nach Entschäumer)	41	7,34	2,90	0,29	-95	104	0,08	1,72	6,97			8,79	
P 21	Ruckwasser	42	7,11	2,81	0,15	-77	299	0,10		9,11			21,45	

PTS-Forschungsberichte

Anlage 2

Messwerte Werk 2

Werk 2											
Probenahmen 13.10. bis 15.10.											
Wellenstoff 110 g/m ²		Variante 0									
Probe	Bezeichnung	Stoff- dichte	PCD	Makrostickys Fläche	Makrostickys durchschnittl. Partikelgröße	DCM Extrakt	DMF Extrakt	Stickys kolloidal (DMF- Extrakt	DMF Extrakt NIR PTS (Filter-	DCM Extrakt (NIR Millivision) Suspension	Ablagerungen Mikrostickys
		[%]	[µec/l]	[mm ² /kg]	[mm ²]	[%]	[%]	[%]	[%]	[%]	[mm ² /kg]
P 54	Fraktio; Kurzfaserbütte B06	4,49	-66	2.870	0,40		1,76		2,87	1,89	
P 55	Fraktio; Langfaserbütte B07	4,98	-89	8.736	0,38		2,16		2,65	1,68	
P 56	Mischbütte B31 Akzept	4,01	-75	3.365	0,32		2,58		3,12	2,10	
P 57	PM; Stoffauflauf ohne Verdünnungswasser	1,21	-72	2.674	0,29	1,24	3,45	0,31	3,32	2,32	60.519
P 60	PM; Papier	93,93		295	0,16		2,64		2,55		
P 69	SW 2	0,32	-90	87	0,08	2,23	6,56		5,23	8,67	
P 71	SW1 Turm B41 Akzept (stoffseitig)	1,32	-88	2.422	0,30	1,16	3,51		3,32	2,07	
P 72	Sortierung Inlet	1,25	-85	2.183	0,30	1,11	3,19	0,35	3,46	2,02	148.635
P 74	Sortierung Rejekt	1,31	-76	2.719	0,32	1,19	3,66	1,01	3,49	1,92	282.823
P 75	Verdünnungswasser Stoffauflauf	0,43	-94	101	0,10	2,10	7,04		5,25	6,53	
P 76	SW1 Rinne nach Entschäumer und Entlüfter	0,27	-84	126	0,13	2,23	6,20		4,88	10,49	
P 77	Randstreifen	23,69		4.191	0,38		1,78		2,72		
P 78	Rejekt Sortierung Verdünnungswasser	0,26	-90	137	0,08	2,01	7,33		4,22	10,23	
P 79	Akzept Bütte B 41.15 (Teil des Rejektzulaufs)	1,17	-86	2.493	0,34		2,92		3,48	2,22	
P 80	Akzept Bütte B 41.15 (Teil des Sorter-Akzeptzulaufs)	0,94	-80	2.253	0,31		3,68		3,50	2,68	
P 81	Fangstoff Faserrückgewinnung	4,40	-81	6.593	0,39		2,54		3,47	1,97	
P 82	Akzept 2.+3. Sortierstufe	1,19	-84	2.033	0,28		3,13		3,44	2,08	
P 83	Filterhilfsstoff Faserrückgewinnung	4,75	-122	9.043	0,38		1,97		2,71	1,83	
P 84	Inlet 3. Sortierstufe	0,74	-128	2.465	0,38		4,00		3,86	3,81	
P 85	Bioschlamm	1,96	-94	3.484	0,18		2,07		4,80	3,86	
P 86	Akzept 3. Sortierstufe	0,69	-76	2.041	0,40		3,93		3,86	3,85	

Probe P77: DMF Extrakt Messwert = 1,78%
 Korr. Wert = 2,35% (Korrektur über Asche-Retention)

Werk 2											
Probenahmen 13.10. bis 15.10.											
Wellenstoff 110 g/m ²		Variante 1									
Probe	Bezeichnung	Stoff- dichte	PCD	Makrostickys Fläche	Makrostickys durchschnittl. Partikelgröße	DCM Extrakt	DMF Extrakt	Stickys kolloidal (DMF- Extrakt	DMF Extrakt NIR PTS (Filter- kuchen)	DCM Extrakt (NIR Millivision) Suspension	Ablagerungen Mikrostickys
		[%]	[µec/l]	[mm ² /kg]	[mm ²]	[%]	[%]	[%]	[%]	[%]	[mm ² /kg]
P 54	Fraktio; Kurzfaserbütte B06	4,91	-97	2024	0,24		2,03		2,79	1,69	
P 55	Fraktio; Langfaserbütte B07	4,80	-117	10131	0,36		2,48		2,74	1,73	
P 56	Mischbütte B31 Akzept	4,08	-96	2990	0,33		2,09		3,01	2,04	
P 57	PM; Stoffauflauf ohne Verdünnungswasser	1,19	-85	2922	0,39	1,17	3,18	0,17	3,53	2,36	177.409
P 60	PM; Papier	93,86		493	0,23		2,72		2,59		
P 69	SW 2	0,52	-64	105	0,12	2,09	5,79		5,26	5,25	
P 71	SW1 Turm B41 Akzept (stoffseitig)	1,31	-84	2393	0,31	1,14	3,22		3,41	2,16	
P 72	Sortierung Inlet	1,16	-76	2448	0,35	1,09	3,31	0,44	3,57	2,23	217.434
P 74	Sortierung Rejekt	1,26	-91	2672	0,34	1,12	3,44	0,57	3,50	1,97	247.624
P 75	Verdünnungswasser Stoffauflauf	0,35	-76	129	0,14	2,24	6,91		5,15	7,81	
P 76	SW1 Rinne nach Entschäumer und Entlüfter	0,32	-88	84	0,10	2,26	5,17		5,12	9,04	
P 77	Randstreifen	25,05		4138	0,31		1,49		2,57		
P 78	Rejekt Sortierung Verdünnungswasser	0,30	-87	98	0,08	1,88	5,86		4,65	9,72	
P 79	Akzept Bütte B 41.15 (Teil des Rejektzulaufs)	1,12	-83	2612	0,35		3,87		3,58	2,31	
P 80	Akzept Bütte B 41.15 (Teil des Sorter-Akzeptzulaufs)	0,92	-89	1909	0,31		3,00		3,52	2,79	
P 81	Fangstoff Faserrückgewinnung	4,89	-88	6292	0,38		2,60		3,56	1,79	
P 82	Akzept 2.+3. Sortierstufe	1,14	-81	1851	0,26		3,17		3,52	2,24	
P 83	Filterhilfsstoff Faserrückgewinnung	4,96	-119	9747	0,37		2,64		2,71	1,66	
P 84	Inlet 3. Sortierstufe	0,71	-87	1766	0,29		8,92		4,08	3,76	
P 85	Bioschlamm	1,67	-83	4124	0,30		2,05		4,83	4,42	
P 86	Akzept 3. Sortierstufe	0,69	-86	1783	0,30		4,27		4,05	4,00	

Probe P77: DMF Extrakt Messwert = 1,49%
Korr. Wert = 2,10% (Korrektur über Asche-Retention)

Anlage 3

Messwerte Werk 3

Werk 3														
Probenahmen 11.11. bis 13.11.08		Variante 0												
Testliner 3 100 g/m²														
Probe	Bezeichnung	Temp	pH-Wert	Leitfähigkeit	Stoffdichte	PCD	Makrostickys Fläche	Makrostickys durchschnittl. Partikelgröße	DCM Extrakt	DMF Extrakt	Stickys kolloidal (DMF-Extrakt Filterkuchen 0,45 µm Membran)	DMF Extrakt NIR PTS (Filterkuchen)	DCM Extrakt (NIR Millivision) Suspension	Ablagerungen Mikrostickys
		°C	[-]	[mS/cm]	[%]	[µec/ml]	[mm²/kg]	[mm²]	[%]	[%]	[%]	[%]	[%]	[mm²/kg]
P 7	Flotatschlamm	39	6,81	2,22	4,09	-183	201	0,10		3,79			2,42	
P 10	Mischbütte (Bütte B10)	41	6,56	3,05	4,82	-82	31.515	0,62	0,85	1,43	1,85	3,13	1,76	237.204
P 11	Cleanerung Decke, Gutstoff	43	6,87	2,78	1,24	-70	28.214	0,72	1,24	4,06		3,27	4,40	
P 12	Cleanerung Rücken, Gutstoff	42	6,96	2,81	1,24	-54	29.911	0,73	1,33	3,79		3,24	4,87	
P 13	Stoffauflauf Decke	43	6,96	2,81	0,85	-63	3.733	0,38	1,10	3,69	0,65	3,40	2,72	344.098
P 14	Stoffauflauf Rücken	42	6,89	2,79	0,85	-46	5.922	0,47	1,12	3,97	0,16	3,15	2,83	325.540
P 16	Leimpresse, Akzept, Fertigpapier				94,82		863	0,26		2,91				
P 17	SW1 Decke	43	7,09	2,83	0,22	-61	2.506	0,47	2,01	7,23		4,55	9,15	
P 18	SW2 Grundschrift	43	7,01	2,85	0,18	-72	1.463	0,18	2,30	7,02		4,71	12,97	
P 21	(Akzept Betriebswassertank)	41	6,96	2,62	0,01	-60			1,37	15,63				
P 22	Klarfiltrat Scheibenfilter	39	7,18	2,58	0,02	-64				13,46				
P 23	Trübfiltrat Scheibenfilter	41	7,13	2,85	0,01	-64				17,34				
P 26	SW2 Decke	43	7,09	2,88	0,24	-60	191	0,19	2,00	7,87			9,17	
P 27	SW1 Grundschrift	42	6,83	2,86	0,66	-80	26.302	0,65	1,35	4,33			3,71	
P 29	Klarwasser Krofta fein	39	6,95	2,87	0,37	-59				5,53			7,46	
P 30	Scheibenfilter, Gutstoff	40	6,78	2,76	9,55	-53	147.499	0,79		2,58				
P 31	Fangstoff Konustrenner	41	7,10	2,84	0,19	-89	836	0,10		9,51			12,05	
P 32	Zulauf Krofta	42	7,08	2,84	0,24	-84	2.123	0,51		8,22			9,88	
P 33	Zulauf Scheibenfilter	43	7,17	2,86	0,18	-73	221	0,10		10,58			12,79	
P 34	Zulauf Sortierung Decke	44	6,99	2,78	0,84	-49	26.477	0,69	1,28	3,19			2,88	
P 36	Rejekt Sortierung Decke	41	7,12	2,70	1,82	-57	961.222	0,74		9,39			4,56	
P 37	Zulauf Sortierung Rücken	41	6,79	2,82	1,01	-51	25.782	0,73	1,29	2,67			2,58	
P 39	Rejekt Sortierung Rücken	40	7,02	2,83	1,00	-63	1.099.011	0,75		11,99			9,92	
P 40	Zulauf Cleanerung Decke	44	6,92	2,68	1,41	-65	28.193	0,59	1,29	3,18			2,06	
P 41	Rejekt Cleanerung Decke	42	6,84	2,53	9,20	-54	78.796	0,34		5,21				
P 42	Zulauf Cleanerung Rücken	41	6,85	2,64	1,70	-75	36.707	0,72	1,25	3,75			4,81	
P 43	Rejekt Cleanerung Rücken	44	6,84	2,26	11,83	-70	59.442	0,29		5,30				
P 44	Randstreifen				24,13		4.133	0,48		2,57				
P 45	Akzept Mischbütte nach Fixiermittel	41	6,63	2,75	3,92	-62	27.850	0,59	1,18	2,96			2,21	
P 46	Scheibenfilterzulauf gemischt	40	6,97	2,77	0,83	-56	172.531	0,89		4,69			2,77	
P 47	Filterhilfsstoff	41	6,92	2,49	3,81	-67	139.622	0,85		3,94			2,29	

Probe P10: DMF Extrakt Messwert = 1,43%
Korr. Wert = 3,13% (Korrektur über Asche-Retention)

Probe P34: DMF Extrakt Messwert = 3,19%
Korr. Wert = 4,06% (Korrektur über Tendenz DCM- Wert)

Probe P37: DMF Extrakt Messwert = 2,67%
Korr. Wert = 3,79% (Korrektur über Tendenz DCM- Wert)

Probe P40: DMF Extrakt Messwert = 3,18%
Korr. Wert = 3,75% (Korrektur über Tendenz DCM- Wert)