



Hochschule für Angewandte Wissenschaften Hamburg
Hamburg University of Applied Sciences

Hochschule für angewandte Wissenschaften Hamburg

Fakultät Life Sciences

**Untersuchung der Trenneigenschaften von Gummigranulat-Fasergemischen
bei Verwendung der Druckentspannungsflotation**

Bachelorarbeit

im Studiengang Verfahrenstechnik

vorgelegt von

Grit Schöne

Matrikelnummer: 2047614

in Hamburg

am 19. Dezember 2014

Gutachter: Prof. Dr. Martin Geweke

(HAW-Hamburg)

Gutachter: Dipl.-Ing. Roland Bücke

(HAW-Hamburg)

Die Abschlussarbeit wurde betreut im verfahrenstechnischen Labor der HAW-Hamburg.

Eidesstattliche Erklärung

Ich versichere, dass ich die vorliegende Arbeit ohne fremde Hilfe selbstständig verfasst und nur die angegebenen Hilfsmittel benutzt habe. Wörtlich oder dem Sinn nach aus anderen Werken entnommene Stellen sind unter Angabe der Quelle kenntlich gemacht.

(Unterschrift, Ort, Datum)

Inhaltsverzeichnis

Abbildungsverzeichnis.....	7
Tabellenverzeichnis.....	11
Symbolverzeichnis.....	13
1 Einleitung und Aufgabenstellung	15
2 Allgemeine und theoretische Grundlagen	17
2.1 Altreifenrecycling	17
2.1.1 Allgemeines zum Altreifenrecycling	17
2.1.2 Zusammensetzung und Eigenschaften der Bestandteile von Altreifen	19
2.2 Charakterisierung und Beschreibung von Partikeln	22
2.3 Grundlagen der Flotation	23
2.3.1 Allgemeines Funktionsprinzip und Anwendungen der Flotation	23
2.3.2 Druckentspannungsflotation.....	28
2.3.3 physikalisch/chemische Grundlagen der Luftanlagerung an Feststoffoberflächen...	30
2.3.4 Flotationshilfsmittel.....	32
3 Das Ausgangsmaterial	35
3.1 Grobgranulat	35
3.2 Mittelgranulat.....	37
3.3 Feingranulat.....	38
4 Experimentelle Untersuchungen.....	39
4.1 Aufbau der Flotationsanlage	39
4.2 Vorversuche.....	42
4.2.1 Charakterisierung des Ausgangsmaterials	42
4.2.2 Versuche zur Benetzbarkeit der Granulate	43
4.2.3 Aufnahme der Pumpenkennlinien der Umlaufpumpe.....	44
4.2.4 Bestimmung der Blasengröße	44
4.2.5 Bestimmung des Luftgehaltes in der Kontaktzone.....	45
4.3 Versuchsparameter und durchgeführte Versuchsreihen.....	45
4.4 Versuchsdurchführung	46
4.4.1 Versuchsablauf	46
4.4.2 Nachbehandlung der gewonnenen Fraktionen.....	48
5 Ergebnisse und Diskussion	49
5.1 Vorversuche.....	49

5.1.1	Charakterisierung des Ausgangsmaterials	49
5.1.2	Versuche zur Benetzbarkeit der Granulate.....	51
5.1.3	Aufnahme der Pumpenkennlinien	53
5.1.4	Bestimmung der Blasengröße.....	54
5.1.5	Bestimmung des Luftgehaltes in der Kontaktzone	56
5.2	Diskussion der Vorversuche	57
5.3	Flotieren der einzelnen Größenklassen des Ausgangsmaterials	60
5.4	Flotieren des Grobmaterials	63
5.4.1	bei verschiedenen Konzentrationen an Tensid.....	63
5.4.2	bei unterschiedlichen Volumenströmen des Druckwassers.....	64
5.4.3	bei unterschiedlichen Volumenströmen des Druckwassers und ohne Vorbenetzung.....	66
5.4.4	bei unterschiedlichen Drücken im Druckbehälter	69
5.4.5	bei unterschiedlichen Verweilzeiten in der Kontaktzone	70
5.5	Diskussion der Flotationsversuche	73
6	Zusammenfassung und Ausblick.....	77
	Literaturverzeichnis	79
	Anhang A.....	81
	Anhang B.....	99

Abbildungsverzeichnis

Abbildung 1: Querschnitt eines Stahlgürtelreifens [6]	19
Abbildung 2: Beispiel einer Verteilungssumme	22
Abbildung 3: Struktur eines Zweiphasenschaums [15, S. 354]	24
Abbildung 4: regelmäßige Anordnung einer Kugelpackung	26
Abbildung 5: Aufbau eines mechanischen Flotationsapparates [11, S. 242]	27
Abbildung 6: Aufbau eines pneumatischen Flotationsapparates [11, S. 242]	27
Abbildung 7: Schema einer Druckentspannungsflotationsanlage aus der Abwasseraufbereitung [19, S. 190]	29
Abbildung 8: Luftblasengröße in Abhängigkeit des Sättigungsdrucks [19, S. 192]	30
Abbildung 9: Kontaktwinkel Θ [20, S. 451]	31
Abbildung 10: Benetzung von a) kleinen und b) großen Partikeln [15, S. 155]	31
Abbildung 11: Ablauf einer Partikel-Blase-Kollision [21, S. 217]	32
Abbildung 12: Ausgangsmaterial a) Feingranulat b) Mittelgranulat c) Grobgranulat	35
Abbildung 13: Gummipartikel im Grobgranulat	35
Abbildung 14: Fasermaterial des Grobgranulats	36
Abbildung 15: Partikel mit Vergrößerung	37
Abbildung 16: Partikel des Mittelgranulats	37
Abbildung 17: Partikel des Feingranulats	38
Abbildung 18: Schematische Darstellung der Flotationsanlage	39
Abbildung 19: Flotationsbecken während eines Versuches	40
Abbildung 20: Schaum mit Partikeln; a) gesamte Schaumschicht, b) einzelnes Partikel	41
Abbildung 21: Partikelgrößenverteilung der Granulate im RRSB-Netz	49
Abbildung 22: Faseragglomerate aus der Siebung des Grobgranulats	50
Abbildung 23: Benetzung des Feinmaterials mit Wasser; a) nach Auffüllen mit Wasser, b) nach Rühren	52
Abbildung 24: Benetzung des Feingranulats; von links nach rechts: mit reinem Wasser, mit Tensidlösung (TWEEN 20), mit Tensidlösung (Spülmittel)	52
Abbildung 25: Benetzung des Feingranulats; von links nach rechts: mit reinem Wasser, mit wenig Ethanol und Wasser, mit viel Ethanol und Wasser	53
Abbildung 26: Pumpenkennlinien für verschiedene Leistungsaufnahmen	54
Abbildung 27: Blasengröße in Abhängigkeit des Überdrucks bei einer Pumpenleistung von 40 %	54
Abbildung 28: Blasengröße in Abhängigkeit des Überdrucks bei einer Pumpenleistung von 50 %	55
Abbildung 29: Blasengröße in Abhängigkeit des Überdrucks bei einer Pumpenleistung von 60 %	55
Abbildung 30: Blasengröße bei verschiedenen Überdrücken und einer Pumpenleistung von 60 %	56
Abbildung 31: Massenbilanzen in Abhängigkeit der Korngröße der Granulate	60
Abbildung 32: Bilder des Grobgranulats; a) Schaumprodukt, b) Rückstand	62
Abbildung 33: Mikroskopaufnahmen des Mittelgranulats; a) Schaumprodukt, b) Rückstand	62
Abbildung 34: Mikroskopaufnahmen des Feingranulats; a) Schaumprodukt, b) Rückstand	62
Abbildung 35: Massenbilanzen in Abhängigkeit der Tensidkonzentration	63
Abbildung 36: Massenbilanzen in Abhängigkeit des Volumenstroms des Druckwassers	64

Abbildung 37: Massenanteile von Faser- und Gummimaterial nach der Flotation mit einem Volumenstrom von 0,795 l/min, mit Vorbenetzung durch Ethanol	66
Abbildung 38: Massenbilanzen in Abhängigkeit des Volumenstroms des Druckwassers und ohne die Vorbenetzung mit Ethanol	67
Abbildung 39: Ausschnitte des getrockneten Materials nach der Flotation, exemplarisch für die Versuchsreihe mit Variation des Volumenstroms ohne die Vorbenetzung durch Ethanol; a) Schaumprodukt, b) Rückstand	68
Abbildung 40: Massenanteile von Faser- und Gummimaterial nach der Flotation mit einem Volumenstrom von 0,795 l/min, ohne Vorbenetzung mit Ethanol	68
Abbildung 41: Massenbilanzen in Abhängigkeit des Überdrucks im Druckbehälter	69
Abbildung 42: Massenbilanzen in Abhängigkeit der Verweilzeit in der Kontaktzone	71
Abbildung 43: getrocknetes Material auf Sieben; Feingranulat der Versuchsreihe mit verschiedenen Granulaten	81
Abbildung 44: getrocknetes Material auf Sieben; Mittelgranulat der Versuchsreihe mit verschiedenen Granulaten	82
Abbildung 45: getrocknetes Material auf Sieben; Grobgranulat der Versuchsreihe mit verschiedenen Granulaten	83
Abbildung 46: getrocknetes Material auf Sieben; Flotation des Grobgranulats; Versuchsreihe mit verschiedenen Konzentrationen an Tensid; (Tensidkonzentration 0,2332 g/l)	84
Abbildung 47: getrocknetes Material auf Sieben; Flotation des Grobgranulats; Versuchsreihe mit verschiedenen Konzentrationen an Tensid; (Tensidkonzentration 0,0972 g/l)	85
Abbildung 48: getrocknetes Material auf Sieben; Flotation des Grobgranulats; Versuchsreihe mit verschiedenen Konzentrationen an Tensid; (Tensidkonzentration 0,0405 g/l)	86
Abbildung 49: getrocknetes Material auf Sieben; Flotation des Grobgranulats; Versuchsreihe mit verschiedenen Volumenströmen des Druckwassers (Volumenstrom: 0,465 l/min)	87
Abbildung 50: getrocknetes Material auf Sieben; Flotation des Grobgranulats; Versuchsreihe mit verschiedenen Volumenströmen des Druckwassers (Volumenstrom: 0,639 l/min)	88
Abbildung 51: getrocknetes Material auf Sieben; Flotation des Grobgranulats; Versuchsreihe mit verschiedenen Volumenströmen des Druckwassers (Volumenstrom: 0,795 l/min)	89
Abbildung 52: getrocknetes Material auf Sieben; Flotation des Grobgranulats; Versuchsreihe mit verschiedenen Volumenströmen des Druckwassers ohne Vorbenetzung durch Ethanol (Volumenstrom: 0,465 l/min)	90
Abbildung 53: getrocknetes Material auf Sieben; Flotation des Grobgranulats; Versuchsreihe mit verschiedenen Volumenströmen des Druckwassers ohne Vorbenetzung durch Ethanol (Volumenstrom: 0,639 l/min)	91
Abbildung 54: getrocknetes Material auf Sieben; Flotation des Grobgranulats; Versuchsreihe mit verschiedenen Volumenströmen des Druckwassers ohne Vorbenetzung durch Ethanol (Volumenstrom: 0,795 l/min)	92
Abbildung 55: getrocknetes Material auf Sieben; Flotation des Grobgranulats; Versuchsreihe mit verschiedenen Überdrücken des Druckwassers (Überdruck: 3,2 bar)	93
Abbildung 56: getrocknetes Material auf Sieben; Flotation des Grobgranulats; Versuchsreihe mit verschiedenen Überdrücken des Druckwassers (Überdruck: 3,8 bar)	94
Abbildung 57: getrocknetes Material auf Sieben; Flotation des Grobgranulats; Versuchsreihe mit verschiedenen Überdrücken des Druckwassers (Überdruck: 4,4 bar)	95

Abbildung 58: getrocknetes Material auf Sieb; Flotation des Grobgranulats; Versuchsreihe zur Verweilzeit; Schaumprodukt 1 entstanden zwischen 0 und 3 Minuten _____	96
Abbildung 59: getrocknetes Material auf Sieb; Flotation des Grobgranulats; Versuchsreihe zur Verweilzeit; Schaumprodukt 2 entstanden zwischen 3 und 6 Minuten _____	96
Abbildung 60: getrocknetes Material auf Sieb; Flotation des Grobgranulats; Versuchsreihe zur Verweilzeit; Schaumprodukt 3 entstanden zwischen 6 und 11 Minuten _____	97
Abbildung 61: getrocknetes Material auf Sieb; Flotation des Grobgranulats; Versuchsreihe zur Verweilzeit; Schaumprodukt 4 entstanden zwischen 11 und 21 Minuten _____	97
Abbildung 62: getrocknetes Material auf Sieb; Flotation des Grobgranulats; Versuchsreihe zur Verweilzeit; Rückstand nach 21 Minuten _____	98

Tabellenverzeichnis

Tabelle 1: Auf dem US-Markt eingeführte Altreifenprodukte [3, S. 185]	18
Tabelle 2: Mengenanteile von Reifenkomponenten [3, S. 184]	20
Tabelle 3: Übersicht über die in PKW-Reifen verwendeten Kunstfaseranteile an der Gesamtfasermenge	20
Tabelle 4: Daten der verwendeten Flotationsanlage	41
Tabelle 5: Bestimmung des Faseranteils nach DIN CEN/TS 14243	49
Tabelle 6: Anteile charakteristischer Partikelklassen des Grobgranulats	50
Tabelle 7: ermittelte Dichten charakteristischer Partikelklassen des Grobgranulats	51
Tabelle 8: gemessener Luftinhalt des milchigen Wassers	56
Tabelle 9: Versuchsparameter und gewogene Massen für die Flotation der verschiedenen Granulatgrößen	61
Tabelle 10: Versuchsparameter und gewogene Massen für die Flotation mit verschiedenen Tensidkonzentrationen	64
Tabelle 11: Versuchsparameter und gewogene Massen für die Flotation mit verschiedenen Volumenströmen	65
Tabelle 12: Massen des Faser- und Gummianteils nach der Flotation mit einem Volumenstrom von 0,795 l/min, mit Vorbenetzung durch Ethanol	66
Tabelle 13: Versuchsparameter und gewogene Massen für die Flotation mit verschiedenen Volumenströmen ohne Vorbenetzung mit Ethanol	67
Tabelle 14: Massen des Faser- und Gummianteils nach der Flotation mit einem Volumenstrom von 0,795 l/min, ohne Vorbenetzung durch Ethanol	69
Tabelle 15: Versuchsparameter und gewogene Massen für die Flotation mit verschiedene Überdrücken	70
Tabelle 16: Versuchsparameter und gewogene Massen für die Flotation mit unterschiedlichen Verweilzeiten	71
Tabelle 17: Messwerte aus der Siebanalyse	99
Tabelle 18: Messwerte und Berechnungsergebnisse für die Pumpenkennlinien und die Blasengrößen	100

Symbolverzeichnis

Symbol	Bezeichnung	Einheit
A_G	Fläche	[m ²]
d_G	Durchmesser einer Gasblase	[m]
d_p	Durchmesser eines Partikels	[m]
g	Erdbeschleunigung	[m/s ²]
h	Höhe	[m]
k	Henry-Koeffizient	[bar]
n	Anzahl der Luftblasen	[-]
p_i	Partialdruck eines Gases i	[bar]
S	Oberfläche eines Partikels	[m ²]
t	Zeit	[s]
V_G	Volumen einer Gasblase	[m ³]
V_p	Volumen eines Partikels	[m ³]
x_i	Stoffmengenanteil einer Komponente i	[-]
η	dynamische Viskosität des Wassers	[kg/ms]
ρ_{Fl}	Dichte der Flüssigkeit	[kg/m ³]
ρ_G	Dichte des Gases	[kg/m ³]
ρ_p	Dichte des Partikels	[kg/m ³]

1 Einleitung und Aufgabenstellung

Bei der stofflichen Verwertung von Altreifen sollten deren einzelne Bestandteile, Gummi, Fasern und Stahl, möglichst sortenrein voneinander getrennt werden. Die Abtrennung des Stahls ist aufgrund seiner ferromagnetischen Eigenschaften schon sehr gut realisierbar. Übrig bleibt ein Gemisch aus Gummigranulat und Fasern, welche noch voneinander zu trennen sind. Die Abtrennung der Fasern ist wichtig für die Weiterverwertung des Gummis als Sekundärrohstoff. Wie aus Expertenkreisen bekannt ist, können beispielsweise durch zu viele Fasern im Granulat die Eigenschaften des neuen Produkts negativ beeinflusst werden. Weiterhin können die Fasern während der Verarbeitung spontan Agglomerate bilden und so möglicherweise Pumpen und Rohrleitungen verstopfen. Ein anderer Aspekt ist, dass das Gummigranulat, welches aus dem Recyclingprozess stammt, mit einem Neugummigranulat konkurriert und die gleiche Optik bieten muss, um Akzeptanz beim Käufer zu generieren.

Gegenwärtig findet die Bestimmung des Massenanteils der enthaltenen Fasern nach der in DIN CEN/TS 14243 beschriebenen Methode statt. Wie aus Fachkreisen bekannt, liefert diese Methode nicht immer ein zufriedenstellendes Ergebnis.

Daraus ergeben sich zwei Fragestellungen.

- Können, durch den Einsatz der Flotation als Trennmethode, Gummipartikel und Fasern voneinander getrennt werden.
- Kann durch Verwendung der Flotation der Faseranteil eines Gummi-Fasergemisches bestimmt werden.

Die vorliegende Arbeit beschäftigt sich im Wesentlichen mit der Untersuchung der Trennleistung einer Druckentspannungsflotationsanlage. Die Anlage wird auf ihre verschiedenen Parameter und Einflussgrößen hin untersucht. Dies sind Parameter wie Druckwasservolumenstrom und Betriebsüberdruck, sowie die Verweilzeit in der Flotationszone. Andere Einflussgrößen, welche die Flotation bestimmen, werden ebenfalls untersucht. Dies sind beispielsweise die Chemikalienkonzentration und die Vorbehandlung des Materials mit benetzend wirkenden Mitteln. Ebenfalls untersucht wird, ob sich der Einsatz verschiedener Größenklassen an Gummigranulat-Fasergemischen auf die Trennleistung auswirkt. Nach durchgeführter Flotation erfolgt dann eine qualitative und an ausgewählten Stellen auch eine quantitative Auswertung der Ergebnisse.

Die für die vollständige Bearbeitung benötigten Vorversuche, wie die Bestimmung der wesentlichen Anlagenparameter oder die charakterisierenden Eigenschaften des Ausgangsmaterials, werden ebenfalls dargelegt.

2 Allgemeine und theoretische Grundlagen

2.1 Altreifenrecycling

2.1.1 Allgemeines zum Altreifenrecycling

Die Masse an Altreifen, die in Deutschland 2012 anfiel, betrug ca. 600.000 Tonnen. Diese Menge hat sich in den letzten 20 Jahren nicht wesentlich verändert [1, S. 72].

Altreifen kann man auf verschiedene Weise weiter verwerten. Es besteht z.B. die Möglichkeit, die ausgemusterten Reifen einem anderen Zweck zuzuführen. Sie werden beispielsweise im Ganzen auf Spielplätzen in Spielgeräten verbaut, oder sie dienen als Abdeckung für Silageanlagen in der Landwirtschaft [1, S. 198]. Die Verwendung alter Autoreifen als Material für Schuhsohlen ist ein Ansatz, der aus Afrika stammt. Die hergestellten Schuhe werden unter dem Namen „soleRebels“ über das Internet auch weltweit vertrieben [2].

Eine weitere Möglichkeit ist die Runderneuerung. Dabei bekommen die Reifen, welche eine intakte Karkasse aufweisen, eine neue Lauffläche. Dieses Verfahren ist speziell bei der Aufarbeitung von LKW-Reifen verbreitet. Dabei kann ein LKW-Reifen bis zu drei Mal runderneuert werden. Es sind etwa 42 Prozent der verkauften LKW-Reifen runderneuert. Bei PKW-Reifen liegt dieser Anteil bei nur etwa 12 Prozent. Aus Sicherheitsgründen sollte dieses Verfahren beim PKW-Reifen nur einmal angewendet werden [1, S. 570].

Den größten Anteil an der Verwertung von Altreifen stellt heute die Energetische Verwertung [3, S. 186]. Dies ist deshalb attraktiv, da der Heizwert von Gummi je nach Zusammensetzung bei 25.000 bis 30.000 kJ/kg liegt. Damit entspricht er in etwa dem Heizwert der Steinkohle [1, S. 570]. Dabei werden die Reifen, wie beim werkstofflichen Recycling auch, zerkleinert und wenn nötig von ihren Stahlkomponenten befreit. Die Stärke der Zerkleinerung richtet sich dabei nach dem zu befeuernden Ofen. Wichtige Kriterien liefern dazu die Art der Brennstoffzufuhr oder die Verweilzeit des Brennstoffes in der Brennkammer. Die zuvor abgetrennte Stahlkomponente wird nicht thermisch verwertet und kommt als Altmetall wieder in den Stoffkreislauf. Ein Sonderfall, bei dem die vorherige Zerkleinerung der Altreifen entfällt, stellt die Zementindustrie dar. Die dort zum Einsatz kommenden Drehrohröfen sind groß genug, um ganze Autoreifen als Brennstoff zu verwenden [3, S. 186ff]. Dieses Vorgehen erspart die Zerkleinerungsarbeit [1, S. 570] und das sich aus dem Stahl bildende Eisenoxid stellt für das Endprodukt Zement keine Qualitätsminderung dar [3, S. 186].

Die stoffliche Verwertung von Kunststoff kann unterteilt werden in eine rohstoffliche Verwertung und eine werkstoffliche Verwertung. Bei der rohstofflichen Verwertung von Kunststoffen wird das vorhandene Material dabei durch Wärme und/oder Chemikalien aufgespalten. Dabei werden die bestehenden Makromoleküle zerstört. Als Beispiele sind die Hydrolyse, die Pyrolyse und die Vergasung zu nennen. Die werkstoffliche Verwertung beschreibt die Gewinnung des Materials als solches. Dabei bleiben die vorhandenen Makromoleküle erhalten. Die eingesetzten Methoden sind oft rein mechanischer Natur und haben ein möglichst sortenreines Endprodukt zum Ziel [3, S. 163].

Die Pyrolyse gehört zur rohstofflichen Verwertung. Dabei werden Kohlenwasserstoffe unter Luftausschluss erhitzt. Bei 600 – 800 °C zerfallen die langkettigen und vernetzten Moleküle, und

es bilden sich wasserstoffreiche Gase und Öle sowie wasserstoffarme Rückstände wie Koks und Ruß. Das sich bildende Mengenverhältnis hängt sehr stark von den eingesetzten Kunststoffen ab. Bei der Pyrolyse von Gummi, dem Hauptbestandteil eines Reifens, bildet sich ein hoher Anteil von Koks. Das aromatenreiche Pyrolyseöl ist für eine chemische Weiterverarbeitung grundsätzlich geeignet. Meist dient die Pyrolyse aber nur als Vorstufe für eine anschließende Vergasungsreaktion, da die entstandenen Produkte homogener in ihrem Aufbau und in ihrer Zusammensetzung sind. Dadurch lässt sich die Vergasung leichter reaktionstechnisch kontrollieren. Bei dieser Reaktion entsteht durch unvollständige Verbrennung ein Gasgemisch aus Wasserstoff und Kohlenmonoxid. Dieses kann als Synthesegas in der chemischen Industrie benutzt oder als Brenngas für eine energetische Nutzung verwendet werden [3, S. 192ff].

Bei der werkstofflichen Verwertung im Allgemeinen besteht das Ziel darin, die verbauten Werkstoffe möglichst sortenrein voneinander zu trennen. Das Kriterium der Sortenreinheit ist wichtig, da Verunreinigungen zum Teil großen Einfluss auf die Eigenschaften der hergestellten Produkte haben können oder sich negativ auf den weiteren Verarbeitungsprozess auswirken [1, S. 631ff].

Die drei Hauptbestandteile eines Reifens – Gummi, Stahl und Kunstfasern – sind in diesem fest miteinander verbunden und nicht einfach voneinander lösbar. Durch mehrere Zerkleinerungsstufen wird der Reifen nach und nach genügend aufgeschlossen. Dabei wird durch einen aufgegebenen Luftstrom in jeder Stufe schon ein Teil der Kunstfasern entfernt. Zwischen zwei Stufen wird der jeweils aufgeschlossene Anteil des Stahls mit Hilfe von Magnetscheidern aus dem Gemisch entfernt. Zusätzlich kommen für die Abtrennung des Fasermaterials auch Lufttrentische und Rütteltische zum Einsatz [3, S. 184ff].

Tabelle 1: Auf dem US-Markt eingeführte Altreifenprodukte [3, S. 185]

Name der Qualität	Größenbereich der Gummipartikel
Shreds	50 – 300 mm
Chips mit Draht	10 – 50 mm
Chips zu 95 % drahtfrei	10 – 50 mm
Granules	1 – 10 mm
Crumb Rubber Material (CRM) Coarse	0,42 – 2 mm
Crumb Rubber Material (CRM) Fine	0,18 – 0,42 mm
CRM Powder	0,075 – 0,18 mm
CRM Powder Super Fine	< 0,075 mm

Grundsätzlich gibt es bei der Zerkleinerung von Gummi zwei verschiedene Verfahren. Dies sind zum einen die Kaltmahlung und zum anderen die Warmmahlung. Bei der Kaltmahlung wird das Material mit Hilfe von flüssigem Stickstoff soweit abgekühlt, dass es spröde wird und bei der Beanspruchung in der Mühle glasartig zerbricht. Die Warmmahlung findet bei Umgebungstemperatur statt und benötigt für die Zerkleinerung mehr Stufen als die Kaltmahlung. Eine vierstufige Zerkleinerung ist dabei die Regel. Durch die elastische Verformbarkeit des Gummis ist ein hoher Energieaufwand für die Zerkleinerung erforderlich. Zudem werden die Bauteile stark belastet und der Verschleiß ist dementsprechend hoch. Die bei der Warmmahlung entstandenen Gummipartikel haben im Vergleich zur Kaltmahlung eine größere spezifische Oberfläche. Diese wird dadurch hervorgerufen, dass das Material durch die bei der Zerkleinerung herrschenden Scherkräfte auseinandergerissen wird. Dadurch entstehen raue Oberflächen. Diese wirken

sich bei einer Weiterverarbeitung günstig auf die Bindungsfähigkeit der Partikel aus. Die durch die Zerkleinerung und Aufbereitung entstandenen Gummiprodukte werden durch ihre Größe und ihre Inhaltsstoffe klassifiziert [3, S. 184ff]. Eine Übersicht über einige Qualitäten liefert Tabelle 1.

Die Einsatzgebiete für die Gummimehle und Granulate richten sich dabei nach der Art der Vermahlung, der Reinheit, der Nachbehandlung und der Größe der Gummipartikel. Die Partikel werden dabei entweder über eine Gummibindung oder durch ein zusätzliches Bindemittel miteinander vernetzt [3, S. 185]. Als Beispiele können hier Beläge für Sport- und Spielplätze, sowie die Beimischung zu Neugummi genannt werden. Zum Teil werden Gummimehle- und Granulate auch nur als Füllstoffe verwendet. Dies wird im Straßenbau bei gummimodifiziertem Bitumen angewendet [4, S. 74ff]. Zudem kann Gummi mit anderen Polymeren vermischt und extrudiert werden [3, S. 186].

2.1.2 Zusammensetzung und Eigenschaften der Bestandteile von Altreifen

Ein Reifen besteht hauptsächlich aus den drei Komponenten Stahl, Textilfasern und Gummikomponenten. Reifen werden je nach Einsatzgebiet als PKW-, LKW-, oder Flugzeugreifen den bestehenden Anforderungen bestmöglich angepasst. Dies geschieht durch die Verwendung unterschiedlicher Gummisorten, den Einsatz verschiedenster Chemikalien und Füllstoffe oder die Reifenbauart. Bei PKWs werden heutzutage nur Stahlgürtelreifen verwendet [5, S. 5ff]. Der grundsätzliche Aufbau eines Stahlgürtelreifens ist in Abbildung 1 dargestellt.

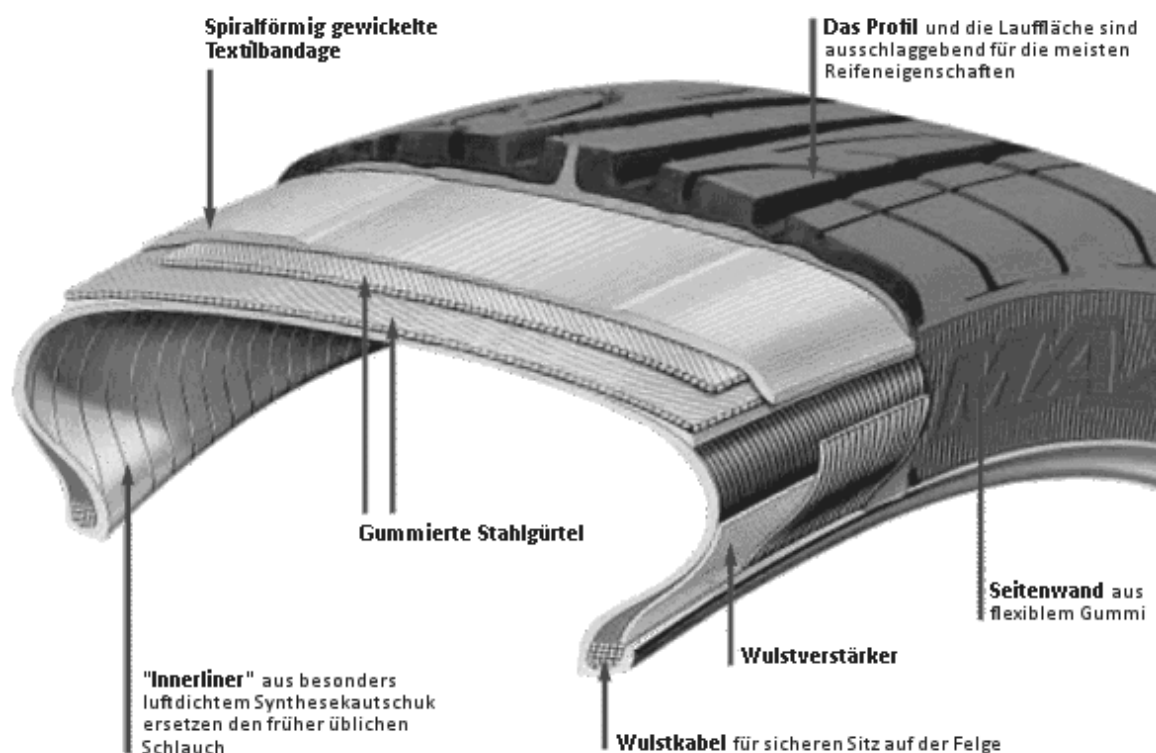


Abbildung 1: Querschnitt eines Stahlgürtelreifens [6]

Eine Übersicht über die Mengenanteile der einzelnen Komponenten liefert Tabelle 2. Die dortigen Angaben liefern nur einen groben Richtwert und können je nach Reifenart, Reifenhersteller und Modell schwanken.

Tabelle 2: Mengenanteile von Reifenkomponenten [3, S. 184]

Reifenbestandteil	Mengenanteil (PKW-Reifen) [%]	Mengenanteil (LKW-Reifen) [%]
Naturkautschuk	22	30
Synthesekautschuk	23	15
Füllstoffe (Ruß, Kreide,...)	28	20
Kunstfasern	5	1
Stahldraht	13	25
Zinkoxid, Öle, Fettsäuren, Wachs, Additive	10	10

Der Stahl wird dabei als Verstärkungsmaterial eingesetzt, um dem Reifen eine bessere Festigkeit zu geben. Dies geschieht vor allem in Bereich unterhalb der Lauffläche in Form eines Stahlcordgewebes und im Bereich des Kerns in Form von Stahldrahtringen. Stahlgewebe und Stahldraht sind dabei gummiert, also von einer Gummischicht ummantelt, im Reifen verbaut [5, S. 6ff].

Die für die Abtrennung des Stahls wichtigste Eigenschaft ist sein Ferromagnetismus. Dadurch ist der Einsatz von Magnetscheidern für die Sortierung möglich. Eine Dichte von $7,8 \text{ g/cm}^3$ sorgt dafür, dass auch dichte-basierte Trennungsmethoden angewandt werden können. Notwendig für beide Trennverfahren ist die vorherige Zerkleinerung des Reifens, um einen genügend großen Aufschluss des Materials zu erreichen [1, S. 24ff].

Die Anteile der verwendeten Faserarten für einen PKW-Reifen sind in Tabelle 3 dargestellt. Chemisch hergestellte Fasern, sogenannte Endlofasern, werden oft auch als Filament bezeichnet. Das im Reifen verwendete Fasermaterial, wird auch als Textilcord oder Zwirn bezeichnet und besteht aus einer Vielzahl von Filamenten.

Tabelle 3: Übersicht über die in PKW-Reifen verwendeten Kunstfaseranteile an der Gesamtfasermenge

Faserart [7]	Mengenanteil [%] [7]	Dichte [g/cm^3] [8, S. 36]
Viskose	50	1,52
Polyester	30	1,38
Polyamid	20	1,14

Viskose wird auch als Rayon oder Kunstseide bezeichnet und wird als Kunstfaser klassifiziert, obwohl sie aus natürlich vorkommenden Rohstoffen produziert wird. Sie besteht aus Zellulose, einem pflanzlichen Rohstoff, und wird mit Hilfe von Chemikalien so behandelt, dass eine spinnbare Faser entsteht. Die Viskosefasern können durch eine weitere chemische Behandlung oder die Änderung des Querschnitts in ihren textilen Eigenschaften modifiziert werden. So setzt man für spezielle Anwendungen beispielsweise Flammenschutzmittel zu [8, S. 102ff].

Fasern aus Polyester haben eine sehr hohe Reißfestigkeit und einen hohen Schmelzpunkt. Dieser liegt bei ca. $250 \text{ }^\circ\text{C}$, kann aber je nach Typ auch höher liegen. Zudem sind die Fasern scheuerfest,

weisen eine gute Lichtbeständigkeit auf und sind beständig gegenüber organischen und anorganischen Säuren [8, S. 73ff].

Polyamidfasern weisen ebenso wie Polyesterfasern eine hohe Reiß- und Scheuerfestigkeit auf. Sie sind verrottungsbeständig und gut gegen alkalische Substanzen stabil. Außerdem neigen sie zu elektrostatischer Aufladung. Diese kann durch Modifizierung reduziert werden. Die bekanntesten Polyamide sind Polyamid 6, welches als Perlon bezeichnet wird und Polyamid 6.6, das besser unter dem Namen Nylon bekannt ist. Diese beiden Typen machen auch den größten Anteil an allen produzierten Polyamiden aus. [8, S. 70ff] Das zuvor erwähnte Aramid gehört zu den aromatischen Polyamiden [9, S. 39].

Bei der Zerkleinerung des Reifens und Abtrennung der Fasern entsteht eine sogenannte Flusenfraktion. Diese enthält neben den Fasern auch sehr feine, nicht von den Fasern separierte, Gummipartikel. Die Größenordnung der Flusenfraktion liegt dabei im Bereich von ca. 5 – 10 Prozent und ist stark abhängig von der Anzahl der enthaltenen Gummipartikel [7].

Für die Bestimmung des Anteils der freien Textilien in einem Gummigranulat wird die Methode des „Kleinen Ball“-Agglomerats nach DIN CEN/TS 14243 verwendet. Dafür durchläuft das Granulat die gleichen Schritte wie für eine Siebanalyse. Nach der Siebung werden die aus den Fasern entstandenen „kleinen Bälle“, falls vorhanden, von jedem Sieb genommen, vorsichtig abgeschüttelt und gewogen. Daraus wird dann der Anteil des freien Textils im Granulat ermittelt.

Das in einem Reifen befindliche Gummimaterial entsteht durch die Vulkanisation von Kautschuk. Es können Naturkautschuk, Synthese- und Brombutylkautschuk zum Einsatz kommen, wobei letztgenannter im Inneren des Reifens als dünne Schicht vorliegt. Diese Innenschicht ersetzt den früher üblichen Schlauch. Die verwendeten Mischungen aus verschiedenen Kautschuksorten richten sich nach den geforderten Materialeigenschaften. So ist Naturkautschuk besser geeignet, um den Reifen witterungsbeständig zu machen. Zum Kautschuk werden dann für die Gummibindungsreaktion benötigte Hilfsstoffe wie z.B. Schwefel und Zinkoxid hinzugefügt. Dazu kommen sogenannte Füllstoffe, wie Ruße, Kreide und Silika, die in den Kautschuk eingemischt sind. Sie verringern den Abrieb und erhöhen die Steifigkeit. Zusätzlich verleihen Rußstoffe dem Reifen die schwarze Farbe. Weitere Chemikalien wie Weichmacher, Alterungsschutzmittel, Verarbeitungshilfsmittel und viele andere Zusätze befinden sich ebenfalls in der Mischung [5, S. 5ff]. Ein Blick in die Tabelle 2 zeigt, dass diese Füll- und Hilfsstoffe einen nicht unerheblichen Teil am Gummianteil eines Reifens ausmachen.

Ein Reifen und speziell der verwendete Gummi besteht also aus einer Vielzahl an Stoffen und Reagenzien, die je nach Reifenhersteller, Bauart und Einsatzbereich verschieden sind. Es können über 20 verschiedene Gummimischungen in einem Reifen verwendet worden sein [5, S. 6ff]. Daher „ist das erzeugte Mahlgut aus gesammelten Altreifen immer ein unbekanntes Gemisch verschiedener Kautschuksorten“ [3, S. 184].

2.2 Charakterisierung und Beschreibung von Partikeln

Da diese Thematik als hinlänglich bekannt vorausgesetzt wird, erfolgt an dieser Stelle nur ein kurzer Anriss.

Gummigranulate bestehen aus einer Vielzahl von Einzelpartikeln, die sich hinsichtlich ihrer Abmessung und Form unterscheiden. Auch die Stoffwerte und die Zusammensetzung der Einzelpartikel können verschieden sein.

Für die Beschreibung der Form reichen in der Praxis allerdings oft Bezeichnungen wie „kantig“, „rund“, „stäbchenförmig“ oder „abgeplattet“ aus. Aus diesen Beschreibungen können meist schon Rückschlüsse auf einige Eigenschaften des Partikelkollektivs gezogen werden. Für die Kennzeichnung der Größe von Partikeln können Einzelpartikel vermessen und charakteristische Maße, wie die Hauptabmessungen, gefunden werden. Da die Partikel aber meist als Schüttung vorliegen, werden Maßzahlen definiert, die für das gesamte Partikelkollektiv gelten und dieses ausreichend beschreiben [10, S. 11ff].

Zu diesen Maßzahlen gehören beispielsweise der Medianwert und die spezifische Oberfläche der Partikelschüttung. Diese generieren sich aus gemessenen Partikelverteilungen. Der Medianwert stellt dabei die Partikelgröße dar, unterhalb welcher 50 % der Partikelmenge liegt. Er kann über die Verteilungssummenfunktion ermittelt werden. Ein Beispiel einer Verteilungssumme ist in Abbildung 2 dargestellt. Der Medianwert in diesem Beispiel beträgt ungefähr 800 μm . Die spezifische Oberfläche eines Partikelkollektivs ist ein Feinheitmaß, das die Oberfläche der Partikel ins Verhältnis zu ihrem Volumen setzt. Die spezifische Oberfläche gibt Auskunft darüber, wieviel Oberfläche pro Partikel durchschnittlich zur Verfügung steht. Je kleiner die Partikel sind, desto größer wird die spezifische Oberfläche. Besonders wichtig ist diese Maßzahl bei Reaktionen, die an Oberflächen ablaufen [10, S. 11ff].

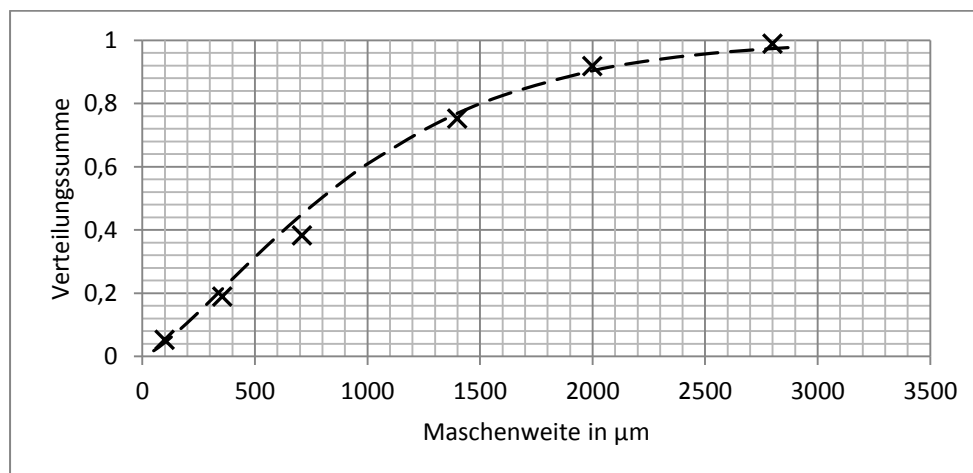


Abbildung 2: Beispiel einer Verteilungssumme

Für Schüttungen von Feststoffpartikeln wird oft die Siebanalyse verwendet. Dabei werden mehrere Siebe mit verschiedenen Maschenweiten gestapelt und gesiebt. Nach der Siebung wird die jeweils verbleibende Masse gewogen. Daraus kann dann beispielsweise die Verteilungssummenfunktion bestimmt werden. Zur Darstellung der Verteilungssumme gibt es verschiedene Diagramme. Dort werden die Messpunkte eingetragen. Daraus können dann die Maßzahlen der untersuchten Partikelschüttung bestimmt werden [10, S. 11ff].

2.3 Grundlagen der Flotation

2.3.1 Allgemeines Funktionsprinzip und Anwendungen der Flotation

Die Flotation ist ein Trennverfahren, bei der Partikel verschiedener Feststoffe voneinander getrennt werden. Dafür wird die unterschiedliche Benetzbarkeit der Partikel durch eine wässrige Phase als Trenneigenschaft herangezogen. Ist eine Oberfläche gut durch Wasser benetzbar, so wird diese als hydrophil, ist sie schlecht benetzbar, wird sie als hydrophob bezeichnet. Zusätzlich im Wasser befindliche Luftblasen oder Öltröpfen lagern sich dann unterschiedlich gut an die aufgegebenen Materialteilchen an. Die dadurch gebildeten Feststoff-Gas-Agglomerate werden dann aufgrund ihrer geringeren Gesamtdichte an die Oberfläche befördert, wo sie abgeschöpft werden können [11, S. 240ff].

Die Wirkungsweise der Flotation beruht auf dem Prinzip der Heterokoagulation in grobdispersen Systemen [12, S. 715], wobei Koagulation im Allgemeinen den Vorgang der irreversiblen Zusammenballung von kolloidalen Teilchen bezeichnet. Voraussetzung für die Anlagerung von Teilchen aneinander ist ein ausreichend kleiner Abstand. Dieser kann durch die Brownsche Bewegung hervorgerufen werden oder durch von außen wirkende mechanische Kräfte. Zwischen zwei angenäherten Teilchen wirken sowohl anziehende als auch abstoßende Kräfte. Anziehend wirken dabei die van der Waals-Kräfte und abstoßend wirken elektrostatische Kräfte. Werden die abstoßenden Kräfte überwunden, so befinden sich die Teilchen in einem tiefen Energieminimum und können nicht auf einfache Weise wieder voneinander getrennt werden [13, S. 163]. Bei der Überwindung der elektrostatischen Kräfte spielen vor allem Salze aber auch sterische Faktoren und der Einsatz von Tensiden eine Rolle [14, S. 80ff].

Bis auf einzelne Ausnahmen kommt bei industriellen Anlagen die selektive Trennung durch die Anlagerung an Luftblasen in wässriger Lösung zur Anwendung. Typischerweise werden die aufgeschwemmten Partikel mit Hilfe eines Schaums an der Wasseroberfläche örtlich gebunden und gesammelt. Daher stammt auch die Bezeichnung Schaumflotation [12, S. 715ff].

Im Schaum liegt die Luft in dispergierter Form in der wässrigen Phase vor. Die Gasphase ist mit Tensidmolekülen umlagert und wird durch diese zeitweise daran gehindert zu koagulieren. Befindet sich zwischen den Gasblasen viel wässrige Phase, so sind die Blasen kugelförmig. Diese Art Schaum wird als Kugelschaum (engl.: wet foam) bezeichnet. Befindet sich im Schaum wenig Wasser, so weist dieser eine wabenartige Struktur auf und wird Waben- oder Polyederschaum genannt (engl.: dry foam). Während des Alterungsprozesses entsteht dabei aus dem Kugelschaum der Polyederschaum [15, S. 353ff]. In Abbildung 3 ist ein Querschnitt eines Schaums dargestellt. Von unten kommen hier neue Luftblasen an und formen neue Schichten von Kugelschaum. Nach oben wird der Schaum älter und entwickelt sich zu Polyederschaum. Der vergrößert dargestellte Bildausschnitt zeigt die Kontaktfläche dreier Blasen. Zwischen diesen befindet sich die Flüssigkeit in einem dünnen Film, wobei Gas und Flüssigkeit durch ein Tensid (engl.: surfactant) voneinander getrennt werden. Die hydrophilen Teile des Tensids weisen dabei zum Wasser.

Je nachdem wie lange es dauert, bis ein Schaum zusammenfällt, wird zwischen langsam und schnell auslaufenden Schäumen unterschieden [14, S. 125]. Dabei kommen zwei Mechanismen zum Tragen. Zum einen können im Schaum große Blasen zu Lasten kleiner Blasen wachsen.

Dadurch wird die Schaumstruktur gröber. Zum anderen entwässert ein Schaum mit der Zeit. Dies geschieht durch Druckunterschiede innerhalb der Flüssigkeitsfilme und vor allem durch den Einfluss der Schwerkraft. Der zwischen den Gasblasen befindliche Flüssigkeitsfilm wird so dünn, dass er schließlich kollabiert. Der Prozess der Entwässerung ist für die Stabilität der hauptsächliche Faktor [15, S. 357ff].

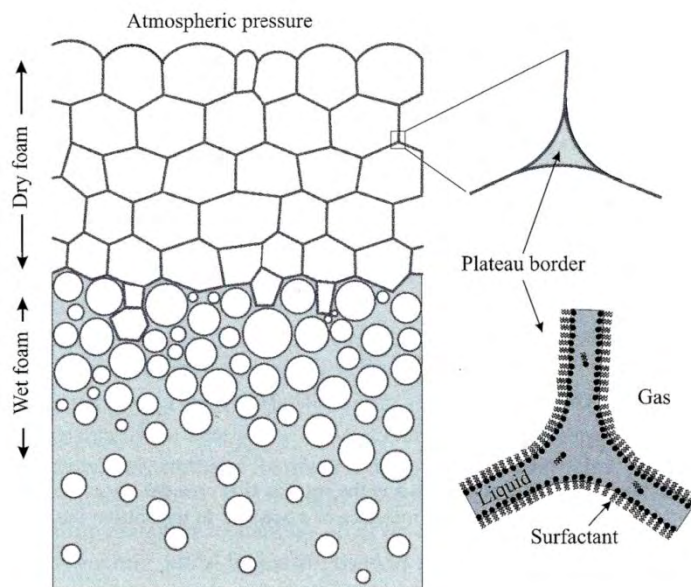


Abbildung 3: Struktur eines Zweiphasenschaums [15, S. 354]

Bei der Flotation werden Schäume auch noch durch ihre Partikelbeladung charakterisiert. Die hier entstehenden Dreiphasenschäume sind meist stabiler als vergleichbare Zweiphasenschäume. Haften an aufsteigenden Gasblasen mehrere kleinere Partikel, so können sich auch hier Polyederschäume bilden. Je geringer bei ihnen die Feststoffbeladung ist, desto größer sind die Blasen des Schaums. Feinporige und stabile Aggregatschäume mit hoher Partikelbeladung können entstehen, wenn an größeren Partikeln gleich mehrere kleine Gasblasen angelagert sind. Es ist anzumerken, dass in den Schäumen nicht nur die erwünschten hydrophoben Partikel eingelagert sind, sondern auch unerwünschte Partikel. Diese Partikel gelangen über die eingelagerte Flüssigkeit in den Schaum [12, S. 723ff].

Die Größe der flotierten Partikel beträgt in der Regel maximal 0,5 mm. Bei größeren Partikeln übt dann die Schwerkraft einen zu großen Einfluss aus. Die gebundenen Gasblasen reichen nicht mehr aus, um die Gesamtdichte genug herabzusetzen. Die untere Grenze liegt bei 0,02 mm [11, S. 244]. Sie ergibt sich aus der sinkenden Selektivität, mit der die Blasen sich an die Teilchen anlagern [16, S. 135].

Ob ein Partikel mit angelagerten Luftblasen aufsteigt, hängt davon ab, ob das so gebildete Agglomerat eine geringere Dichte als die umgebene Flüssigkeit aufweist. Diese Aussage wird durch die Ungleichung 1 repräsentiert. Die folgenden Betrachtungen gelten für kugelförmige Partikel und Gasblasen.

$$\rho_{Fl} > x\rho_P + (1 - x)\rho_G \quad (1)$$

Dabei ist x der Volumenanteil des Partikels am Partikel-Gas-Agglomerat. ρ steht für die jeweilige Dichte, wobei die verwendeten Indizes die beteiligten Stoffe kennzeichnen. (Fl bezeichnet die Flüssigkeit, P das Partikel und G das Gas.)

$$\rho_{Fl} > \rho_P \frac{V_P}{V_P + V_G} + \rho_G \frac{V_G}{V_P + V_G} \quad (2)$$

Durch Umstellen der Ungleichung 2 und Ersetzen des Volumens V durch das Volumen einer Kugel ergibt sich für den Durchmesser d einer Luftblase folgender Ausdruck.

$$d_G > d_P \sqrt[3]{\frac{(\rho_P - \rho_{Fl})}{(\rho_{Fl} - \rho_G)}} \quad (3)$$

Ungleichung 3 beschreibt den Fall, dass sich an ein Partikel nur eine einzige Luftblase anlagert. Dies tritt bei Anwendungen auf, bei denen kleine Partikel und im Verhältnis dazu großen Luftblasen vorliegen. Dort können auch mehrere Partikel durch eine einzelne Blase flotiert werden.

Für größere Partikel, bei denen sich mehrere kleine Luftblasen anlagern ergibt sich bei gegebener Luftblasengröße folgende Abhängigkeit.

$$n > \frac{d_P^3 (\rho_P - \rho_{Fl})}{d_G^3 (\rho_{Fl} - \rho_G)} \quad (4)$$

Da die Dichte der Flüssigkeit, des verwendeten Gases und der eingesetzten Partikel für einen Flotationsprozess gegeben ist, ist der Durchmesser der benötigten Gasblase nur von der Größe des Partikels abhängig. Ist auch die Größe der Gasblasen bekannt, so kann deren Mindestanzahl n nach Ungleichung 4 bestimmt werden.

Sind mehrere Blasen an einem Partikel angelagert, so ist deren maximale Anzahl durch die Oberfläche des Partikels begrenzt. Bei kugelförmigen Partikeln ergibt sich die Oberfläche S zu.

$$S = \pi d_P^2 \quad (5)$$

Für die Annahme einer einheitlichen Blasengröße, kann der benötigte Platzbedarf der Gasblasen ermittelt werden. Bei einer regelmäßigen Anordnung wie in Abbildung 4 dargestellt, nimmt jede Gasblase eine quadratische Fläche mit der Kantenlänge ihres Durchmessers ein. Die benötigte Fläche A_G ergibt sich dann gemäß Gleichung 6.

$$A_G = n d_G^2 \quad (6)$$

Strenggenommen gilt diese Gleichung nur für die Belegung einer ebenen Fläche. Für die gekrümmte Oberfläche eines Partikels liefert die Formel eine gute Näherung, wenn das Partikel größer als die Gasblase ist.

Ist die von den Gasblasen benötigte Fläche A_G größer als die vorhandene Teilchenoberfläche S , so reicht das angelagerte Gasvolumen nicht aus, um die Partikel zu flotieren.

Weitere Annahmen sind, dass die Blasen sich auf der Partikeloberfläche nicht zu größeren Gasblasen vereinen und weitestgehend ihre Kugelform behalten.

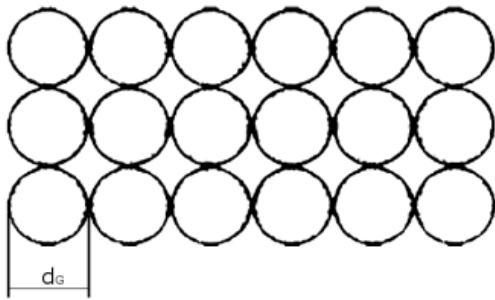


Abbildung 4: regelmäßige Anordnung einer Kugelpackung

Die ursprünglichen Einsatzgebiete der Flotation liegen im Bereich des Bergbaus und der Erzaufbereitung, wo diese schon seit Jahrzehnten angewendet wird [17, S. 237]. Da die abgebauten Gesteine oft nur eine geringe Konzentration an Erzen aufweisen, werden diese vor dem Verschiffen oder dem Einsatz im Hochofen aufkonzentriert. Dafür wird das Gestein zunächst stark zerkleinert, bis genügend Erzeinschlüsse an der Oberfläche eines Teilchens vorliegen [14, S. 268]. Zu Beginn wurde die Flotation nur bei sulfidischen und oxidischen Erzen angewendet. Im Zuge der Weiterentwicklung wurde es dann auch möglich andere Erze und Mineralien zu flotieren. Durch den Einsatz geeigneter grenzflächenaktiver Substanzen können auch hydrophile Materialien flotiert werden. Die Substanzen lagern sich an der Oberfläche der Teilchen ab, wodurch diese hydrophobiert werden. Diese Reagenzien werden auch Sammler genannt. Die Sammler können auch so beschaffen sein, dass sie sich selektiv an einem bestimmten Mineral anlagern. Daneben werden dem Wasser auch andere Reagenzien, wie beispielsweise Drücker und Schäummer, zugesetzt [15, S. 172ff]. Eine nähere Erläuterung der bei der Flotation eingesetzten Chemikalien erfolgt in Kapitel 2.3.4.

Aus den ursprünglichen Anwendungen stammen auch die Bezeichnungen für die Partikel, die sich im Schaum ansammeln. Diese werden bei Erzen als Konzentrat bezeichnet oder bei anderen Anwendungen als Zielprodukt. Die am Boden des Behälters zurückbleibenden Partikel heißen je nach Anwendungsgebiet Berge oder Matrixprodukt. Allgemeinere Bezeichnungen sind Schaumprodukt und Rückstand.

Ein weiteres Beispiel für die unterschiedlichsten Einsatzmöglichkeiten ist die Trennung von Kalisalzen und Speisesalz (NaCl). Aufgrund der Tatsache, dass sich Salze im Wasser lösen, findet der Prozess in einer bereits gesättigten Lösung statt [18, S. 389]. Auf dem Gebiet des Recyclings findet die Flotation Anwendung bei der Aufarbeitung von Altpapieren. Ziel ist es, die Druckerschwärze von den Papierfasern zu entfernen. Dieser Prozess wird auch als De-inking bezeichnet und bietet im Vergleich zur Papierwäsche den Vorteil, dass mehr Fasermaterial zurückbleibt [1, S. 514ff]. Auch im Bereich der Trennung verschiedenartiger Kunststoffe (PVC/PET) gab es Untersuchungen bezüglich einer möglichen Flotierbarkeit.

Neben dem Einsatz von geeigneten Chemikalien, sind auch die Ausführung der Apparate und die Art der Luftenbringung wichtig. Für eine erfolgreiche Anlagerung der Luftblasen an die Partikel ist ein intensiver Kontakt zwischen beiden Phasen entscheidend. Dieser findet in einer so-

nannten Kontaktzone statt, wo die Partikel auch mehrfach in Kontakt mit den Luftblasen kommen können. In diesen Zonen herrschen hohturbulente Strömungen. Diese sorgen dafür, dass die Partikel genügend Impulsenergie für eine erfolgreiche Anlagerung besitzen. Außerhalb dieses Kontaktbereiches können sich die Partikel dann aufgrund ruhigerer Strömungsverhältnisse absetzen [11, S. 242ff].

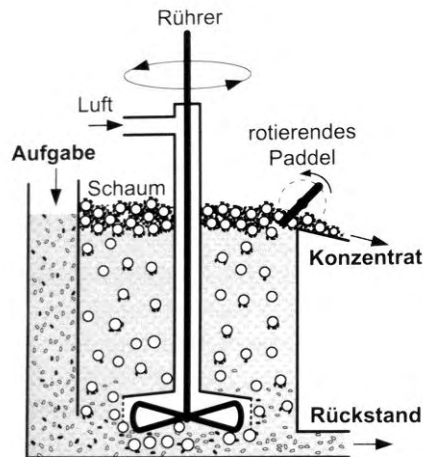


Abbildung 5: Aufbau eines mechanischen Flotationsapparates [11, S. 242]

Die am häufigsten verwendete Bauweise sind die mechanischen Flotationsapparate. In diesen Apparaten befindet sich ein Rührer, der entweder die Luft selbsttätig ansaugt, oder zugeführte Luft fein in der Suspension verteilt. In Abbildung 5 ist eine mechanische Rührwerkszelle dargestellt. Die Aufgabe des Materials erfolgt im unteren Bereich der Zelle, wo sich die Kontaktzone befindet. Der Rührer sorgt für eine turbulente Durchmischung der Suspension und die Verteilung der zugeführten Luft. Er ist vom oberen Bereich der Zelle räumlich abgeschirmt, wodurch sich die Strömung beruhigen kann. Die Partikel können sich an der Oberfläche als Schaum absetzen und werden als Konzentrat mit dem Schaum abgeschöpft. Das nicht flotierte Material wird zusammen mit der Flüssigkeit am Boden des Behälters abgezogen [11, S. 242ff].

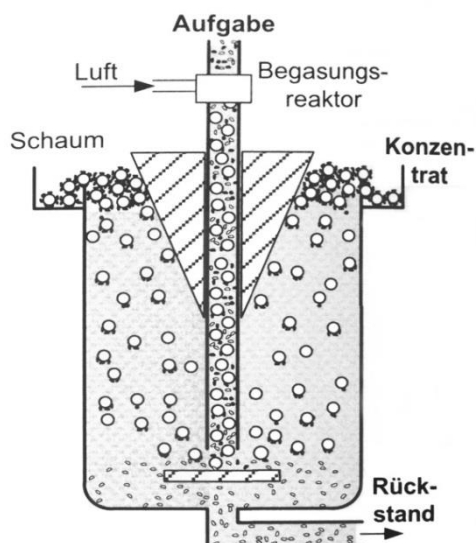


Abbildung 6: Aufbau eines pneumatischen Flotationsapparates [11, S. 242]

Abbildung 6 stellt ein Beispiel für eine pneumatische Flotationszelle dar. Hier fehlt der Rührer, also das mechanische Element. Die Luftzugabe erfolgt außerhalb des Behälters, wo Druckluft der Aufgabesuspension direkt zugeführt wird. Im Begasungsreaktor erfolgt auch die notwendige turbulente Durchmischung, während der eigentliche Behälter nur die Absetzzone darstellt. Auch hier wird der Rückstand am Boden des Behälters abgezogen und das Konzentrat mit dem Schaum abgeschöpft [11, S. 242ff].

Als besondere Form der pneumatischen Apparaturen sind Gegenstrom Flotationskolonnen zu nennen. Der Grundkörper dieser Apparate ist ein langgezogener Zylinder. Die Aufgabe der Material suspension erfolgt getrennt von der Luftzufuhr auf etwa zwei Dritteln der Höhe. Diese bewegt sich nach unten zum Boden des Behälters, wo der Rückstand abgezogen wird. Am Boden findet auch der Lufteintrag statt. Die Luft wird durch geeignete Düsen fein verteilt und nimmt bei ihrem Aufstieg die benetzbaren Partikel mit zur Oberfläche, wo sie sich im Schaum sammeln. Der Schaum wird meistens auch mit einem Waschwasser berieselt, wodurch die Gegenströmung auch im oberen Teil des Apparates sichergestellt wird. Ein zusätzlicher Effekt ist, dass im Schaum befindliche und nicht gewünschte Partikel ausgewaschen werden und sich so ein reineres Konzentrat ergibt [12, S. 732ff].

Des Weiteren gibt es noch Apparate, bei denen die Druckentspannung oder auch die Elektrolyse zur Erzeugung der Luftblasen zum Einsatz kommt. Diese Apparate kommen dann zum Einsatz, wenn sehr kleine Blasen von unter 100 μm erzeugt werden sollen.

2.3.2 Druckentspannungsflotation

Die Druckentspannungsflotation findet ihre hauptsächliche Anwendung in der Abwasserreinigung. Dort werden besonders kleine Luftblasen benötigt, um die sehr feinen Partikel flotieren zu können. Sollen, wie bei der Klärung des Wassers von Trübstoffen, alle Feststoffanteile mit dem Schaum entfernt werden, so ist diese Art der Flotation unter den Fest-Flüssig-Trennprozessen einzuordnen [12, S. 735ff]. Das Ziel ist es also die Luftanlagerung an alle Partikel durch Hydrophobierung sicherzustellen.

Die Luftblasen werden dabei direkt im Wasser gebildet. Dieses wird zuvor unter Überdruck mit Luft gesättigt. Bei der Entspannung des erzeugten Druckwassers auf Umgebungsdruck kann das Wasser nicht mehr so viel Luft aufnehmen und das überschüssige Gas bildet Blasen. Ein Spezialfall der Druckentspannungsflotation stellt die Vakuumflotation dar. Bei ihr wird die Luft bei Umgebungsdruck gesättigt und durch die Erzeugung eines Unterdrucks entstehen dann die Gasblasen [12, S. 736ff].

Die verwendeten Apparate sind oft ähnlich aufgebaut, wie der in Abbildung 7 dargestellte. Der mit Chemikalien vorbehandelte Abwasserstrom tritt im unteren Drittel der Beckenhöhe in das Flotationsbecken ein. Dies geschieht in unmittelbarer Nähe vom Austrittspunkt des luftgesättigten Wassers. Die abgebildete Anlage verfügt auch über eine Beruhigungszone, in der sich schwerere Partikel als Schlamm absetzen können. Durch Einbauten zur Strömungsumlenkung wird der Sedimentationsprozess noch unterstützt. Oberhalb der Anlage befindet sich eine automatische Räumereinrichtung für den anfallenden Flotatschaum.

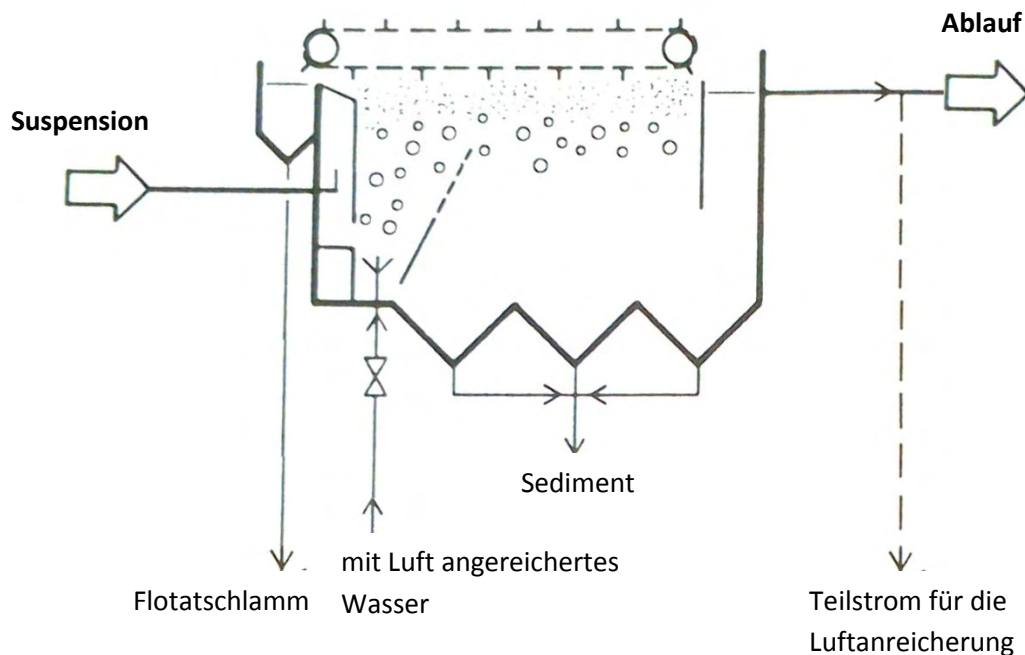


Abbildung 7: Schema einer Druckentspannungsflotationsanlage aus der Abwasseraufbereitung [19, S. 190]

Die Anreicherung mit Luft kann mit dem ungeklärten Wasser durchgeführt werden. Wegen der vorhandenen Partikel kann es aber leicht zum Verstopfen der Vorrichtungen kommen. Daher wird ein Teil des geklärten Wassers abgezogen und für die Luftanreicherung verwendet [17, S. 238].

Nach Untersuchungen der Effektivität, mit der sich eine einzelne Luftblase an ein Partikel anlagert, und der Ausweitung auf ein Blasenkollektiv, ergeben sich folgende Einflussparameter und Richtwerte. Die Partikelgröße sollte zwischen 50 – 100 μm betragen. Da Partikel, die kleiner als 1 μm mit einer minimalen Effektivität flотиert werden, ist der Einsatz von Flockungsmitteln sinnvoll. Falls doch kleinere Partikel vorhanden sind, kann sich eine größere Höhe der Flotationszone positiv auswirken. Für die Blasengröße gilt, dass kleinere Blasen effektiver sind. Eine Erhöhung der Blasenanzahl und des Luftanteils in der Kontaktzone verbessern ebenfalls die Klärung des Wassers. Diese sind abhängig vom Anteil der gesättigten Luft. Der Grad der Anreicherung mit Luft wird im Wesentlichen durch die Ausführung der Druckapparate und Diffusoren bestimmt. Wichtig ist, dass die Druckminderung erst in der Anlage selbst geschieht und nicht schon in den Rohren der Zuführung, da sonst ein Teil der Luft aus dem Wasser entweicht [17, S. 238ff].

Die Löslichkeit von Gasen in Flüssigkeiten hängt von Temperatur und Druck ab. Den Einfluss des Druckes auf die Löslichkeit beschreibt das Henry-Gesetz. Dies gilt bei konstanter Temperatur.

$$p_i = kx_i \quad (7)$$

Der Stoffmengenanteil x_i des gelösten Gases in der Flüssigkeit steigt dabei proportional mit dem Partialdruck des Gases p_i über der Flüssigkeit.

Der Henry-Koeffizient k ist sowohl von der Art des Gases, als auch von der Flüssigkeit abhängig. Er gilt also nur für ein bestimmtes Flüssigkeits-Gas-System. Strenggenommen gilt diese Form des Gesetzes nur für ideale Gase. Bei realem Verhalten ist das Gesetz für inerte Gase, also Gase, die mit dem Wasser keine Reaktion eingehen, und nicht zu hohe Drücke gut erfüllt [20, S. 357].

Abbildung 8 zeigt die erzeugten Blasenverteilungen in einem Luft-Wasser-System in Abhängigkeit des Sättigungsdrucks. Je höher der Sättigungsdruck, desto kleiner die Blasengröße. Auch weist mit zunehmendem Druck der Blasendurchmesser eine geringere Bandbreite auf.

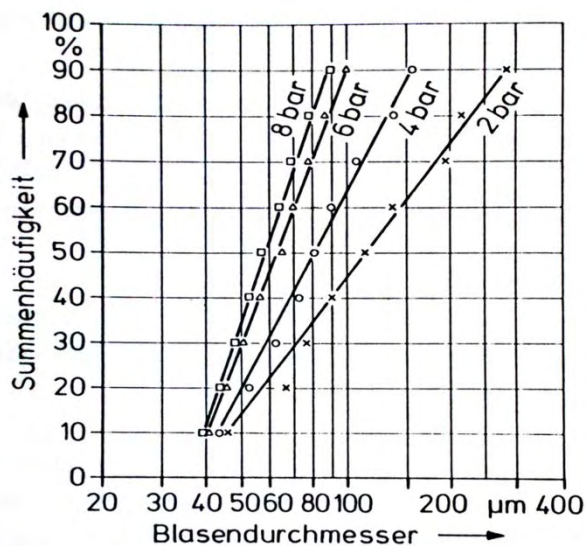


Abbildung 8: Luftblasengröße in Abhängigkeit des Sättigungsdrucks [19, S. 192]

Die Erzeugung von gut gesättigtem Wasser ist mit kurzen Reaktionszeiten nur bei ausreichender Durchmischung von Flüssigkeit und Gasphase zu erreichen. Die Sättigungsdrücke liegen bei den technischen Anwendungen zwischen 4,5 und 7 bar. Im entspannten Wasser sind die sich bildenden Blasen so zahlreich, dass das Wasser milchig erscheint. Die Blasengröße liegt normalerweise bei 50 bis 80 µm. Sie ist abhängig von Oberflächenspannung, pH-Wert, Viskosität des Wassers und Elektrolytkonzentration, um nur einige Faktoren zu nennen. Falls dem Wasser ein Tensid zugegeben wird, entstehen auch bei geringeren Sättigungsdrücken ausreichend kleine Blasen, und der Druck kann vermindert werden [12, S. 737].

Durch die große Menge an übersättigter Luft, die nach der Entspannung vorliegt, bilden sich die Gasblasen zahlreich direkt im Wasser. Blasen können sich aber auch direkt auf Feststoffoberflächen bilden. Der Feststoff hat eine Art Keimbildungsfunktion. Für die Luftmoleküle ist es aus energetischer Sicht leichter, sich an Feststoffoberflächen zu Blasen zusammenzuschließen. Daher ist dieser Prozess auch schon bei nicht so starker Übersättigung zu beobachten. So perlen die Bläschen in einem Sekt bevorzugt an abgelagerten Staub- und Faserpartikeln am Glas aus. An diesen Verunreinigungen können sich während des Eingießens auch kleine Lufteinschlüsse bilden, die dann Ausgangspunkte für weitere Gasanlagerungen sind [15, S. 28ff].

2.3.3 physikalisch/chemische Grundlagen der Luftanlagerung an Feststoffoberflächen

Um festzustellen wie benetzbar ein Stoff ist, wird die Messung des Kontaktwinkels Θ an einer drei-Phasen-Kontaktlinie vorgenommen. Dazu wird ein Tropfen Flüssigkeit auf die Feststoffober-

fläche aufgebracht und der Winkel zwischen Fest/Flüssig-Grenzfläche und Gasförmig/Flüssig-Grenzfläche gemessen, wie in Abbildung 9 dargestellt ist. Im Bild sind ebenfalls die Vektoren der drei Grenzflächenspannungen σ eingezeichnet. Die Abgrenzung von hydrophobem zu hydrophilem Material ist ein Kontaktwinkel von 90° . Ist der Winkel kleiner als 90° , so ist die Oberfläche hydrophil und benetzbar. Ist der Winkel größer als 90° , so ist die Oberfläche hydrophob. Sie wird nicht mit der Flüssigkeit benetzt. Die Flotation ist aber bereits ab einem Kontaktwinkel von 40° möglich [11, S. 240ff].

Für die Messung des Kontaktwinkels muss die Oberfläche des untersuchten Materials glatt, eben und frei von Verunreinigungen sein, da die Oberflächenbeschaffenheit einen großen Einfluss auf den ermittelten Kontaktwinkel hat. Ebenfalls berücksichtigt werden muss der Einfluss der Schwerkraft. Der Tropfen verformt sich unter dem Eigengewicht und verändert den Kontaktwinkel [14, S. 119, 202].

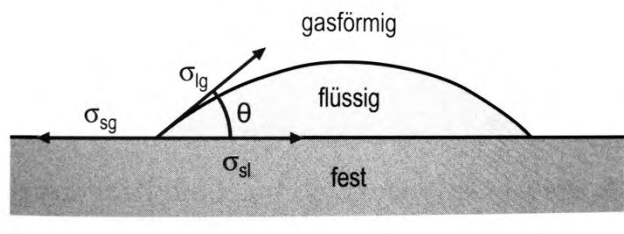


Abbildung 9: Kontaktwinkel θ [20, S. 451]

Wichtig für die Flotation ist, wie sich die Benetzung auf Partikel auswirkt. Aus diesen Betrachtungen können Schlussfolgerungen dahingehend gezogen werden, wie gut eine Blase an einem Partikel haften bleibt. Abbildung 10 zeigt den Unterschied zwischen einem kleinen und einem großen Teilchen. Das Partikel ist klein in dem Sinne, dass Schwerkraft und Auftriebskraft vernachlässigbar klein sind. Beim kleinen Partikel hängt die Eintauchtiefe nur von der Größe des Kontaktwinkels ab und die Flüssigkeitsoberfläche wird nicht gekrümmt. Beim großen Partikel rechts im Bild hat die Schwerkraft einen Einfluss und das Teilchen sinkt stärker in die Flüssigkeit ein. Dabei wird die Flüssigkeitsoberfläche soweit gekrümmt bis sich wieder der Kontaktwinkel eingestellt hat. Bei noch größeren Partikeln überwiegt die Schwerkraft, und das Partikel sinkt ab [15, S. 155ff].

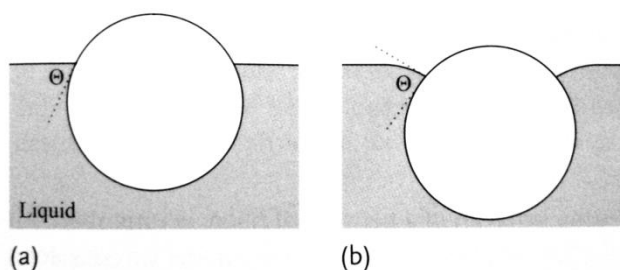


Abbildung 10: Benetzung von a) kleinen und b) großen Partikeln [15, S. 155]

Bei der Untersuchung einer Schüttung aus Partikeln, kann die Kapillar-Aufstiegs-Methode verwendet werden. Dabei wird die Geschwindigkeit gemessen, mit der eine Flüssigkeit in der Schüttung aufsteigt. Daraus kann dann der Kontaktwinkel bestimmt werden [14, S. 201ff].

Die Voraussetzung für die Flotierbarkeit eines Teilchens ist die hydrophobe Oberfläche. Ist dies gegeben, so muss gewährleistet werden, dass sich die Luftblasen auch am Partikel anlagern. Dafür müssen Partikel und Blase sich genügend annähern. Dies geschieht in mechanischen Apparaten durch Kollision aus Teilchen und Blase, hervorgerufen durch die turbulenten Strömungsverhältnisse [21, S. 217].

Abbildung 11 zeigt die Phasen der Anlagerung eines hydrophoben Partikels an eine Luftblase bei direktem Zusammenstoß. Dabei wird die Blasenoberfläche nur verformt. Zwischen beiden bleibt zunächst ein dünner Flüssigkeitsfilm erhalten. Dieser verringert sich durch die wirkenden Oberflächenkräfte. Ist der Film dünn genug, so überwiegen die anziehenden Kräfte zwischen Gas und Feststoff und die Flüssigkeitsschicht zerreit punktuell. Die neu geschaffene Kontaktflche vergrert sich solange, bis die Grenzflchenspannungen wieder einen Gleichgewichtszustand erreicht haben [21, S. 217ff].

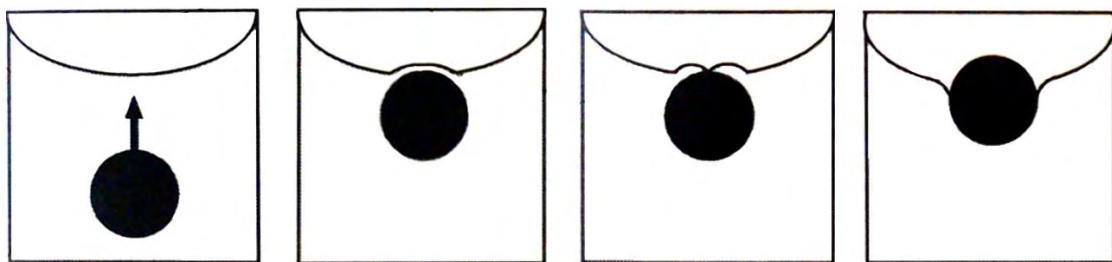


Abbildung 11: Ablauf einer Partikel-Blase-Kollision [21, S. 217]

Muss zur Hydrophobierung ein Sammler eingesetzt werden, so wird angenommen, dass dieser in einer Monoschicht auf der Partikeloberflche vorliegt. Die anziehenden Krfte, die die Blase zerreien lassen, wirken dann zwischen Luft und dem hydrophoben Teil des Sammlers [12, S. 718].

Ein anderer Mechanismus der Blasenlagerung ist der, dass sich die Blasen direkt auf der Oberflche eines Partikels bilden. Dies ist bereits im vorherigen Kapitel beschrieben worden.

2.3.4 Flotationshilfsmittel

Wie eingangs kurz erwhnt werden fr die Flotation verschiedene Chemikalien verwendet. Einige werden verwendet, um untersttzend auf den Flotationsprozess einzuwirken. Sie erhhen z.B. die Hydrophobie der Teilchen und sorgen damit fr eine bessere Trennschrfe. Andere Chemikalien werden dazu verwendet, damit die Flotation als Verfahren berhaupt angewendet werden kann. Dies ist der Fall, wenn alle zu trennenden Stoffe von Natur aus hydrophob sind oder sie nicht als Suspension sondern in Lsung vorliegen.

Sammler

Sammler werden bentigt, wenn ein Material nicht von Natur aus hydrophob ist. Um ihn flotierbar zu machen, muss er knstlich hydrophobiert werden [16, S. 134]. Um das zu erreichen mssen die Sammlermolekle mindestens eine polare Gruppe aufweisen, um sich auf der Materialoberflche anlagern zu knnen. Der Rest des Sammlermolekls muss unpolar und damit hydrophob sein. Dieser hydrophobe Teil ist dann dem Wasser zugewandt und macht die Oberflche nach auen hin hydrophob. Da die meisten flotierten Stoffe von Natur aus hydrophil sind,

sind ionische Tenside am weitesten verbreitet. Diese können in kationische und anionische Tenside unterteilt werden [12, S. 718ff].

Um eine natürlich vorhandene Hydrophobie noch zu verstärken, können unpolare Sammler benutzt werden. Diese lagern sich als Tröpfchen am hydrophoben Material an und vergrößern dadurch die wasserabstoßende Oberfläche. Eine andere Wirkung kann die Verstärkung der Haftkräfte zwischen Blase und Partikel sein, die von Kapillarkräften herrühren. Beispiel dafür sind Paraffinöle, die sich als Tropfen an die Materialoberfläche anlagern [12, S. 719].

Schäumer

Steigt ein Partikel samt angelagerten Gasblasen zur Oberfläche auf, so würden dort die Blasen zerplatzen, sobald die Wasseroberfläche erreicht wäre, und das Teilchen wieder absinken. Um dies zu verhindern werden schaumbildende Stoffe dem Wasser zugesetzt. Diese sorgen dafür, dass die Luftblasen an der Flüssigkeitsoberfläche erhalten bleiben und die flotierten Partikel nicht wieder absinken. Ein Schaum muss gewisse Kriterien erfüllen. Er muss eine Zeit lang beständig und tragfähig sein. Stoffe, die schaumbildend wirken sollen, müssen die Oberflächenspannung der Flüssigkeit herabsetzen und an der Grenzfläche von Gas und Flüssigkeit Adsorptionsfilme bilden. Wenig beständige Schäume bilden niedermolekulare, in Wasser molekulardispers vorliegende, Alkohole. Dazu gehören beispielsweise Terpenalkohole und Phenole. Beständigere Schäume bilden Tenside. Es sollte sich bei ihnen um nichtionische Tenside handeln, deren Schaumbildung möglichst nicht vom pH-Wert oder im Fluid gelösten Salzen abhängt [12, S. 723ff].

Flockungsmittel

Sind die zu flotierenden Partikel zu klein, so kollidieren sie nicht mit einer Blase sondern werden mit der Strömung um die Blase herumgeführt. Um die Partikel flotierbar zu machen, werden Flockungsmittel benutzt, wodurch die Partikel relativ stabile Agglomerate bilden. Diese sollen möglichst kompakt sein, um durch die Scherkräfte nicht zerstört zu werden [17, S. 238].

Regler und vorbereitende Reagenzien

Zu den Reglern gehören die Aktivatoren und die Drücker. Diese unterstützen entweder die Wirkung der Sammlermoleküle oder unterdrücken diese. Bei manchen Materialien machen sie die Flotation überhaupt erst möglich. Sie kommen auch zum Einsatz, wenn ein Sammler sich an mehrere Stoffe anlagern würde. Durch die Verwendung von Drückern ist es dann möglich, dass nur ein bestimmter Stoff vom Sammler hydrophobiert wird. Regler werden vor dem eigentlichen Flotationsprozess zum Material gegeben und verändern die Oberflächeneigenschaften. Dies geschieht entweder durch chemische Reaktionen oder durch physikalische Adsorption an der Oberfläche des Materials [12, S. 721ff].

Einige, die Sammlerwirkung beeinflussende Chemikalien befinden sich direkt in der wässrigen Phase. Bei der Physisorption von Sammlern hat der pH-Wert einen entscheidenden Einfluss. Dies ist der Tatsache geschuldet, dass Feststoffe in wässriger Phase ein Oberflächenpotential ausbilden, dessen Ladung vom pH-Wert abhängig ist. So können kationische Sammler nur auf negativ geladenen Oberflächen adsorbiert werden. Reagenzien, welche den pH-Wert einer Lösung beeinflussen, gehören demnach auch zu den Reglern [11, S. 244ff].

3 Das Ausgangsmaterial

Es stehen drei Gummigranulat-Faser-Gemische für die Untersuchung zur Verfügung. Diese unterscheiden sich im Wesentlichen durch ihren Zerkleinerungsgrad. Abbildung 12 zeigt eine Aufsicht auf die drei Größenklassen an Ausgangsmaterial. Diese werden im Folgenden als Grob-, Mittel- und Feingranulat bezeichnet. Das Feingranulat weist laut Firmenangaben eine Größe von 0,2 – 0,8 mm auf. Das Mittelgranulat liegt zwischen 0,8 und 2,0 mm, und für das Grobgranulat ist der Größenbereich von 2,0 – 4,0 mm ausgewiesen.



Abbildung 12: Ausgangsmaterial a) Feingranulat b) Mittelgranulat c) Grobgranulat

In der Abbildung sind die Fasern im Material zum teilweise gut erkennbar. Besonders deutlich ist dies beim Grobgranulat der Fall, wo sich die Fasern auch schon zu Agglomeraten zusammengeslossen haben. Im Allgemeinen neigen Fasern und faserhaltige Partikel dazu sich aneinander anzulagern. Die Agglomerate können nur lose zusammenhängen oder auch sehr fest miteinander verbunden sein. In ihnen werden auch Gummipartikel eingelagert.

In den folgenden Unterkapiteln werden die in den Granulaten enthaltenen Partikel näher beschrieben.

3.1 Grobgranulat

Im Grobgranulat können die Partikel noch gut mit dem bloßen Auge unterschieden werden. In Abbildung 13 sind die Gummipartikel des Granulats abgebildet.

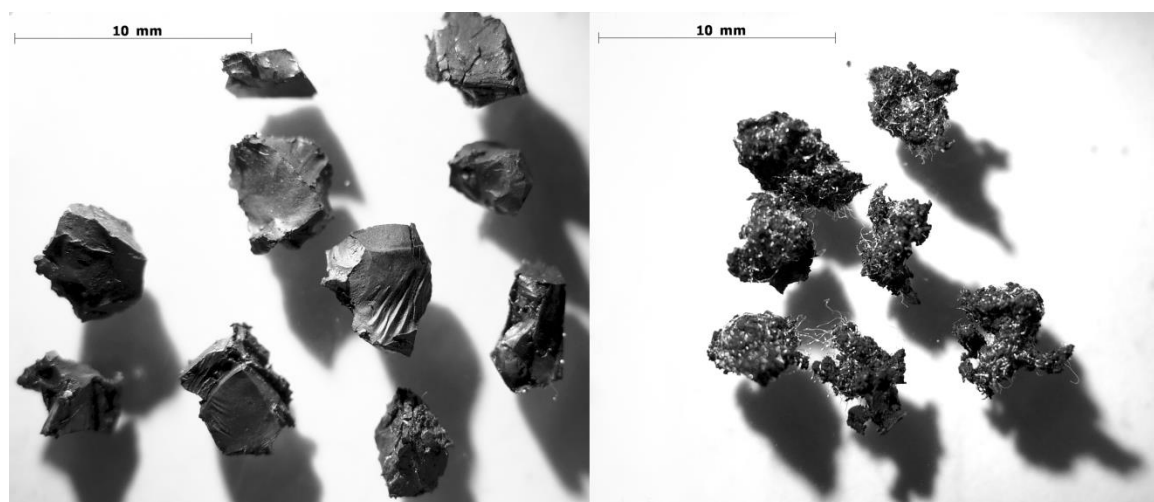


Abbildung 13: Gummipartikel im Grobgranulat

Die Partikel auf der linken Seite haben eine glattere Oberfläche als die Partikel auf der rechten Seite. Die einzelnen Kanten der Teilchen können gut voneinander abgegrenzt werden. Weiterhin sind sie größtenteils frei von eingelagerten Fasern oder Filamenten. Die rechte Seite der Abbildung zeigt Partikel mit einer rauen Oberfläche. Sie sind viel unregelmäßiger geformt, und sie sind fast vollständig mit Filamenten umschlossen. Die Filamente sind fest mit dem Partikel verbunden und auch durch kräftiges Ziehen nicht von diesem lösbar. Die eben beschriebenen Partikel des Grobgranulates werden in den zukünftigen Betrachtungen zum Gummianteil gezählt.

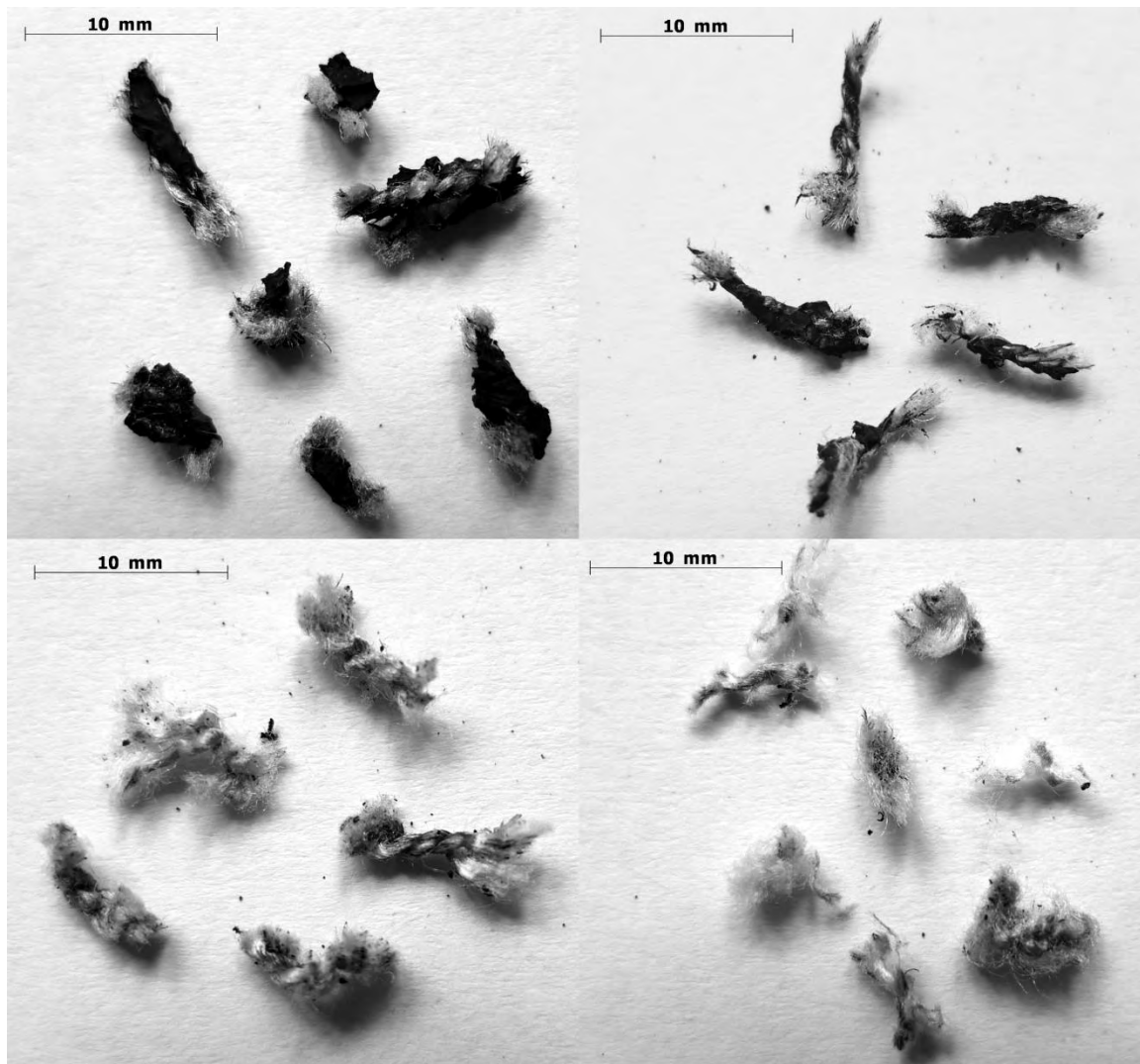


Abbildung 14: Fasermaterial des Grobgranulats

Zum Faseranteil werden alle Partikel gezählt, die entweder ganz aus Fasern bestehen oder die einen sichtbar großen Anteil an Fasern eingelagert haben. In Abbildung 14 sind exemplarisch einige Beispiele gezeigt. Die oberen zwei Bilder zeigen dabei Cordfäden, die, wie links zu sehen, im Verbund mit viel Gummimaterial vorliegen. Im rechten Bild sind nur geringe Anteile an Gummi vorhanden. Die unten abgebildeten Faserpartikel sind weitestgehend frei von sichtbaren Gummianlagerungen. Die Fäden links sind noch weitestgehend intakt und beginnen sich an ihren Enden aufzuschließen. Die Fasern im rechten Bild befinden sich in verschiedenen Stadien der Aufspaltung. Manche liegen noch als Anordnung von parallelen Filamentpackungen vor. Bei anderen Faserteilchen sind die Filamente ungeordnet und filzartig miteinander verwoben.

Betrachtet man die Fasern unter dem Mikroskop, so wird deutlich, dass sich kleinste Gummipartikel zwischen den einzelnen Filamenten befinden. Ebenfalls befinden sich im Gemisch einzelne Filamente, welche zum Teil lose an der Oberfläche der Gummipartikel haften.

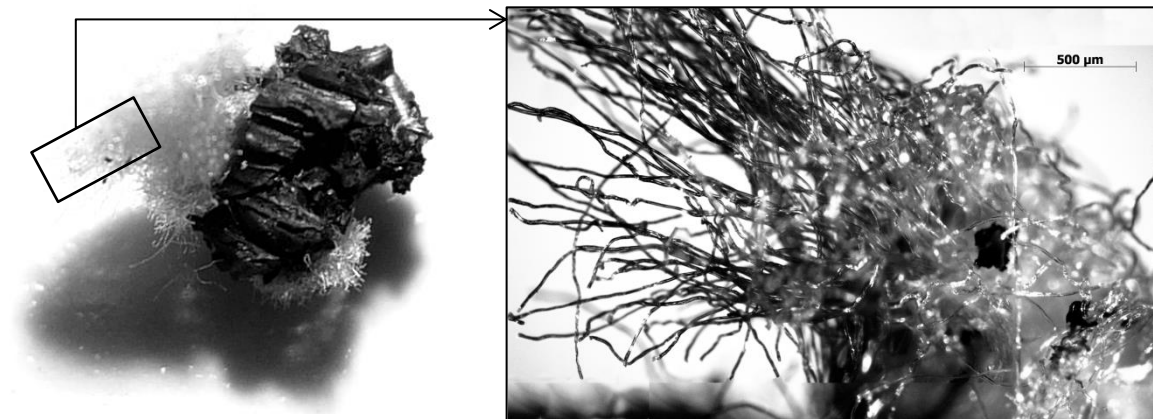


Abbildung 15: Partikel mit Vergrößerung

Auf der linken Seite von Abbildung 15 ist noch einmal ein Faserpartikel mit einem großen Gummianteil abgebildet. Rechts ist die Vergrößerung des Faseranteils zu sehen. Deutlich zu erkennen sind die einzelnen Filamente, aus denen ein Cordfaden besteht. Dieser hat sich schon weitestgehend aufgelöst, und im vorderen Teil beginnen die Fasern zu verfilzen. Ebenfalls im Vordergrund erkennbar sind zwei kleine Gummiteilchen. Hierbei ist nicht klar, ob diese an den Fasern nur anhaften oder fest mit ihnen verbunden sind.

3.2 Mittelgranulat

Auch im Mittelgranulat gibt es Gummipartikel, die weitgehend frei von Fasern sind und recht glatte Oberflächen aufweisen. Andere sind mit eingelagerten Filamenten umschlossen. Beispiele dafür sind in Abbildung 16 dargestellt.



Abbildung 16: Partikel des Mittelgranulats

Neben den Gummipartikeln liegen im Granulat auch Filamente und vereinzelt auch Teilreste von Cordfäden vor. Die Faserpartikel sind aufgrund der höheren Zerkleinerungsstufe feiner zerteilt und nicht mehr so einfach zu erkennen wie beim Grobgranulat. Weiterhin haften die losen Filamente aufgrund von elektrostatischer Aufladung an der Oberfläche der Gummipartikel. Es ist daher nicht möglich zu sagen, ob ein Filament tatsächlich fest mit dem Gummi verbunden ist

oder nur locker an diesem anhaftet. Dass an Gummiteilchen grobe Teile von Cordfäden eingelagert sind, ist nur bei sehr wenigen Partikeln der Fall.

3.3 Feingranulat

Das Feingranulat sieht beim Betrachten mit dem bloßen Auge am homogensten aus. Die Fasern liegen fast ausschließlich in Form einzelner Filamente vor. Sie liegen entweder als freie Fasern vor oder sind mit den Gummipartikeln verhaftet. Die Gummiteilchen sind aber meistens nicht vollständig mit Fasern umschlossen, sondern weisen nur ein oder zwei eingelagerte Filamente an ihrer Oberfläche auf. Zudem ist ihre Oberfläche vorwiegend von rauer Natur wie in Abbildung 17 zu sehen ist.

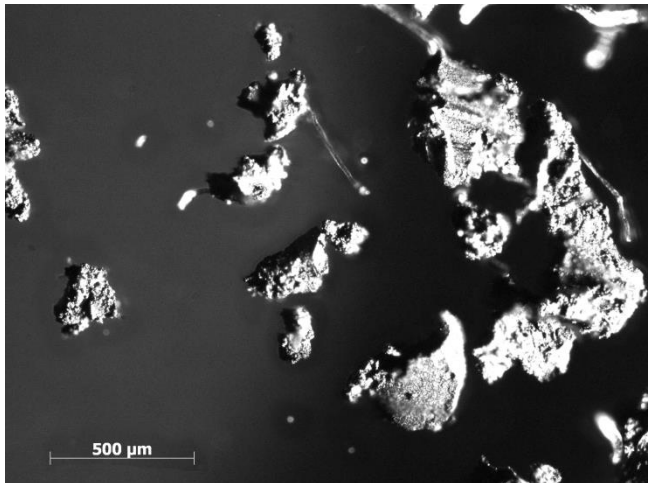


Abbildung 17: Partikel des Feingranulats

4 Experimentelle Untersuchungen

4.1 Aufbau der Flotationsanlage

Anhand von Abbildung 18 sollen der Aufbau der Flotationsanlage und die Prozessabläufe beschrieben werden. Die wesentlichen Teile der Anlage und deren Parameter sind in Tabelle 4 am Ende dieses Kapitels aufgeführt und beschrieben.

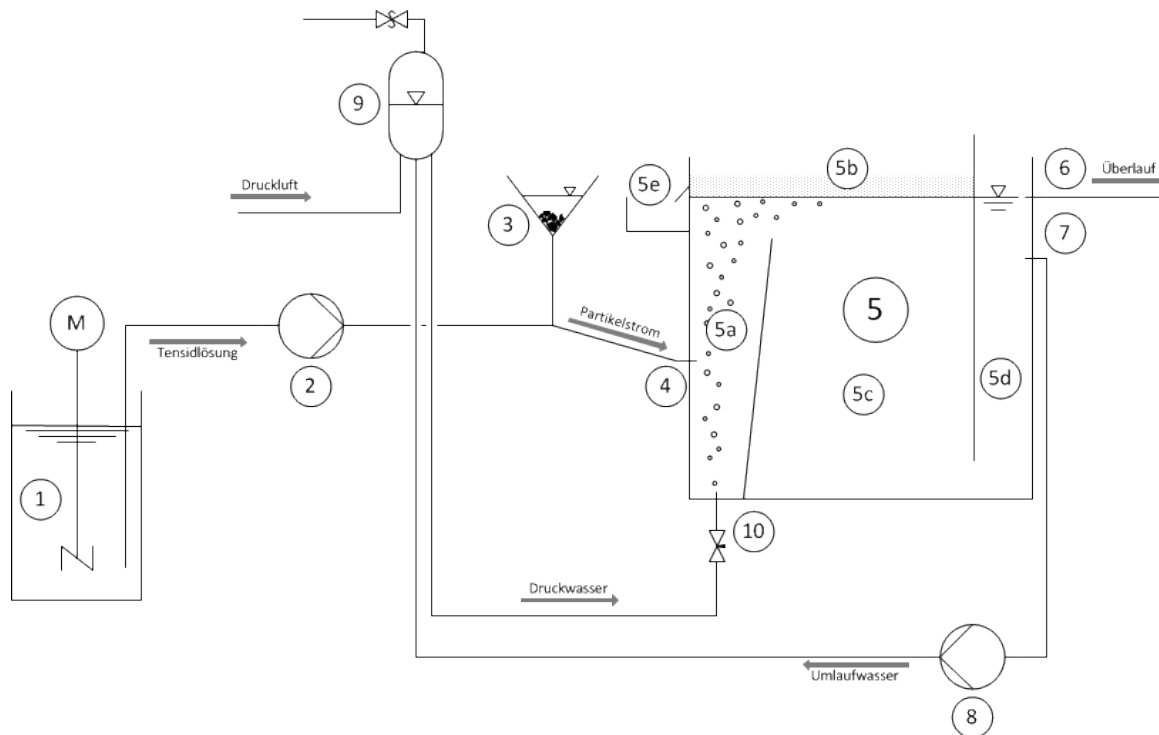


Abbildung 18: Schematische Darstellung der Flotationsanlage

Das Herzstück der Anlage bildet das Flotationsbecken (5). Im linken Teil des Beckens befindet sich die Flotationszone (5a). Hier treten die drei vorhandenen Phasen – Gummipartikel und Fasern, wässrige Lösung und Luftblasen – in Kontakt miteinander, und die wesentlichen physikalischen und chemischen Prozesse können ablaufen. Die Materialzuführung erfolgt auf halber Höhe (4) der Flotationszone. Die Partikel werden dabei von einer Tensidlösung gefördert. Die Lösung wird im Vorlagenbehälter (1) bereitgehalten und durch eine Pumpe (2) mit konstantem Volumenstrom gefördert. Sie weist die gleiche Konzentration an Tensid auf, wie die im Flotationsbecken vorliegende Lösung. Der Überlauf (6) dient dazu, dass der Wasserspiegel im Becken auf konstantem Niveau gehalten wird. Über ihn fließt ein Teil der gebrauchten Lösung ab.

Durch die ständig zugeführte frische Lösung wird die Konzentration im Becken über die gesamte Flotationszeit konstant gehalten. Eine weitere Funktion der frischen Tensidlösung ist es, die im Trichter (3) aufgegebenen Partikel vorzubenetzen und sie so überhaupt flotierbar zu machen.

Am Boden der Flotationszone wird das durch ein Nadelventil (10) entspannte, zuvor im Druckbehälter (9) mit Luft gesättigte Wasser (Druckwasser), eingeleitet. Bei der Entspannung auf Umgebungsdruck bildet dieses feine Luftblasen. In Abbildung 19 ist zur Veranschaulichung der Vorgänge das verwendete Flotationsbecken während eines Versuchs dargestellt. Deutlich sind

die Bereiche mit milchigem Wasser, welches durch die sehr feinen Luftblasen gebildet wird, zu erkennen.

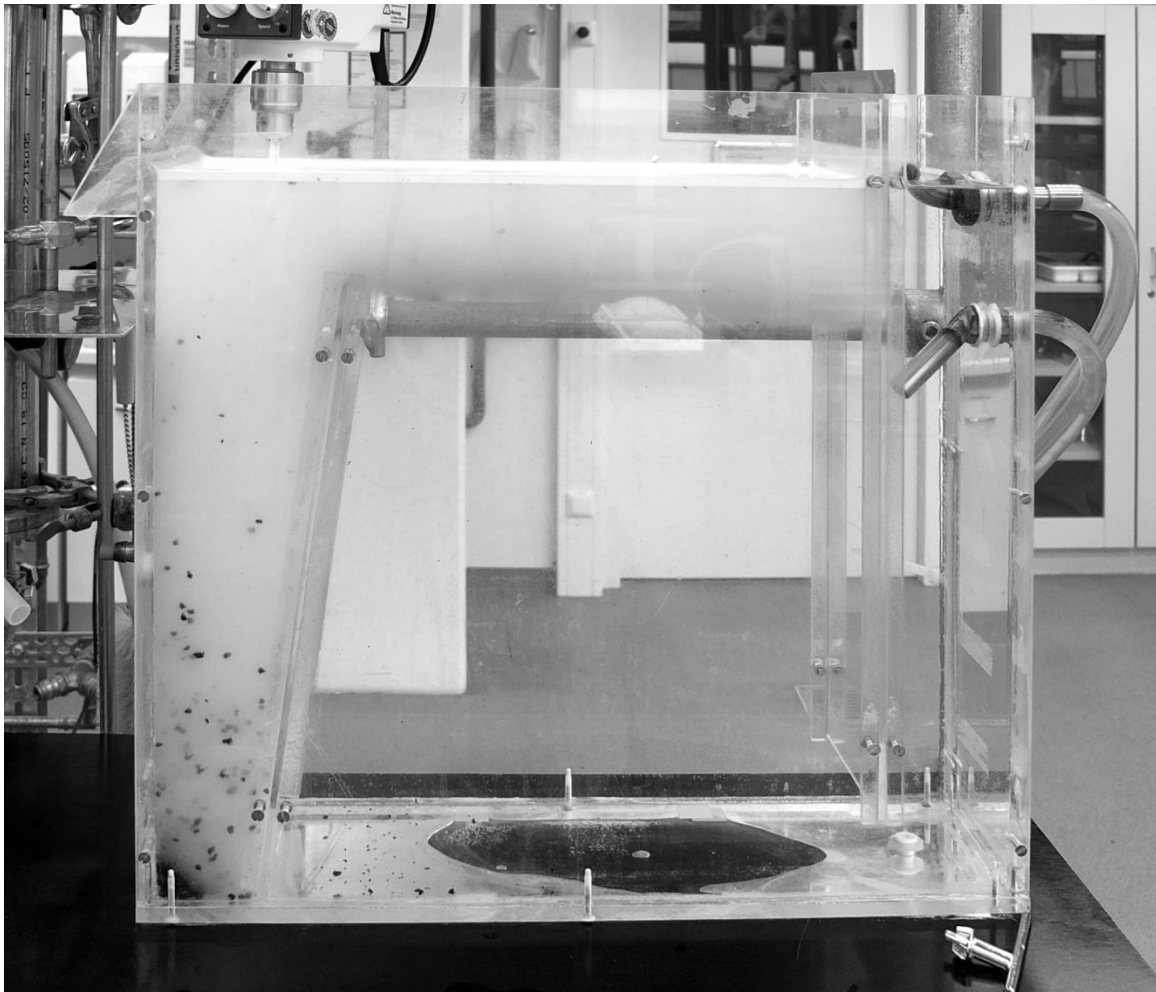


Abbildung 19: Flotationsbecken während eines Versuches

Haben die Partikel in der Flotationszone, aufgrund ihrer Hydrophobie genügend Luftblasen angelagert, so sammeln sich diese an der Flüssigkeitsoberfläche unter der vorhandenen Schaumschicht (5b). Dort werden sie dann aufgrund der von unten nachströmender Luftblasen langsam im Schaum nach oben getragen. Abbildung 20 zeigt vergrößerte Ausschnitte aus der Schaumschicht, wie diese bei den durchgeführten Versuchen beobachtet werden konnte. Dabei ist ebenfalls gut erkennbar, dass die Schaumblasen nach oben hin immer größer werden, wie dies in der Theorie beschrieben wurde.

Der mittlere und rechte Teil des Beckens dient vor allem der Wasserberuhigung. Im Mittelteil (5c) können sich die Luftblasen und aus der Flotationszone mitgerissene Partikel absetzen. Diese Partikel sammeln sich entweder im Schaum, oder setzen sich am Boden der Beruhigungszone ab. Im rechten Teil erfolgt dann die Umlenkung des Wasserstroms, so dass davon ausgegangen werden kann, dass keine Luftblasen und auch keine Partikel in der Lösung enthalten sind. Dort befinden sich zum einen der Überlauf (6) und zum anderen der Abzug des Umlaufwassers (7). Dieses wird mit einer Membranpumpe (8) dem Druckbehälter (9) zugeführt. Dort findet dann die Anreicherung des Wassers mittels ebenfalls eingeleiteter Druckluft statt.

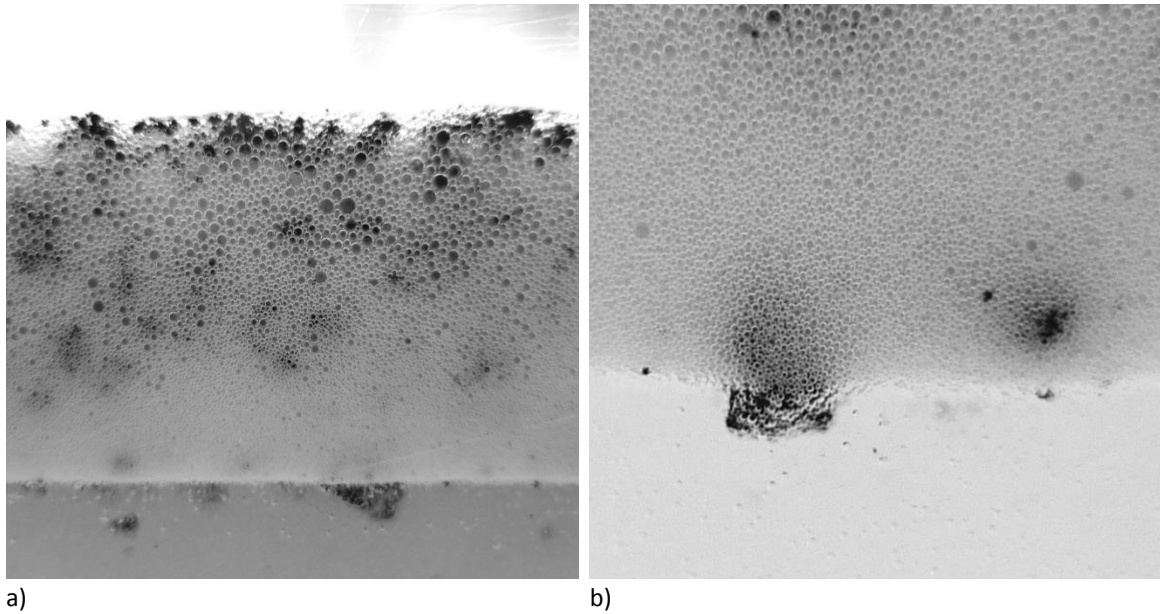


Abbildung 20: Schaum mit Partikeln; a) gesamte Schaumschicht, b) einzelnes Partikel

Tabelle 4: Daten der verwendeten Flotationsanlage

Nummer gemäß Abbildung 18	Name und Beschreibung
1	Vorlagenbehälter Dieser hat ein Fassungsvermögen von mehr als 30 l.
2	Schlauchpumpe Es handelte sich um eine Pumpe der Firma Heidolph; „Pumpdrive 5206“ mit einstellbarem Volumenstrom. Dieser betrug für alle Versuche 200,6 ml/min.
3	Trichter für die Zuführung des Materials Es handelt sich um einen normalen Kunststofftrichter. Dieser war ungefähr auf der Höhe des Wasserspiegels im Flotationsbecken angebracht, wodurch das Granulat im Trichter von unten mit Lösung benetzt wurde.
4	Materialzuführung in das Flotationsbecken Der Durchmesser der Zuführung betrug nur etwa 1 cm und befand sich auf einer Höhe von 20 cm. Die Schläuche, die zur Materialzuführung zum Becken benutzt wurden, hatten den gleichen Durchmesser, um so die Strömung möglichst gleichmäßig zu halten und etwaigen Verstopfungen vorzubeugen.
5	Flotationsbecken Das Becken fasste ca. 33 l Wasser und war 50 cm breit, ebenso hoch und etwa 15 cm tief. Nach oben war das Becken offen. Im Inneren befanden sich zwei Einbauten zur Strömungsumlenkung, welche für die Reinigung entfernt werden konnten.

(weiter auf nächster Seite)

(Fortsetzung der Tabelle)

Nummer gemäß Abbildung 18	Name und Beschreibung
6	Überlauf Dieser befand sich auf einer Höhe von ungefähr 44 cm und gab dadurch die Höhe des Flüssigkeitsspiegels im Becken vor.
7	Abzug des Umlaufwassers Der Abzug des Umlaufwassers befand sich auf ungefähr 35 cm Höhe.
8	Membranpumpe Es handelte sich um eine Pumpe der Firma „KNF FLODOS“ mit der Bezeichnung „Liquiport, Typ: NF 1.300 KT.18S“. Diese war stufenlos von 10 bis 100 % Pumpenleistung einstellbar. Die maximale Förderleistung beträgt 3 l/min, bei Umgebungsdruck und 20 °C.
9	Druckbehälter Dieser fasste schätzungsweise 1 bis 2 l und war mit Füllkörpern gefüllt. Dadurch wurde die Durchmischung von Druckluft und Wasser verbessert und ermöglichte die Anreicherung während der Verweilzeit des Wassers im Behälter. Es konnten Überdrücke bis maximal etwa 5 bar eingestellt werden, je nach eingestellter Pumpenleistung.
10	Nadelventil Durch die Ventilstellung wird der Überdruck im Druckbehälter geregelt und dadurch auch der Volumenstrom des Druckwassers.

4.2 Vorversuche

4.2.1 Charakterisierung des Ausgangsmaterials

Partikelgrößenverteilungen des Ausgangsmaterials und Faseranteil nach DIN

Für die Erstellung der Partikelgrößenverteilungen wurden von jedem Material mehrere Stichproben genommen und zu einer Gesamtprobe vereint. Diese Probe wurde auf einen Siebturm gegeben und mit einer Wurfsiebmaschine¹ gesiebt. Die Siebzeit betrug 10 Minuten und die Amplitude 1,75 mm/„g“. Für die Partikelgrößenverteilung wurde die Masse des gesamten Materials eines Siebes verwendet, einschließlich der zum Teil entstandenen Faseragglomerate.

Für die Bestimmung des Anteils des freien Textils nach DIN CEN/TS 14243 wurden die bei der Siebung entstandenen Faserbälle abgesammelt gewogen und der Massenanteil bestimmt.

¹ Firma: Retsch; AS 200 control „g“

Handsortierung einer Probe der Grobfraction

Für die eigentlichen Flotationsversuche wurde vom Grobmaterial eine Masse von 359,75 g abgewogen und dann mit einem Probenteiler² in 16 Einzelproben geteilt und gewogen. Davon wurde eine Probe verwendet, um die Anteile an Gummi und Fasern quantitativ zu bestimmen. Sortiert wurden die Partikel nach dem Kriterium, wieviel sichtbares Fasermaterial sie enthielten. Die erhaltenen Teilmengen wurden gewogen und ihr Anteil an der Gesamtprobe bestimmt.

Bestimmung der Dichte der Fraktionen der Handsortierung

Um die in der Literatur angegebenen Werte zu überprüfen und um die verschiedenen Fraktionen der Handsortierung näher zu untersuchen, wurde deren Dichte bestimmt. Dies geschah mittels eines Gaspyknometers³.

4.2.2 Versuche zur Benetzbarkeit der Granulate

Normalerweise wird die Benetzbarkeit eines Materials über die Messung des Randwinkels bestimmt (siehe Kapitel 2.3.3). Aus den folgenden aufgeführten Gründen wurde auf dieses Vorgehen verzichtet.

Die hier vorliegenden Gummipartikel sind erstens nicht glatt, sondern haben teilweise eine sehr raue Oberfläche, zweitens haben sie partiell kleinere oder größere Faserbüschel oder auch Einzelfasern eingelagert. Diese Gegebenheiten haben Einfluss auf die Benetzung und können diese verändern. Außerdem stammt das Gummimaterial von verschiedenen Reifen, deren Stoffzusammensetzung unterschiedlich sein wird.

Gleiches gilt für die Fasermaterialien. Es ist nicht sichergestellt aus welchen Materialien die Fasern im Granulat bestehen und wie deren Anteil im Granulat ist. Auch die durch den kleinen Durchmesser bestimmte, stark gekrümmte Oberfläche hat einen großen Einfluss auf deren Benetzung.

Da es bei der Untersuchung der Benetzung hauptsächlich darauf ankam, die Granulate in ihrer vorliegenden Form zu untersuchen, wurde folgendermaßen vorgegangen. Fünf Gramm des Materials werden in ein Becherglas gegeben. Dann werden jeweils etwa 1,5 ml Netzmittel auf das Granulat gegeben. Anschließend wird das Ganze mit Wasser aufgefüllt und beobachtet wie sich das Material verhält. Befindet sich noch unbenetztes Material an der Oberfläche, so wird vorsichtig gerührt, um zu vermeiden, dass zu viel Luft in die Flüssigkeit gelangt. Wenn jetzt immer noch Partikel an der Oberfläche sind, wird das Gefäß verschlossen und kräftig geschüttelt. Zuerst werden die drei Granulate mit reinem Wasser untersucht. Danach erfolgt für das Feingranulat die Untersuchung verschiedener Netzmittel. Diese sind Ethanol, handelsübliches Spülmittel, das eine Mischung aus ionischen und nichtionischen Tensiden enthält, sowie TWEEN 20, ein nichtionisches Tensid, das sonst als Emulgator verwendet wird. Die dabei gemachten Beobachtungen werden beschrieben.

² Firma: Tyler; Typ 1, Lichte Weite 12,5 mm

³ Firma: POROTEC; Pycnomatic-ATC; Modell 01020001.04

4.2.3 Aufnahme der Pumpenkennlinien der Umlaufpumpe

Die Umlaufpumpe ist eine Membranpumpe⁴, wobei die Leistung von 10 bis 100 % stufenlos regelbar ist. Ein ungefährender Überblick über die eingestellte Leistung erfolgt dabei durch eine LED-Anzeige. Bei allen Messungen wurde die Leistung so eingestellt, dass die Anzeige kurz vor dem Aufleuchten einer weiteren LED war. Die Angabe der Leistung erfolgt in Prozent.

Für die Ermittlung der Pumpenkennlinien wurde für je eine Leistungseinstellung die Abhängigkeit des geförderten Volumenstroms vom Überdruck im Druckbehälter gemessen. Dafür wurde die Anlage genau gefahren, wie in den späteren Versuchen auch. Es wurde eine wässrige Lösung mit einer Tensidkonzentration von 0,234 g/l verwendet, wie sie in den meisten Versuchen verwendet wurde. Die Pumpe für den Materialtransport war abgeschaltet und die Öffnung für die Materialzuführung verschlossen. Die Umlaufleitung wurde unterbrochen, so dass die Pumpe aus einem externen Behälter Flüssigkeit ansaugte. Der Abzug für das Umlaufwasser am Becken wurde ebenfalls verschlossen.

Vor der eigentlichen Messung wurde der Prozess der Luftsättigung im Druckbehälter angefahren. Dann wurde für eine Pumpeneinstellung und einen Druck die Anlage angefahren und gewartet, bis sich ein stabiler Zustand eingestellt hatte. Die Bestimmung des Volumenstroms erfolgte durch die Messung des über den Überlauf abfließenden Wasservolumens in einer bestimmten Zeit. War eine Messung beendet, wurde der Überdruck neu eingestellt und vor dem Beginn der nächsten Messung gewartet, bis sich das System stabilisiert hatte.

Die Auswertung der Messergebnisse erfolgt in einem Diagramm. Die Darstellung der Kennlinien erfolgt, indem der Volumenstrom über den Druck für jede Pumpenleistung separat aufgetragen wird. Dieses Vorgehen weicht von der üblichen Darstellung ab, dient aber der besseren Übersicht im Vergleich zu anderen Versuchen.

4.2.4 Bestimmung der Blasengröße

Die Bestimmung der Größe der erzeugten Luftblasen erfolgte über die Messung der Aufstiegszeit. Der Ablauf des Versuches erfolgt ähnlich wie bei der Aufnahme der Pumpenkennlinien. Im Unterschied dazu förderte die Umlaufpumpe das Wasser hier direkt aus dem Becken. Nach dem Erzeugen eines stabilen Zustandes wird die Tiefe, mit der die Luftblasen die Kontaktzone füllen, gemessen. Dann wird die Anlage ausgeschaltet, indem die Umlaufpumpe abgeschaltet und das Nadelventil am Zulauf geschlossen wird. Ebenfalls wird jetzt die Zeitnahme gestartet. Das milchige Wasser wird im Gegenlicht beobachtet und die Zeit notiert, in der eine merkliche Farbveränderung erfolgt oder bis das Wasser so durchsichtig ist, dass Umrisse von dahinterliegenden Gegenständen wahrnehmbar werden. Diese Zeit wird definiert als die Zeit, die große Blasen brauchen, um aufzusteigen. Die zweite Zeitnahme erfolgt, wenn das Wasser im Becken wieder ganz klar ist. Diese Zeit repräsentiert dann die kleinen Luftblasen.

Dieser Ablauf wird für alle Messungen wiederholt. Es werden die gleichen Einstellungen von Umlaufpumpe und Überdruck vermessen, wie bei der Ermittlung der Pumpenkennlinie. Die Ermittlung der Blasengröße d_G erfolgt dann über die Stokes-Gleichung (Gleichung 8). Für die Berechnung werden die Stoffwerte von Luft und Wasser bei 20 °C verwendet.

⁴ Firma: KNF FLODOS; Liquiport, Typ: NF 1.300 KT.18S

$$d_G = \sqrt{18 \frac{\eta}{g} \frac{1}{(\rho_{Fl} - \rho_G)} \frac{h}{t}} \quad (8)$$

Außerdem werden die Luftblasen für ausgewählte Versuchspunkte unter dem Mikroskop vermessen. Dazu wird nach Erreichen des stabilen Zustandes, bei laufendem Betrieb, mit einer Pipette blasenhaltiges Wasser aus dem Flotationsbecken entnommen. Dies geschieht vorzugsweise im Bereich des an die Oberfläche tretenden Druckwasservolumenstroms.

4.2.5 Bestimmung des Luftgehaltes in der Kontaktzone

Die Anlage wird hier genauso betrieben wie bei der Abschätzung der Blasengröße. Für einige ausgewählte Einstellungen wird der Luftinhalt bestimmt. Dafür wird nach Erreichen eines stabilen Zustandes mit einem Messzylinder Wasser aus der oberen, milchigen Schicht entnommen. Der Zylinder fasst dabei ungefähr 700 ml. Bei der Entnahme muss darauf geachtet werden, dass sich möglichst wenig Schaum im Zylinder befindet. Dann wird der Zylinder mit der Öffnung nach unten auf den Boden des Beckens gestellt und gewartet, bis sich die eingesammelten Luftblasen abgesetzt haben. Die Anlage ist währenddessen abgeschaltet.

Nachdem sich die Luft abgesetzt hat, kann das Volumen der enthaltenen Luft abgelesen werden. Daraus wird dann der Luftanteil errechnet und mit dem theoretisch möglichen Wert verglichen. Falls der Anteil sehr klein ist, muss für eine genauere Bestimmung die Luft noch einmal in einen kleineren Zylinder umgefüllt werden.

4.3 Versuchsparameter und durchgeführte Versuchsreihen

Die Zahl der Parameter, die einen Einfluss auf das Ergebnis der Flotation haben können, ist sehr groß. Sie können nach drei Gesichtspunkten unterteilt werden. Zum einen sind die Anlagenparameter zu nennen. Dazu zählen Überdruck im Druckbehälter, Druckwasserstrom, Menge der erzeugten Luftblasen, die Geschwindigkeit der Materialzuführung oder die Verweilzeit der Partikel in der Kontaktzone. Daneben gibt es die verschiedenen Größen der Granulate. Ein weiteres Gebiet möglicher Parameter sind die verschiedenen einsetzbaren Flotationshilfsmittel. Diese können in verschiedenen Konzentrationen und Mischungen vorliegen.

Da dies eine enorme Vielzahl von Kombinationsmöglichkeiten bietet und diese den Umfang der Arbeit sprengen würden, wurden einige Flotationsparameter ausgewählt und untersucht. Diese werden folgend genannt und beschrieben. Dabei wurde versucht, nur den jeweils untersuchten Parameter zu variieren und alle anderen, wenn möglich, konstant zu halten.

Granulate

Als erstes wurden die drei Granulate flotiert, um den Einfluss der Partikelgröße auf das Trennergebnis festzustellen. Danach wurde nur noch mit dem Grobgranulat gearbeitet, da dort die Faserfraktion leicht erkennbar ist und so auch die quantitative Auswertung möglich ist.

Tensidkonzentration

Mit den im vorangegangenen Versuch benutzten Parametern für die Grobfraktion wird in dieser Versuchsreihe nur die Tensidkonzentration verändert. Diese wird in zwei Schritten verringert und die Auswirkungen auf das Trennergebnis beobachtet.

Pumpenleistung

Ausgangspunkt dieser Versuchsreihe sind wieder die Versuchsparameter aus der ersten Versuchsreihe für das Grobmaterial. Hier wird die Pumpenleistung schrittweise erhöht und damit auch der durchgesetzte Volumenstrom des Umlaufwassers. Alle anderen Parameter bleiben unverändert.

Pumpenleistung ohne Vorbenetzung durch Ethanol

Diese Versuchsreihe fährt alle Versuchsparameter der Anlage wie in der vorhergehenden ab. Auch die Tensidkonzentration bleibt konstant. Es wird untersucht, welchen Einfluss die Vorbenetzung mit Ethanol auf das Flotationsergebnis hat. Diese Versuchsreihe ist die einzige, in der das Ethanol nicht verwendet wurde. In allen anderen Versuchsreihen wurde es verwendet.

Überdruck im Druckbehälter

Diese Versuchsreihe startet bei der höchsten Pumpenleistung der vorangegangenen Versuchsreihe und erhöht dann mit jedem Versuch den Überdruck im Druckbehälter. Alle anderen Parameter sind, bis auf die Verwendung von Ethanol als Vorbenetzung, wie im letzten Versuch.

Verweilzeit

Für diesen Versuch ist der Ausgangspunkt der gleiche, wie im vorherigen Versuch. Hier wird mittels eines Rührers das Material wiederholt aufgewirbelt und so die Verweilzeit in der Kontaktzone verlängert. Es wird untersucht, ob sich eine Veränderung der Kontaktzeit auf das Trennergebnis auswirkt.

andere Parameter

Die im Folgenden genannten Parameter sollen nur genannt werden und wurden im Wesentlichen konstant gehalten. Die gemachte Aufzählung erhebt keinen Anspruch auf Vollständigkeit.

Die Zeitdauer der Materialzuführung wurde über eine Versuchsreihe möglichst konstant gehalten, ebenso wie der Volumenstrom der Materialzuführung. Dieser betrug bei jedem Versuch 200,6 ml/min. Diese beiden Parameter haben Einfluss auf die Menge des Materials, das sich gleichzeitig in der Kontaktzone befindet. Weiterhin ist die Temperatur zu nennen. Diese lag bei ungefähr 20 °C. Sie beeinflusst die Luftsättigung im Druckwasser, die Oberflächenspannung und damit die Benetzung der Partikel, die Stabilität des Schaums und die Stoffwerte des Wassers. Der pH-Wert lag bei 7, auch beim Einsatz von Tensid und Ethanol. Er kann Einfluss auf die Blasengröße und die im Wasser gebildete Potentialschicht eines Partikels haben. Dann ist noch der Füllstand der Luft im Druckbehälter zu nennen. Der mögliche Einfluss ist hier in der größeren oder kleineren Kontaktfläche zwischen Wasser und Luft zu sehen und damit auf die Menge der Luft in der Kontaktzone.

4.4 Versuchsdurchführung

4.4.1 Versuchsablauf

Der Versuchsablauf ist für fast alle Versuchsreihen gleich und wird in diesem Abschnitt beschrieben. Bevor der eigentliche Versuch stattfinden kann, müssen einige Vorarbeiten gemacht

werden. Zu diesen zählt die Herstellung der Flotationslösung für das Flotationsbecken und für den Vorlagenbehälter. Dann erfolgt das Anreichern des Wassers im Druckbehälter mit Luft, da dieser Prozess eine gewisse Anlaufzeit benötigt. Dafür wird das Entlüftungsventil geschlossen und die Druckluftzufuhr und das Nadelventil geöffnet. Die Umlaufpumpe wird angeschaltet. Nach einiger Zeit strömt dann milchig aussehendes Wasser ins Becken. Die Druckluft hat sich jetzt ausreichend im Wasser gelöst. Es wird noch einige Zeit gewartet und dann Nadelventil und Druckluftzufuhr geschlossen und die Pumpe abgeschaltet. Dabei wird auch der gewünschte Überdruck eingestellt.

Nun wird das zu flotierende Material vorbereitet. Es wird gewogen und dann mit Ethanol benetzt, so dass möglichst alles Material mit dem Netzmittel in Berührung kommt. Dafür wurde eine Laborflasche mit Spritzverschluss verwendet. Die benutzte Menge an Ethanol wird ebenfalls aufgenommen. Die Vorbereitungen sind mit diesem Schritt abgeschlossen. Für die Messungen ohne Vorbenetzung mit Ethanol wird die Probe nur gewogen.

Zu Beginn des eigentlichen Versuches wird das Nadelventil geöffnet und die Umlaufpumpe mit der gewünschten Leistung angeschaltet. Der Überdruck im Druckbehälter wird über das Nadelventil geregelt und auf den gewünschten Wert eingestellt. Es wird gewartet, bis sich stabile Bereiche von milchigem Wasser gebildet haben. Ist dies der Fall, wird die Pumpe für die Zulauflösung eingeschaltet und das Material in den Trichter gegeben. Die Messung der Flotationszeit beginnt, wenn die ersten Partikel am Zulauf des Beckens angekommen sind. Die Materialaufgabe in den Trichter erfolgt dabei löffelweise. Dies ist notwendig, um bei den kleinen Fraktionen die Beladung des Zulaufwassers besser steuern zu können. Bei der Grobfraction kommt es dagegen leicht zu einer Verstopfung des Zulaufes. Dem kann durch die portionsweise Zugabe vorgebeugt werden.

Ist alles Material zugeführt, werden die Pumpen abgeschaltet und das Nadelventil geschlossen. Jetzt wird auch die Zeit notiert. Dann wird der Schaum mitsamt der in ihm befindlichen Partikel abgestrichen. Dies geschieht mit Hilfe eines Spatels. Es wird darauf geachtet, dies möglichst vorsichtig zu machen, um nicht zu viele Verwirbelungen im Wasser zu verursachen. Danach wird der am Grund der Kontaktzone befindliche Rückstand abgezogen. Dies erfolgt mittels einer Absaugvorrichtung, bei der manuell der benötigte Unterdruck erzeugt wird. Nach der Entfernung des Schaummaterials und des Rückstandes befinden sich noch einzelne Partikel im Flotationsbecken. Diese haben sich entweder auf dem Grund der Absetzzone abgelagert oder sie schwimmen einzeln an der Wasseroberfläche. Dieser Rest wird ebenfalls mit der Absaugvorrichtung abgezogen.

Bei der Untersuchung der Kontaktzeit erfolgt ein Umbau der Anlage. Der ganze Teil der Materialzufuhr wird dafür nicht benötigt und abgebaut. Um das Material in der Kontaktzone in der Schwebe zu halten wird ein Rührer in dieser installiert. Er ist etwas seitlich von der Mitte angebracht, damit die Aufwärtsströmung nicht gänzlich gestört wird.

Die Vorarbeiten sind wie oben beschrieben. Allerdings muss keine Lösung für den Vorlagenbehälter hergestellt werden. Das Material wird wieder gewogen und mit Ethanol vorbenetzt. Danach wird das gesamte Material unter Zuhilfenahme eines Trichters direkt in das Becken gegeben. Der Trichter gewährleistet, dass die Teilchen nur in die Kontaktzone gelangen und dort

sedimentieren. Die Zugabe erfolgt bei klarem Wasser, damit die Partikel nicht jetzt schon mit den Luftblasen in Berührung kommen.

Dann erfolgt, wie bei den anderen Versuchen auch, die Einstellung von Überdruck bei gewünschter Pumpenleistung und von stabilen Bereichen des milchigen Wassers. Erst jetzt wird der Rührer eingeschaltet und die Zeitnahme gestartet. Nach einer vorgegebenen Zwischenzeit wird der Rührer ausgeschaltet, das Nadelventil geschlossen, die Pumpe ausgeschaltet und die Schaumpartikel abgezogen. Dieser Vorgang wird mehrere Male wiederholt, bis am Ende des Versuchs auch der Rückstand am Grund der Kontaktzone und auch der sogenannte Rest abgezogen werden.

4.4.2 Nachbehandlung der gewonnenen Fraktionen

Für die qualitative und quantitative Auswertung der gewonnenen Fraktionen hinsichtlich der Trennleistung müssen die gewonnenen Teilmengen noch weiter behandelt werden.

Zuerst wird das zusammen mit dem Material abgezogen Wasser abfiltriert. Dazu werden feinsmaschige Siebe mit einer Maschenweite von 63 μm verwendet. Nach dem Filtrieren wird das Material noch mit klarem Wasser gespült, um die Tensidreste abzuwaschen und um den Schaum größtenteils zu entfernen. Dann erfolgt die Trocknung im Trockenschrank bei 60 bis 80 °C. Nach einer Stunde ist das Material getrocknet und wird dann mit dem Sieb gewogen. Aus der Differenz zum leeren Sieb ergibt sich dann die Masse die auf dem Sieb vorliegt. Aus den gemessenen Werten werden die Massenanteile der Fraktionen bestimmt und grafisch dargestellt.

Das Material auf den Sieben wird fotografisch dokumentiert und die Zusammensetzung beschrieben. Einzelne Versuche mit dem Grobgranulat werden anschließend von Hand sortiert, um die Faser- und Gummianteile auch quantitativ beschreiben zu können. Ebenfalls wird der Rückstand ausgewählter Versuche im Siebturm gesiebt und eine Partikelgrößenverteilung erstellt.

5 Ergebnisse und Diskussion

5.1 Vorversuche

5.1.1 Charakterisierung des Ausgangsmaterials

Partikelgrößenverteilungen des Ausgangsmaterials und Faseranteil nach DIN CEN/TS 14243

Abbildung 21 stellt die gemessenen Punkte der Größenverteilungen der einzelnen Granulate im RRSB-Netz dar. Zur besseren Unterscheidbarkeit wurde auch jeweils eine Ausgleichsgerade eingezeichnet. Die Steigungen der Geraden sind ein Maß für die Streubreite der jeweiligen Verteilung und sind für alle Granulate ungefähr gleich groß. Ebenfalls ist erkennbar, dass sich die Granulate in ihren Partikelgrößen überschneiden. Es gibt also Partikelgrößen, die sowohl im Grobgranulat als auch im Mittelgranulat vorkommen.

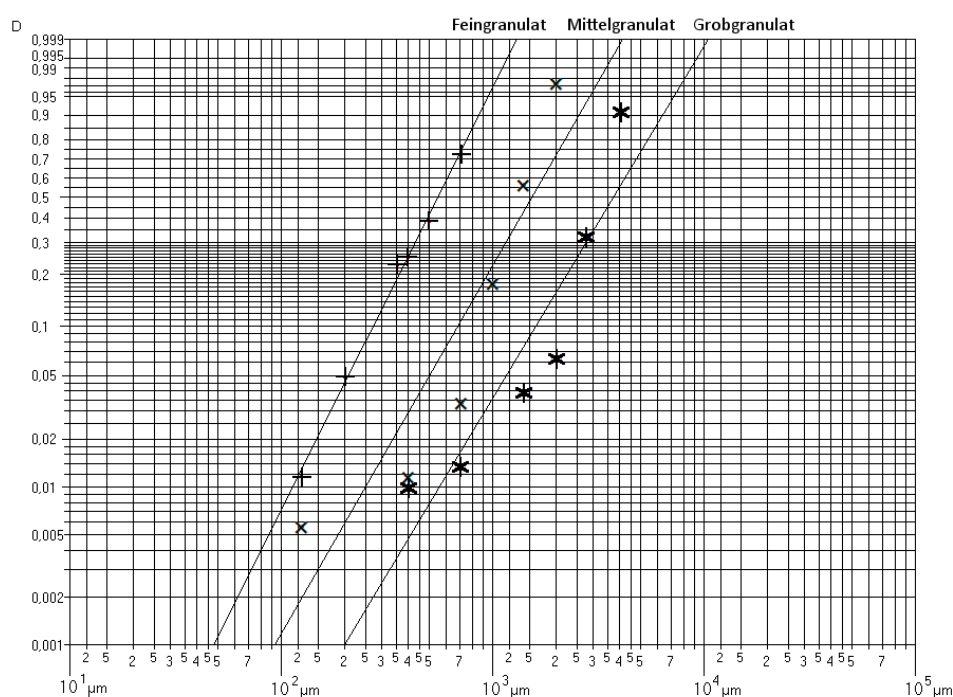


Abbildung 21: Partikelgrößenverteilung der Granulate im RRSB-Netz

Die spezifische Oberfläche wird normalerweise durch Lageparameter, Steigung der Geraden und Formfaktor bestimmt. Der Lageparameter ist die Partikelgröße, bei der die Summenverteilung einen Wert von 0,632 annimmt. Unter der Annahme, dass die Formfaktoren für alle Granulate ähnliche Werte haben, kann folgende Aussage getroffen werden. Bei den untersuchten Granulaten nimmt die spezifische Oberfläche vom Grobgranulat zum Feingranulat hin immer mehr zu.

Die Anteile des freien Textils an den Granulaten, bestimmt durch die Methode des „kleinen Balls“ ist in Tabelle 5 dargestellt.

Tabelle 5: Bestimmung des Faseranteils nach DIN CEN/TS 14243

	Feingranulat	Mittelgranulat	Grobgranulat
Massenanteil des freien Textils [%]	0,00	0,65	4,29

Die Messwerte der zugrunde liegenden Siebanalysen sind in Tabelle 17 im Anhang B aufgeführt.

Der größte freie Textilanteil wurde für das Grobgranulat ermittelt. Bei der Siebung entstanden auf fast allen Sieben Agglomerate. Diese waren von der strukturellen Beschaffenheit sehr unterschiedlich. Auf den gröberen Sieben haben sich leicht zerfallende Agglomerate mit einem hohen Gummianteil gebildet. Auf den feinmaschigeren Sieben bildeten die Fasern filzige Kugeln. Abbildung 22 zeigt die nach der Siebung der Grobfraktion gefundenen Faseragglomerate.

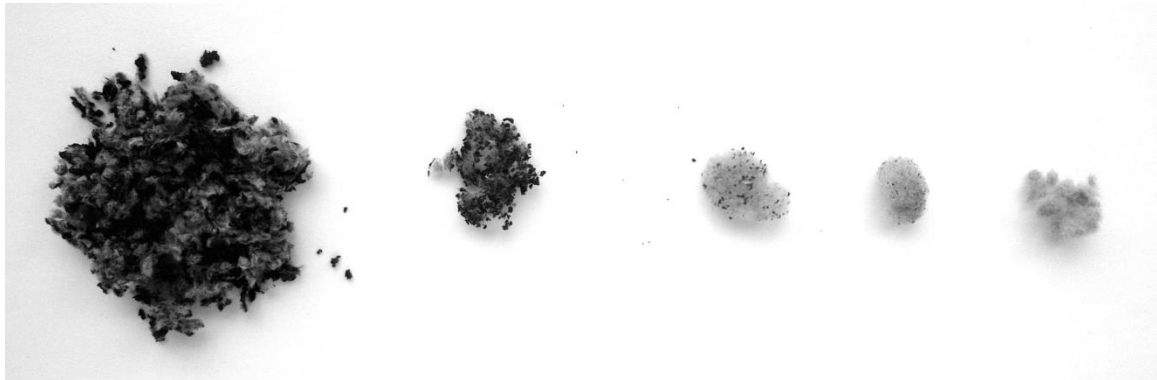


Abbildung 22: Faseragglomerate aus der Siebung des Grobgranulats

Für das Mittelgranulat wurde ein deutlich geringerer Anteil an freiem Textil ermittelt. Auch hier bildeten sich auf fast allen Sieben Agglomerate. Die Fasern bildeten überwiegend filzartige Kugeln, die zahlreicher, aber kleiner als beim Grobgranulat waren. Für das Feingranulat ergab sich ein Wert von 0 % für den freien Textilanteil. Es bildeten sich nur auf wenigen Sieben vereinzelt Filzkugeln. Diese waren von sehr geringer Größe und mit den verwendeten Waagen nicht messtechnisch bestimmbar.

Handsortierung einer Probe der Grobfraktion und Dichtebestimmung der Teilmengen

Bei der Handsortierung entstanden fünf Teilmengen, die im Folgenden näher beschrieben werden. Tabelle 6 stellt dabei die gefundenen Massenverhältnisse und deren prozentuale Anteile dar.

Tabelle 6: Anteile charakteristischer Partikelklassen des Grobgranulats

		glatte Gummi- partikel	Gummi- partikel mit Filamenten umschlossen	Rest, bestehend aus sehr kleinen Gummi- partikeln	Gummi- partikel mit großem Faseranteil	reine Faser- partikel und Fasern mit wenig Gummian- haftungen	Gesamt- probe
Masse	[g]	14,43	2,9	0,48	1,2	0,53	19,59
	[%]	73,85	14,84	2,46	6,14	2,71	
		Gummianteil			Faseranteil		
Masse	[g]	17,81			1,73		
	[%]	91,15			8,85		

Den mit fast 74 % größten Massenanteil bildeten Gummipartikel, die an ihrer Oberfläche im Wesentlichen frei von Fasern waren und eine glatte Oberfläche hatten. Dem folgten, mit einem Anteil von fast 15 %, Partikel, die von feinen Filamenten umlagert waren. Beispiele für diese Partikel sind in Abbildung 13 im Kapitel 3.1 zu sehen. Zusammen mit einem Rest von sehr kleinen Gummipartikeln, die aufgrund ihrer Größen nicht mehr eindeutig zugeordnet werden konnten, bildeten die eben geschilderten Partikelarten das Gummimaterial des Grobgranulats. Somit bestand die Probe zu 91,15 % aus Gummi.

Die restlichen 8,85 % der Probenmasse bildeten die Faserpartikel. Dazu zählten auch Gummiteilchen, die große Faserbüschel eingelagert hatten. Mit einem Anteil von ungefähr sechs Prozent hatten sie den größten Anteil am Fasermaterial. Die restlichen Fasern waren entweder gänzlich frei von Gummimaterial oder hatten nur wenig Gummi anhaften.

Tabelle 7: ermittelte Dichten charakteristischer Partikelklassen des Grobgranulats

Dichte [g/cm ³]			
glatte Gummipartikel	Gummipartikel mit Filamenten umschlossen	Gummipartikel mit großem Faseranteil	reine Faserpartikel und Fasern mit wenig Gummianhaftungen
1,19	1,25	1,32	1,77

Tabelle 7 zeigt die ermittelten Dichten der sortierten Teilmengen aus der Handsortierung. Dabei ist erkennbar, dass die Dichte mit zunehmendem Faseranteil ebenfalls zunimmt.

5.1.2 Versuche zur Benetzbarkeit der Granulate

Die Benetzung der Granulate mit reinem Wasser erfolgt für alle drei Granulate. Alle Granulate waren schwer bis gar nicht mit Wasser benetzbar. Das Grob- und Mittelgranulat schwamm auf dem Wasser auf. Der Flüssigkeitsspiegel lag dabei im unteren Bereich der Schüttung, so dass sich nicht viele Partikel unterhalb des Wasserspiegels befanden. Beim Rühren mit einem Glasstab war zu beobachten, dass die Partikel gut daran hafteten. Ansonsten war durch das Rühren kein Effekt zu beobachten. Durch das anschließende Schütteln des geschlossenen Behälters waren mehr Partikel benetzt als vorher.

Nachdem auf das Feingranulat das Wasser gegeben wurde, befand sich das gesamte Material unter der Wasseroberfläche. Dieses war dort allerdings nicht benetzt, sondern war von einer Luftschicht umgeben und haftete in großen Fladen an der Glasoberfläche des Bechers. Die gut zu sehende Kontaktfläche zwischen Material und Glas war vollkommen frei von Wasser. Dies ist in Abbildung 23 a) gezeigt. Durch Rühren und Ankratzen mit einem Glasstab war es mit einiger Anstrengung möglich das Material vom Glas abzulösen. Dann schwamm es, wie bei den anderen Granulaten, auf der Oberfläche. Auch dort war der Kontakt von Material zum Wasser größtenteils mit einer Luftschicht blockiert, wie in Abbildung 23 b) zu sehen ist. Nach dem Schütteln des Becherglases schwimmt der größte Teil der Partikel noch immer an der Oberfläche. Allerdings ist der Wasserspiegel in der Schüttung nach oben gewandert, so dass das meiste Material unter der Wasseroberfläche liegt. Das wenige, abgesunkene Material hat untereinander Agglomerate gebildet. Dies ist in Abbildung 24 links im Bild zu sehen.



a)



b)

Abbildung 23: Benetzung des Feinmaterials mit Wasser; a) nach Auffüllen mit Wasser, b) nach Rühren

Das Ergebnis der Benetzung des Feingranulats mit verschiedenen Tensidlösungen ist in Abbildung 24 gezeigt. Auf der linken Seite ist zum Vergleich der Benetzungsversuch mit reinem Wasser abgebildet. Im mittleren Becherglas ist das verwendete Tensid TWEEN 20. Nach der Zugabe des Tensids auf das trockene Material und der anschließenden Zugabe von Wasser, ist etwa die Hälfte der Partikel abgesunken und die anderen schwimmen unter der Oberfläche der Lösung. Durch Rühren setzen sich weitere Partikel am Boden ab. Am Glasstab haften nur wenige Partikel. Nach dem Schütteln und dem Zerfallen des entstandenen Schaums sind die meisten Partikel abgesunken und nur wenige schwimmen unter der Oberfläche. An einigen Gummiteilchen sind Luftblasen zu sehen. Einige Gummipartikel befinden sich in der Schwebelage, wie im Bild erkennbar ist. Die Bildung von Agglomeraten wurde nicht beobachtet.

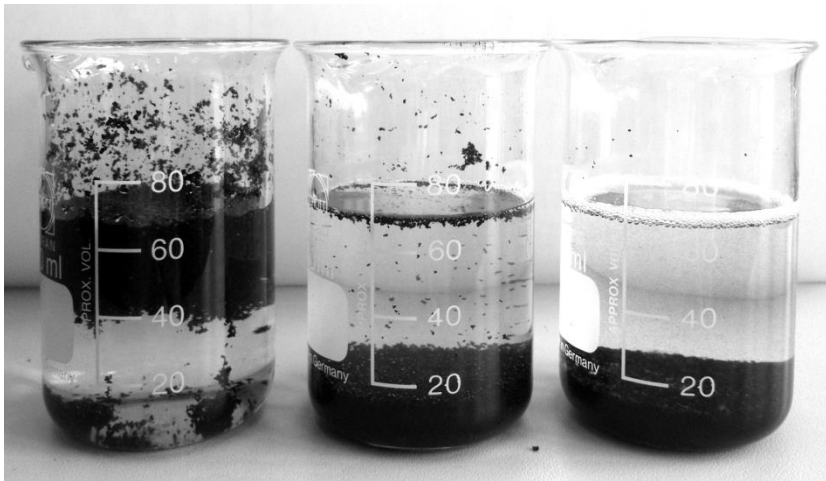


Abbildung 24: Benetzung des Feingranulats; von links nach rechts: mit reinem Wasser, mit Tensidlösung (TWEEN 20), mit Tensidlösung (Spülmittel)

Beim Versuch, der rechts im Bild gezeigt ist, wurde ein handelsübliches Spülmittel verwendet. Nach der Zugabe von Tensid und Wasser, schwimmt das Material zunächst auf der Oberfläche und nach und nach setzt sich fast das gesamte Material am Boden des Becherglases ab. Beim anschließenden Rühren steigen aus dem sedimentierten Material kleine Luftbläschen auf. Am Glasstab haften keine Gummipartikel. Nach dem Schütteln und dem weitestgehenden Zerfall des

Schaums haben sich alle Partikel am Boden des Bechers abgesetzt. Es sind keine anhaftenden Luftblasen zu erkennen. Die Bildung von Agglomeraten wurde ebenfalls nicht beobachtet.

Die Versuche zur Benetzung mit Ethanol und Wasser ist in Abbildung 25 zu sehen. Ganz links im Bild ist erneut die Benetzung mit reinem Wasser im Vergleich gezeigt. Im mittleren Glasbecher wurde trockenes Granulat mit wenig Ethanol benetzt und dann mit Wasser aufgefüllt. Ein Teil des Materials ist jetzt gut benetzt und der andere Teil verhält sich wie bei der Benetzung mit reinem Wasser und haftet am Glas. Nach Rühren und Schütteln sind alle Partikel soweit benetzt, dass sie unter der Wasseroberfläche sind, jedoch ist etwa nur die Hälfte des Granulats abgesunken. Der andere Teil schwimmt im oberen Teil des Becherglases. Zudem bilden die Partikel auch hier Agglomerate, und es finden sich Luftblasen an ihnen. Dieser Versuch zeigt insgesamt ein ähnliches Erscheinungsbild wie der Versuch mit reinem Wasser.

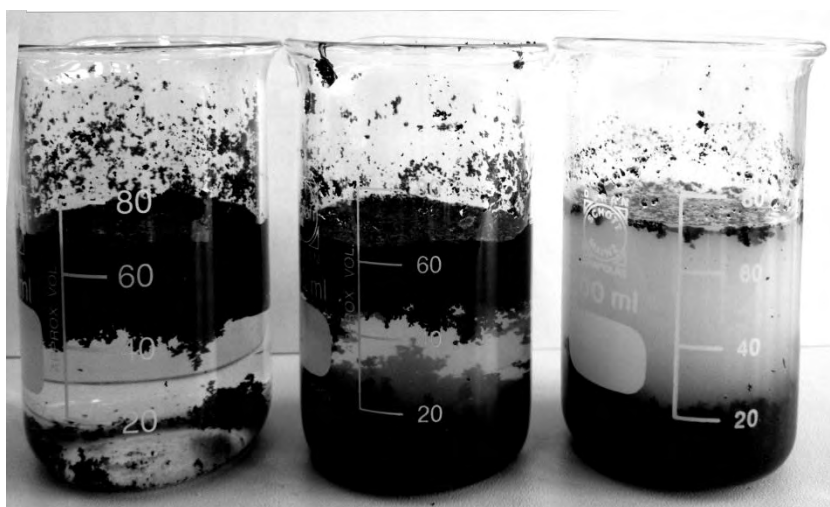


Abbildung 25: Benetzung des Feingranulats; von links nach rechts: mit reinem Wasser, mit wenig Ethanol und Wasser, mit viel Ethanol und Wasser

Zum trockenen Granulat des Behälters rechts in Abbildung 25 wurde zunächst so viel Ethanol gegeben, damit das Material vollständig bedeckt war. Die Partikel waren sofort gut benetzt und blieben ohne Anhaftung von Luftblasen am Boden des Gefäßes liegen. Es zeigte sich keine Bildung von Agglomeraten. Das farblose Ethanol färbte sich durch den Kontakt mit dem Granulat gelblich-bräunlich, blieb aber weiterhin durchsichtig. Die Abbildung zeigt den Zustand, nachdem das mit Ethanol benetzte Material mit Wasser vermischt wurde. Es entstand eine undurchsichtige, gelbliche Flüssigkeit. Die Partikel blieben zu einem Großteil abgesunken, bildeten aber wieder Agglomerate an denen teilweise Gasblasen angelagert waren. Die Agglomerate waren auch kleiner als beim Versuch mit weniger Ethanol.

5.1.3 Aufnahme der Pumpenkennlinien

Abbildung 26 zeigt die gemessenen Volumenströme des Druckwasservolumenstroms bei verschiedenen Überdrücken und Leistungsaufnahmen. Dabei sind die in den Flotationsversuchen gefahrenen Punkte mit den genaueren Werten des Volumenstroms markiert.

Es ist zu sehen, dass bei gleichem Druck mit zunehmender Leistung der Pumpe auch der geförderte Volumenstrom steigt. Für die einzelne Pumpenleistung nimmt mit zunehmendem Druck der Volumenstrom ab. Der für eine Leistung dargestellte maximale Druck kennzeichnet den Be-

triebspunkt, bei dem die Pumpe noch stabil gearbeitet hat. Wurde der Druck weiter erhöht, so stellt die Pumpe ihre Arbeit ein.

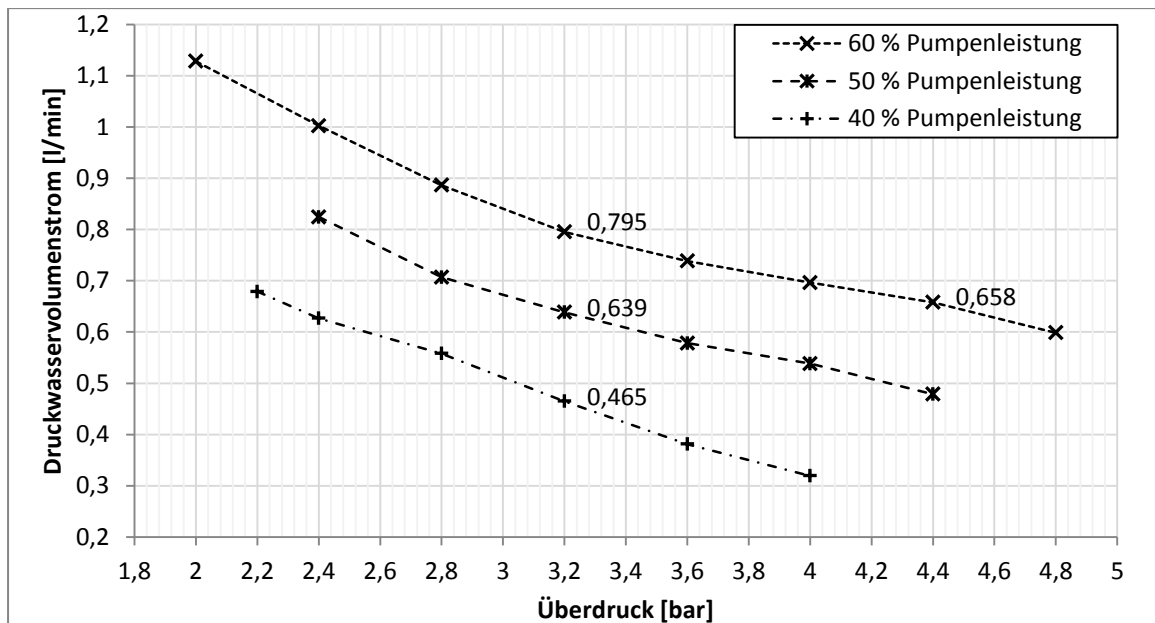


Abbildung 26: Pumpenkennlinien für verschiedene Leistungsaufnahmen

Die genauen Messwerte und die ermittelten Volumenströme sind in Tabelle 18 in Anhang B zu finden. In der gleichen Tabelle sind auch die Werte für die Bestimmung der Blasengröße dargestellt.

5.1.4 Bestimmung der Blasengröße

In Abbildung 27 bis Abbildung 29 sind die aus der Messung der Aufstiegszeiten ermittelten Blasengrößen über dem Überdruck aufgetragen. Aus Gründen der Übersichtlichkeit ist diese Abhängigkeit für jede der drei Pumpenleistungen gesondert dargestellt.

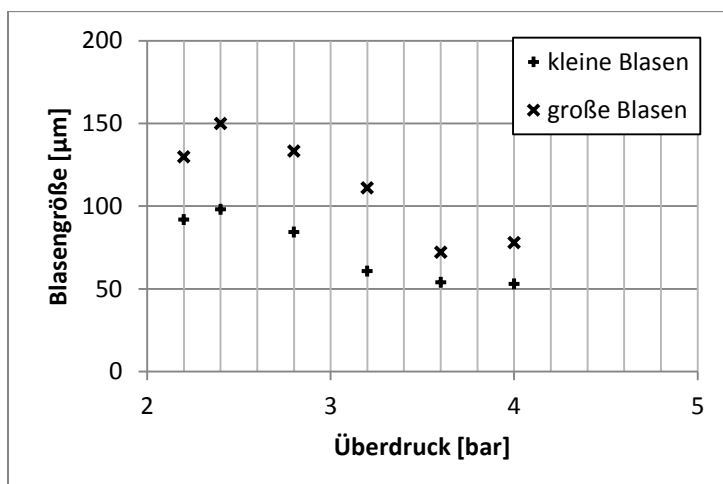


Abbildung 27: Blasengröße in Abhängigkeit des Überdrucks bei einer Pumpenleistung von 40 %

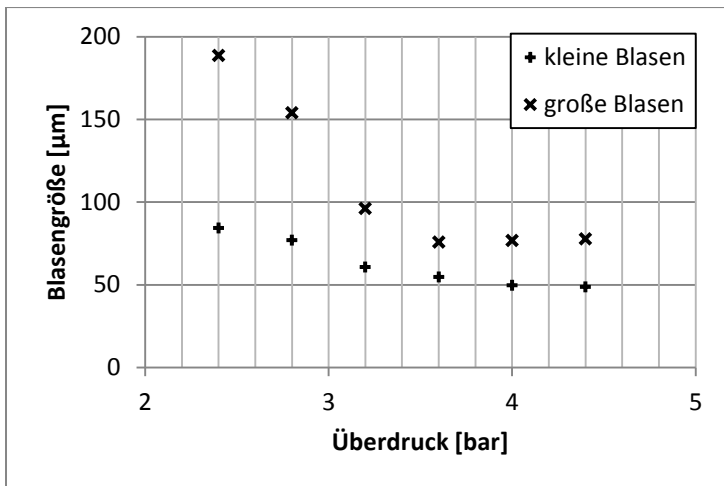


Abbildung 28: Blasengröße in Abhängigkeit des Überdrucks bei einer Pumpenleistung von 50 %

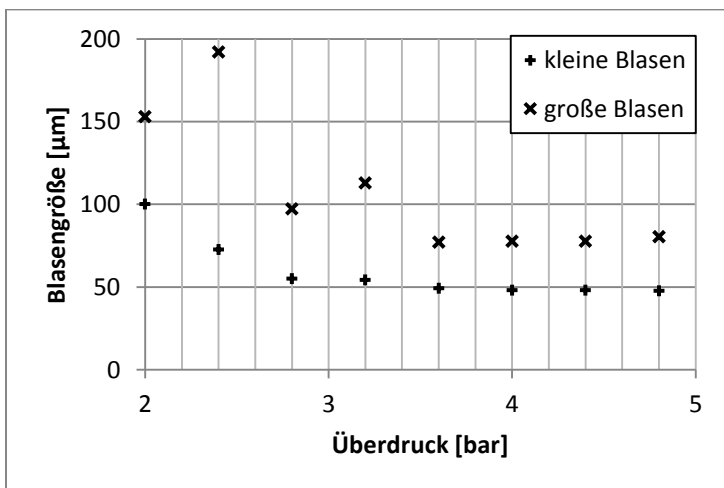


Abbildung 29: Blasengröße in Abhängigkeit des Überdrucks bei einer Pumpenleistung von 60 %

Bei allen untersuchten Pumpenleistungen nimmt mit steigendem Druck die Größe der kleinen und auch der großen Blasen ab. Mit zunehmendem Druck erreicht dann die Blasengröße einen Bereich, der konstant ist. In diesem Bereich liegt der Durchmesser bei 50 - 80 µm. Dieses Verhalten ist für alle drei untersuchten Pumpenleistungen zu beobachten. Vor Allem bei den großen Blasen sind im unteren Druckbereich teilweise große Schwankungen in der Größe ermittelt worden.

In Abbildung 30 sind Mikroskopaufnahmen der bei verschiedenen Überdrücken entstandenen Luftblasen zu sehen. Diese weisen keine erkennbaren Unterschiede in ihrer Größe auf. Auch die Größenverteilung scheint ähnlich zu sein. Bei den vermessenen Blasen bei 4,4 bar Überdruck ist die kleinste mit 15 µm und die größte mit 54 µm gemessen worden.

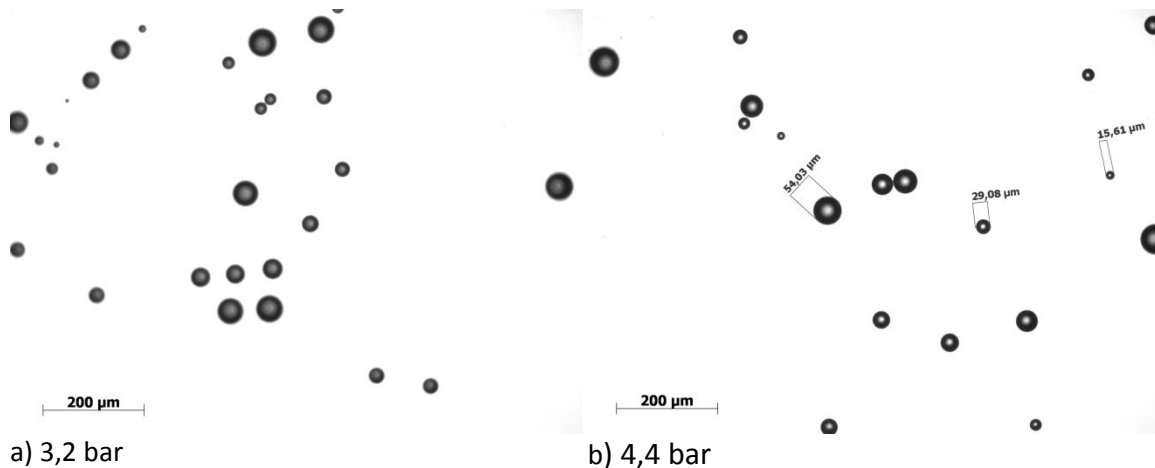


Abbildung 30: Blasengröße bei verschiedenen Überdrücken und einer Pumpenleistung von 60 %

5.1.5 Bestimmung des Luftgehaltes in der Kontaktzone

Das Gesamtvolumen des verwendeten Messzylinders fasst 643 ml. Die gemessenen Luftvolumina und die daraus folgenden Volumenanteile sind in Tabelle 8 dargestellt. Die Luftvolumina weisen eine große Schwankungsbreite auf. So liegen der kleinste und der größte gemessene Wert fast um den Faktor drei auseinander. Werden die Werte der Volumenanteile betrachtet, so kann festgestellt werden, dass diese zwischen 0,62 und 1,79 % liegen. Der Luftanteil im milchigen Wasser ist damit sehr gering.

Tabelle 8: gemessener Luftinhalt des milchigen Wassers

Pumpenleistung [%]	Überdruck [bar]	Luftvolumen im Messzylinder [ml]	Volumenanteil der Luft [%]	Mittelwert der Luftvolumenanteile [%]	
50	3,2	6	0,93	1,05	
		7,5	1,17		
60	3,2	6,5	1,01	1,27	
		7,5	1,17		
		10,5	1,63		
	4,4	4,4	4	0,62	1,14
			5,5	0,86	
			11,5	1,79	
			8	1,24	
		7,5	1,17		

5.2 Diskussion der Vorversuche

Charakterisierung des Ausgangsmaterials

Aus den Partikelgrößenanalysen ist entnommen worden, dass die spezifische Oberfläche, welche unter anderem ein Feinheitsmerkmal ist, mit kleiner werdender Größe des Granulats zunimmt. Dies muss auch so sein, da bei kleinen Partikeln das Verhältnis von Oberfläche und Volumen größer ist, als bei einem großen Partikel. Dies gilt auch für die Partikel eines einzelnen Granulats für sich betrachtet.

Ein anderer, nicht durch die Partikelgrößenanalyse ersichtlicher Einflussfaktor, ist die Oberflächenbeschaffenheit. Die gefundenen Partikel waren teilweise sehr zerklüftet. Dadurch erhöht sich die spezifische Oberfläche sehr. Auch die angelagerten Fasern vergrößern die spezifische Oberfläche eines Partikels. Bei der Frage in welchem Maß dies geschieht, kann lediglich die Aussage getroffen werden, dass aufgeschlossene Cordfäden eine größere Oberfläche besitzen als noch intakte Cordfäden.

Bei der Bestimmung des freien Textilanteils nach DIN CEN/TS 14243 wurden für die drei Granulate sehr verschiedene Werte ermittelt. Das Grobgranulat wies dabei mit 4,29 % den höchsten Wert auf. Das lag unter anderem daran, dass sich noch einiges an Gummimaterial in den Agglomeraten befunden hat, speziell auf den weitmaschigen Sieben. Der hier ermittelte Wert für den freien Textilanteil im Grobgranulat wird als richtig angesehen und für die abschließende Betrachtung am Ende der Arbeit als Referenzwert verwendet.

Beim Feingranulat bildeten sich nur vereinzelt sehr kleine Faserbälle, so dass eine messtechnische Erfassung nicht mehr möglich war. Beim genaueren Betrachten der Siebe ergab sich, dass sich viele Fasern noch auf dem Sieb befanden und sich aber nicht zu Bällen geformt hatten. Teilweise waren die Fasern im Siebgitter verwoben oder bildeten mit dem restlichen Material eine flache Schicht. Aus den Beobachtungen für das Feingranulat lässt sich sagen, dass die Methode des „kleinen Balls“ nicht immer zuverlässig funktioniert und kritisch hinterfragt werden muss.

Aus der Handsortierung ergaben sich ein Faseranteil von 8,85 % und ein Gummianteil von 91,15 %. Diese Werte sind aber nicht mit den im Reifen eingesetzten Massenanteilen vergleichbar, da das hier untersuchte Granulat einerseits schon diverse Verarbeitungsschritte durchlaufen hat. Andererseits zählte bei der Sortierung auch Gummi, welches an eine grobe Faser gebunden war, mit zum Faseranteil.

Hier muss noch einmal klargestellt werden, dass der freie Textilanteil nach DIN CEN/TS 14243 anders definiert ist, als der in dieser Arbeit verwendete Begriff des Faseranteils. Der freie Textilanteil bezeichnet den Anteil an Textil, der sich ergäbe, wenn Textil und Gummi restlos voneinander getrennt werden könnten. Der in der Arbeit benutzte Begriff des Faseranteils bezeichnet dagegen all diejenigen Partikel, welche sich nicht zum faserfreien Material zählen lassen.

Die für die Dichten ermittelten Werte der Faserpartikel stimmen nicht sehr gut mit Literaturwerten überein, liegen aber noch im tolerierbaren Bereich. Erwartet wurde für die faserreichsten Partikel ein Wert ungefähr $1,3 - 1,4 \text{ g/cm}^3$ (siehe Tabelle 3, Kapitel 2.1.2). Der gemessene Wert von $1,77 \text{ g/cm}^3$ liegt etwas höher. Es ist aber denkbar, dass sich im Fasermaterial auch noch

Fremdkörper, wie sehr dünner Stahldraht oder kleine Steinchen eingelagert hatten. Diese und auch andere Verunreinigungen wurden während der Versuche immer wieder gefunden. Dazu gehörten auch Getreidekörner und deren Spelzen.

Versuche zur Benetzbarkeit der Granulate

Die Versuche mit Wasser führen zu der Schlussfolgerung, dass das Material einen hydrophoben Charakter hat. Dies ergibt sich aus den Beobachtungen, dass das Material zu Beginn der Versuche immer auf dem Wasser aufschwamm oder an der Glaswand des Behälters haftete. Beim weiteren Fortschreiten der Versuche, und zunehmender Benetzung durch Wasser, zeigte sich die Bildung von Partikelagglomeraten. Die Partikel haften lieber aneinander und bringen auf diese Weise möglichst wenig Oberfläche mit Wasser in Kontakt. Dieses Verhalten deutet ebenfalls auf eine hydrophobe Oberfläche hin.

Dass sich die schlechte Benetzung beim Feingranulat am stärksten ausgewirkt hat, liegt an der geringen Größe der Partikel. Hier ist der Einfluss der Gravitationskräfte im Vergleich mit den anderen Granulaten am geringsten.

Alle Versuche mit Wasser wiesen mit der Zeit eine verbesserte Benetzung auf. Dies kann an der durch Schütteln zusätzlich eingebrachten Energie oder an der Einwirkzeit liegen. Es wird davon ausgegangen, dass beide Effekte zusammen wirksam sind.

Die Versuche mit den Tensiden zeigen, dass das Spülmittel bessere Benetzung des Materials hervorbringt als TWEEN20. Es liegt die Vermutung nahe, dass dies an der Art der verwendeten Tenside liegt. Spülmittel ist dafür konzipiert eine möglichst gute Benetzung auf allen Oberflächen zu gewährleisten und dadurch eine gute Reinigungsleistung. Spülmittel bestehen daher aus einer Mischung ionischer und nichtionischer Tenside. Die unterschiedlich gute Benetzung kann darauf zurückzuführen sein, dass das Spülmittel die Oberflächenspannung stärker herabsetzen kann als TWEEN 20.

TWEEN20 ist ein nichtionisches Tensid und wird hauptsächlich als Emulgator eingesetzt. Das Tensidmolekül benötigt wegen seines Aufbaus mehr Platz als ein ionisches Tensid. Aufgrund seines größeren Platzbedarfs, ist es denkbar, dass es sich an der Materialoberfläche nicht so umfassend anlagern kann. Ein Hinweis darauf ist, dass bei den Vorversuchen Luftblasen an den Gummipartikeln zu finden waren. Beim Spülmittel waren keine Luftblasen am Material zu beobachten.

Der Luft scheint es also leichter möglich, sich bei der Verwendung eines nichtionischen Tensids anzulagern. Aufgrund dieser Beobachtungen wurden die Flotationsversuche ausschließlich mit TWEEN 20 durchgeführt, da die Anlagerung von Luftblasen erwünscht ist. TWEEN 20 wird in den folgenden Flotationsversuchen nur noch als Tensid bezeichnet wird.

Bei den Versuchen mit Ethanol zeigt die Benetzung mit reinem Ethanol die beste Benetzung. Dies ist durch die geringere Oberflächenspannung begründet. Denkbar ist aber auch, dass der unpolare Teil des Ethanols, also der Teil, an dem sich nicht die OH-Gruppe befindet, zur Materialoberfläche hin ausrichtet und es dadurch besser benetzbar macht.

Bei der Zugabe von Wasser änderte sich das Verhalten des Materials dahingehend, dass sich wieder Agglomerate bildeten. Da die Agglomerate bei geringerer Konzentration des Ethanol größer waren, ist davon auszugehen, dass diese einen großen Einfluss auf die Benetzbarkeit hat. Es wird vermutet, dass das Ethanol von der Partikeloberfläche wieder abgewaschen oder zumindest stark verdünnt wird.

Um bei den Flotationsversuchen eine genügend große Anfangsbenetzung zu gewährleisten, wurde die Vorbehandlung mit Ethanol gewählt. Dieses sollte lediglich die unzureichende Anfangsbenetzung durch das verwendete Tensid kompensieren. Es wurde angenommen, dass sich dessen benetzende Wirkung mit zunehmender Verdünnung durch die Flotationslösung sozusagen „abwäscht“.

Aufnahme der Pumpenkennlinien

Die Leistung konnte nur stufenlos und nur über eine grobe Anzeige geregelt werden. Es wurde aber darauf geachtet, immer die obere Leistung eines Leistungsbereichs zu verwenden. Messunsicherheiten ergaben sich auch durch die aufgetretenen Druckschwankungen. Bei der Regelung des Drucks wurde versucht, die Schwankungen in einem Bereich von $\pm 0,2$ bar zu halten. Einige Betriebspunkte erwiesen sich dabei als stabiler und weniger regelbedürftig als andere.

Bestimmung der Blasengröße

Als erstes ist zu bemerken, dass die Bereiche der Blasengröße aus Aufstiegsmethode und Mikroskopmessungen dicht beieinander liegen. Sie treffen sich bei $50 \mu\text{m}$. Dieser Durchmesser stellt für die Aufstiegsmethode die untere Grenze dar. Die unter dem Mikroskop beobachteten Blasen waren maximal $50 \mu\text{m}$ groß, zum Teil aber auch um einiges kleiner.

Die mittels Mikroskop ermittelten Größen sind lediglich Stichproben mit sehr kleinem Bildausschnitt. Daher sind sie statistisch nicht repräsentativ, stellen aber eine andere Methode für die Verifizierung der Ergebnisse zu Verfügung. Die nach der Aufstiegsmethode bestimmten Durchmesser repräsentieren die Gesamtheit aller Luftblasen im Flotationbecken. Bei der Berechnung werden jedoch einige Annahmen getroffen, die zu Abweichung in der Blasengröße führen können. Zum einen werden die Stoffwerte für reines Wasser und reine Luft verwendet, zum anderen gilt die Stokes-Gleichung strenggenommen nur für Einzelpartikel.

Wird die Geschwindigkeit eines Partikelschwarms im Gegensatz zu der eines Einzelpartikels betrachtet, so weist der Schwarm trotz gleicher Partikelgröße eine geringere Geschwindigkeit auf als das Einzelpartikel. Dies liegt an einer sich aufbauenden Gegenströmung in der umgebenden Flüssigkeit, die die Partikel im Schwarm zusätzlich behindert. Die Schlussfolgerung daraus ist, dass die Blasen größer wären als errechnet.

Ein weiterer Einfluss auf die Aufstiegs geschwindigkeit ist im Aufbau des Flotationsbeckens begründet. Dort herrscht noch einige Zeit nach dem Abstellen der Pumpe eine großräumige Zirkulation vor, die die Luftblasen bei ihrem Aufstieg behindern aber auch unterstützen kann. Allerdings wird davon ausgegangen werden, dass der Einfluss durch die Strömung relativ gering ist.

Abschließend für die Messung der Blasengröße ist zu sagen, dass ein Blasendurchmesser von ungefähr 50 µm, der zudem die Schnittmenge aus beiden Methoden ist, ein gutes Ergebnis darstellt. Die gefundenen Literaturwerte liegen zwischen 50 und 80 µm (siehe Kapitel 2.3.2).

Bestimmung des Luftgehaltes in der Kontaktzone

Trotz der großen Schwankungen zwischen den Messwerten liefern sie eine gute Abschätzung des Luftgehaltes. Es kann davon ausgegangen werden, dass dieser für alle durchgeführten Versuche unter 2 % liegt. Zudem kann gesagt werden, dass auch für die geringeren Werte des Luftanteils ausreichend viele Luftblasen für die Flotation zu Verfügung stehen, da der Zustrom an Partikeln sehr gering war. Die vorhandene Schaumschicht auf der Flüssigkeit stellt eine Fehlerquelle bei der Messung dar. Da der Zylinder durch die Schaumschicht geführt werden musste, konnten Schaumreste in den Zylinder gelangen und höhere Werte für den Luftinhalt vortäuschen. Die Schlussfolgerung, dass der Luftgehalt in der Kontaktzone unter 2 % liegt, wird dadurch nicht widerlegt.

5.3 Flotieren der einzelnen Größenklassen des Ausgangsmaterials

Abbildung 31 zeigt die Massenanteile der entstandenen Fraktionen nach der Flotation im Überblick.

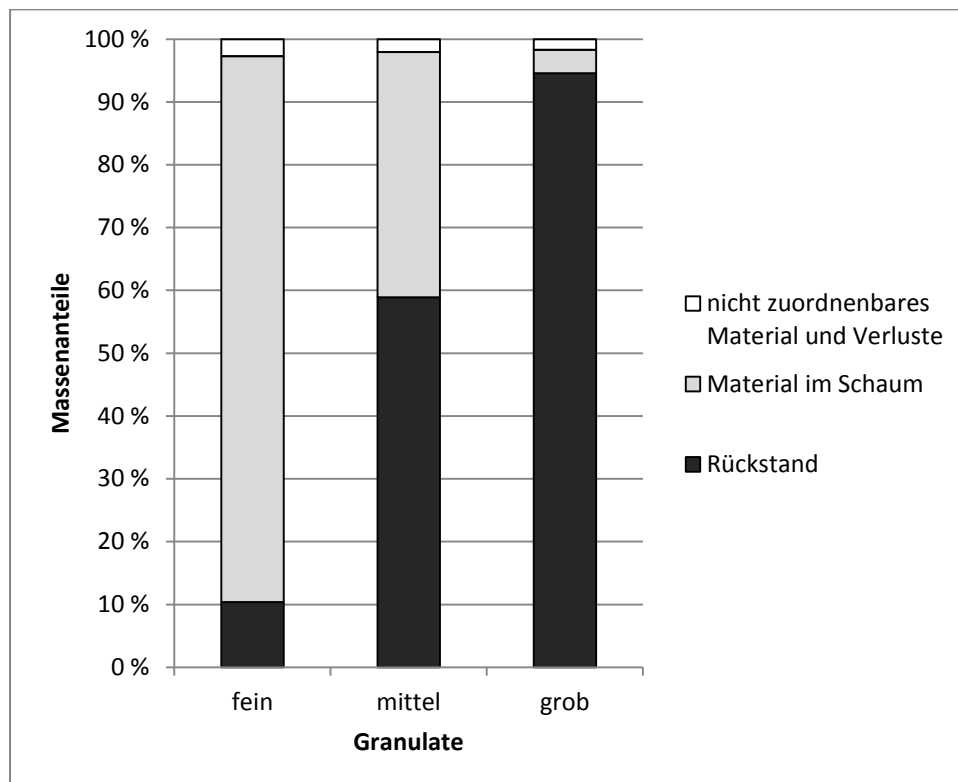


Abbildung 31: Massenbilanzen in Abhängigkeit der Korngröße der Granulate

Die größten Fraktionen sind der Rückstand, welcher sich am Boden der Kontaktzone gesammelt hat und das Material, das im Schaum eingelagert wurde. Dies wird im Folgenden auch als Schaumprodukt bezeichnet. Aus Gründen der Übersichtlichkeit wurden die errechneten Verluste und das nach Abzug von Schaumprodukt und Rückstand noch vorhandene Material zusammen dargestellt. Die genaueren Werte für alle Fraktionen sind in Tabelle 9 aufgeführt. Dort sind auch

die restlichen Versuchsparameter dargestellt. In der Abbildung ist deutlich erkennbar, dass für feiner werdendes Granulat, immer mehr Material im Schaum eingelagert wird. Die Zeitdauer der Materialzuführung steigt, wie in der zugehörigen Tabelle zu sehen ist.

Tabelle 9: Versuchsparameter und gewogene Massen für die Flotation der verschiedenen Granulatgrößen

		Feingranulat	Mittelgranulat	Grobgranulat
Pumpenleistung	[%]	40		
Überdruck des Druckwassers	[bar]	3,2		
Volumenstrom des Druckwassers	[l/min]	0,465		
Konzentration des Schäumers	[g/l]	0,234 ± 0,002		
Menge der eingesetzten Materialprobe	[g]	21,01	22,99	21,69
Rückstand	[g]	2,18	13,54	20,51
	[%]	10,38	58,90	94,56
Material im Schaum	[g]	18,26	8,97	0,81
	[%]	86,91	39,02	3,73
nicht zuordenbares Material	[g]	0,26	0,15	0,08
	[%]	1,24	0,65	0,37
Verlust	[g]	0,31	0,33	0,29
	[%]	1,48	1,44	1,34
Ethanolbeladung der Probe	[g/g]	0,63 ± 0,02		
Volumenstrom der Zuführung	[ml/min]	200,6		
Zeitdauer der Zuführung	[min]	20	14	13

Nach dem Trocknen der einzelnen Fraktionen konnte festgestellt werden, dass die Rückstände aller Granulate insgesamt eine dunklere Farbe als die Schaumprodukte hatten. Sie wiesen beim Schräghalten des Siebes ein anderes Bewegungsmuster auf. Am besten kann das Beobachtete mit rieselfähig beschrieben werden. Beim feinen und mittleren Granulat war der Unterschied in der Kollektivbewegung besonders gut erkennbar. Die Partikel in den Schaumprodukten waren in ihrer Bewegung eher gehemmt und setzten sich erst bei größeren Schrägen in Bewegung.

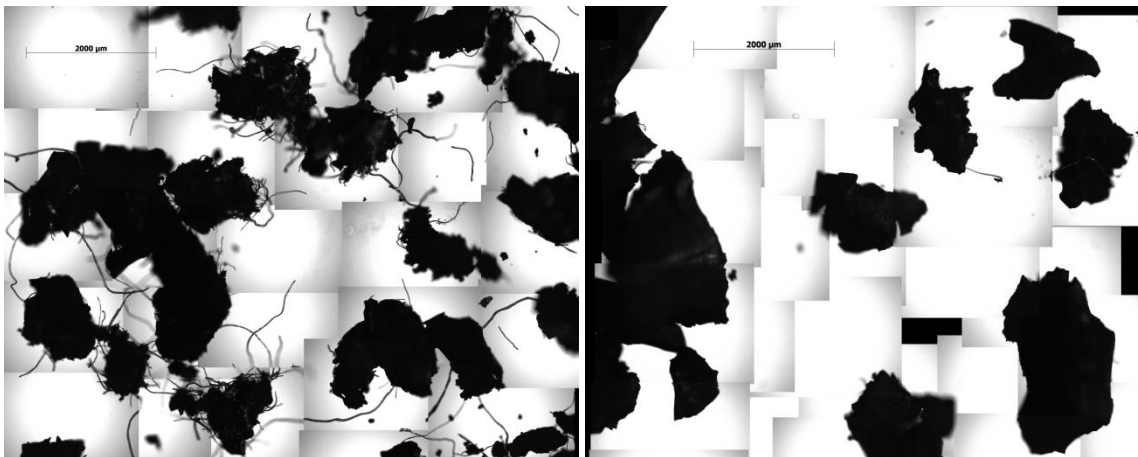
Die Siebe mit dem Material der drei Versuche nach dem Trocknen sind im Anhang A in Abbildung 43 bis Abbildung 45 dargestellt.

Beim groben Granulat können gut ohne Hilfsmittel Unterschiede zwischen den Partikeln gefunden werden. Die gefundenen Gummipartikel im Rückstand hatten vorwiegend eine glattere Oberfläche und waren auch durchschnittlich größer, als diejenigen im Schaumprodukt. Abbildung 32 zeigt die Fraktionen des Grobgranulats nach dem Trocknen. Diese befinden sich noch auf den Sieben. Das Schaumprodukt besteht hauptsächlich aus Fasermaterial. Es sind nur wenige Gummipartikel enthalten. Diese sind kleiner als die Gummipartikel im Rückstand und sind von Filamenten umschlossen. Dadurch haben sie eine etwas hellere Farbe als die Gummipartikel im Rückstand. Der Rückstand besteht zum Großteil aus Gummipartikeln. Die enthaltenen Faserpartikel sind noch zahlreich vorhanden. Sie liegen in allen Formen vor, wie sie in Kapitel 3.1 in Abbildung 14 dargestellt sind.

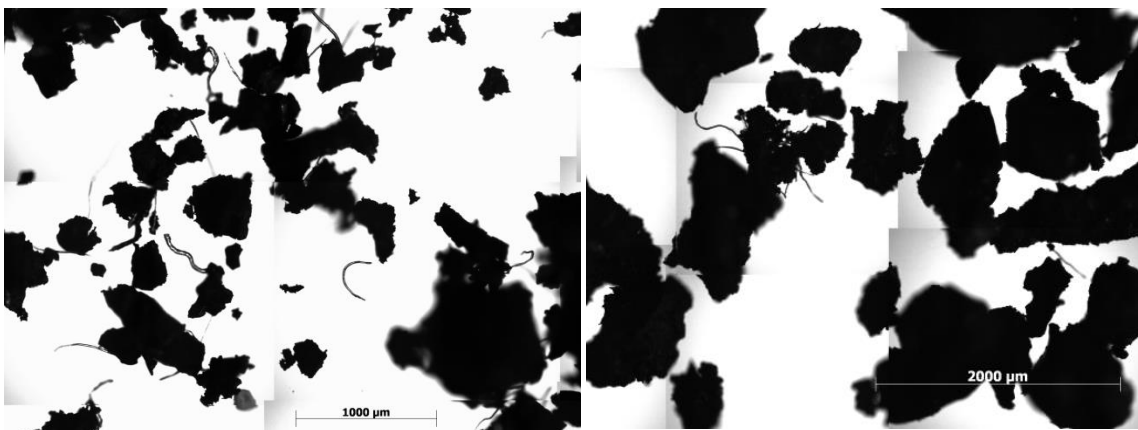


a) b)
Abbildung 32: Bilder des Grobgranulats; a) Schaumprodukt, b) Rückstand

Die Partikel der feinen und mittleren Granulate werden unter dem Mikroskop betrachtet. Die Aufnahmen sind für die Mittelfraktion in Abbildung 33 und für die Feinfraktion in Abbildung 34 dargestellt. Dies sind Gegenlichtaufnahmen, die lediglich die Umrise der Partikel zeigen und aus mehreren Einzelbildern zusammengesetzt worden sind.



a) b)
Abbildung 33: Mikroskopaufnahmen des Mittelgranulats; a) Schaumprodukt, b) Rückstand



a) b)
Abbildung 34: Mikroskopaufnahmen des Feingranulats; a) Schaumprodukt, b) Rückstand

Beim Mittelgranulat ist zu erkennen, dass die Partikel des Schaumprodukts von mehr Filamenten umgeben sind als die des Rückstandes. Dies ist beim Feingranulat auch der Fall, allerdings ist dies in den Bildern aufgrund von starkem Kontrast nicht gut erkennbar. Dagegen ist der Größenunterschied der zwei Fraktionen beim Feingranulat gut zu sehen.

5.4 Flotieren des Grobmaterials

5.4.1 bei verschiedenen Konzentrationen an Tensid

Die Abhängigkeit der Massenanteile von Schaumprodukt und Rückstand von der Tensidkonzentration ist in Abbildung 35 dargestellt. Es zeigt sich, dass für geringer werdende Konzentrationen die Masse des Schaumproduktes zunimmt. Genauere Werte der gefundenen Massen befinden sich in Tabelle 10 zusammen mit weiteren Versuchsparametern. Zur besseren Übersicht sind die Siebe mit dem Material der drei Versuche nach dem Trocknen im Anhang A in Abbildung 46 bis Abbildung 48 dargestellt.

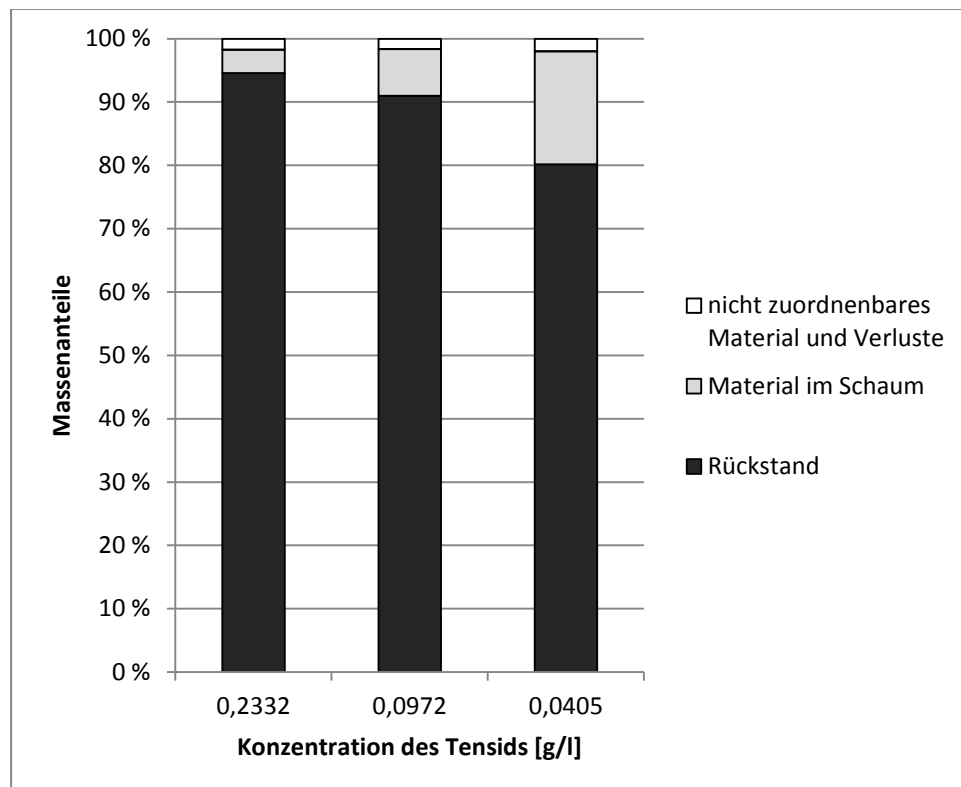


Abbildung 35: Massenbilanzen in Abhängigkeit der Tensidkonzentration

Mit abnehmender Konzentration nimmt nicht nur die Masse des Rückstandes ab, sondern es finden sich dort auch weniger Faserpartikel. Bei der geringsten Konzentration befinden sich nur noch an Partikel gebundene, grobe Fasern unter den reinen Gummiteilchen und keine reinen Fasern mehr. Auch weisen die Fasern eher ein kompaktes Erscheinungsbild auf und sind nicht stark aufgeschlossen.

Im Schaumprodukt befinden sich mit abnehmender Konzentration immer mehr Gummipartikel. Dies sind meist Gummiteilchen, die von feinen Filamenten umschlossen sind. Je geringer die verwendete Konzentration, desto mehr glatte Gummiteilchen lassen sich finden. Beim Vergleich

der Größen der Gummipartikel im Rückstand und Schaumprodukt sind diejenigen im Rückstand größer.

Tabelle 10: Versuchsparameter und gewogene Massen für die Flotation mit verschiedenen Tensidkonzentrationen

Pumpenleistung	[%]	60		
Überdruck des Druckwassers	[bar]	3,2		
Volumenstrom des Druckwassers	[l/min]	0,795		
Konzentration des Schäumers	[g/l]	0,233	0,097	0,040
Menge der eingesetzten Materialprobe	[g]	21,69	22,07	21,65
Rückstand	[g]	20,51	20,07	20,47
	[%]	94,56	90,94	94,55
Material im Schaum	[g]	0,81	1,83	0,80
	[%]	3,73	8,29	3,70
nicht zuordnenbares Material	[g]	0,08	0,04	0,09
	[%]	0,37	0,18	0,42
Verlust	[g]	0,29	0,13	0,29
	[%]	1,34	0,59	1,34
Ethanolbeladung der Probe	[g/g]	0,45	0,60	0,61
Volumenstrom der Zuführung	[ml/min]	200,6		
Zeitdauer der Zuführung	[min]	11 - 13		

5.4.2 bei unterschiedlichen Volumenströmen des Druckwassers

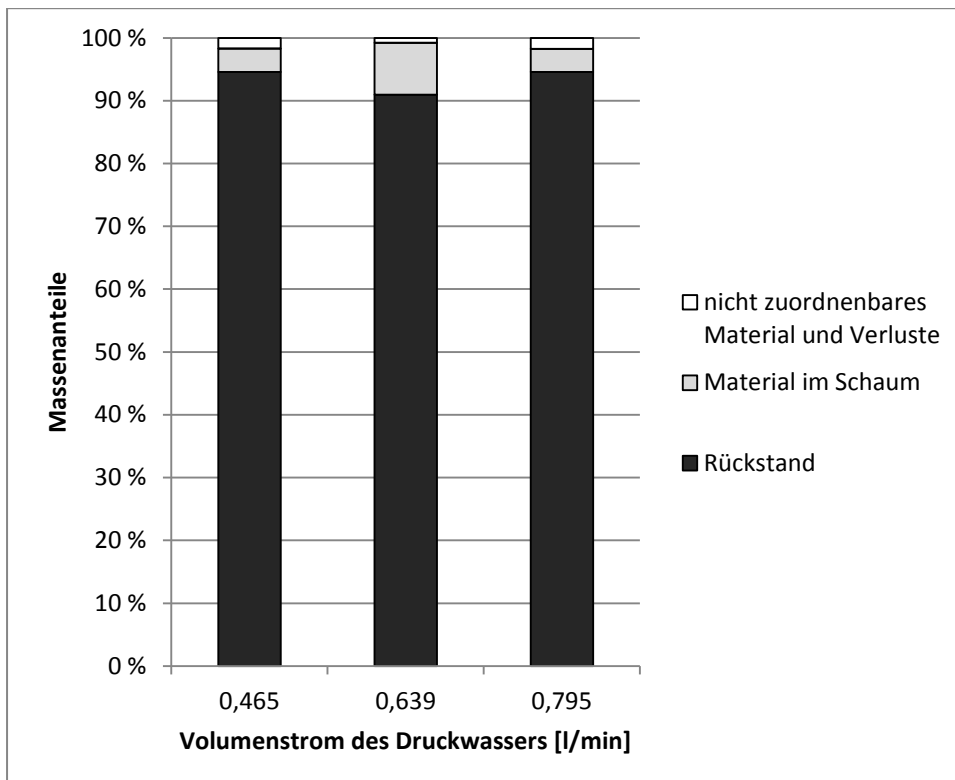


Abbildung 36: Massenbilanzen in Abhängigkeit des Volumenstroms des Druckwassers

Abbildung 36 zeigt die ermittelten Massenanteile bei der Flotation mit verschiedenen Volumenströmen des Druckwassers. Es sind Schwankungen in den Massenanteilen zu sehen, jedoch ist keine klare Abhängigkeit der Anteile vom Volumenstrom erkennbar. Der Anteil des Schaumpro-

dukts liegt zwischen 4 und 8 %, der des Rückstandes bewegt sich zwischen 91 und 95 %. In Tabelle 11 sind wieder die genaueren Werte und andere Versuchsparameter angegeben.

Das Material der Versuche mit einem Volumenstrom von 0,465 und 0,795 l/min wies im Schaumprodukt und im Rückstand das gleiche Erscheinungsbild auf. Die folgende Beschreibung hat also für beide Versuche Gültigkeit. Die Bilder mit den Sieben befinden im Anhang A (Abbildung 49 bis Abbildung 51). Das Schaumprodukt enthielt vor allem Fasermaterial. Die Fasern waren ganz oder zumindest zum Teil aufgeschlossen. Gummipartikel kamen in der Schaumfraktion nur in geringem Maße vor und waren meist in den Flusen eingeschlossen oder mit diesen verhakt. Nur wenige Gummiteilchen lagen einzeln vor. Die Meisten waren von Filamenten eingeschlossen und waren von geringerer Größe als die Gummipartikel im Rückstand. Im Rückstand war noch viel Fasermaterial enthalten. Dieses lag in allen Erscheinungsformen, also aufgeschlossen, intakt und an Gummi gebunden, vor.

Der Rückstand aus dem Versuch mit einem Volumenstrom von 0,639 l/min wies keine Unterschiede zu den anderen beiden Versuchen auf. Auch hier war noch viel Fasermaterial enthalten. Das Schaumprodukt dieses Versuches enthielt deutlich mehr Gummipartikel und auch mehr Fasern als bei den anderen beiden Versuchen. Auch hier waren die Fasern in flusenartigen Gebilden vereint, in denen Gummipartikel eingeschlossen waren. Ebenso gab es mehr Gummiteilchen, die einzeln vorlagen.

Tabelle 11: Versuchsparameter und gewogene Massen für die Flotation mit verschiedenen Volumenströmen

Pumpenleistung	[%]	40	50	60
Überdruck des Druckwassers	[bar]	3,2 ± 0,2		
Volumenstrom des Druckwassers	[l/min]	0,465	0,639	0,795
Konzentration des Schäumers	[g/l]	0,234 ± 0,02		
Menge der eingesetzten Materialprobe	[g]	21,69	22,07	21,65
Rückstand	[g]	20,51	20,07	20,47
	[%]	94,56	90,94	94,55
Material im Schaum	[g]	0,81	1,83	0,80
	[%]	3,73	8,29	3,70
nicht zuordnenbares Material	[g]	0,08	0,04	0,09
	[%]	0,37	0,18	0,42
Verlust	[g]	0,29	0,13	0,29
	[%]	1,34	0,59	1,34
Ethanolbeladung der Probe	[g/g]	0,61	0,47	0,45
Volumenstrom der Zuführung	[ml/min]	200,6		
Zeitdauer der Zuführung	[min]	11 - 13		

Der Versuch, der bei 0,795 l/min durchgeführt worden ist, wurde zusätzlich noch per Hand sortiert. Das Material der bei der Flotation entstandenen Fraktionen wurde dabei nach folgenden Kriterien sortiert. Zum Faseranteil gehörten alle Partikel, die entweder nur aus Fasern oder aus groben Fasern, die in Gummipartikeln eingelagert sind, bestanden. Zum Gummianteil zählten alle faserfreien, glatten Gummiteilchen und auch Gummiteilchen, die von feinen Filamenten umlagert sind.

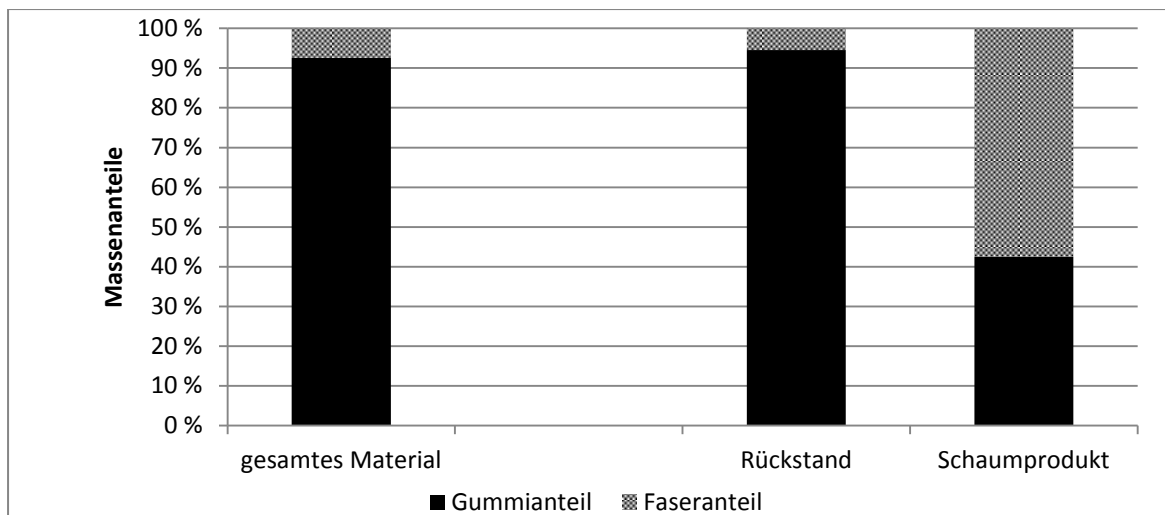


Abbildung 37: Massenanteile von Faser- und Gummimaterial nach der Flotation mit einem Volumenstrom von 0,795 l/min, mit Vorbenetzung durch Ethanol

Das prozentuale Ergebnis der Sortierung ist in Abbildung 37 dargestellt. Rechts im Bild sind die Faser- und Gummianteile von Schaumprodukt und Rückstand zu sehen. Auf der linken Seite wurden Faser- und Gummianteil für das gesamte, nach der Flotation vorliegende Material, dargestellt. Die absoluten Werte der Sortierung sind Tabelle 12 zu entnehmen

Tabelle 12: Massen des Faser- und Gummianteils nach der Flotation mit einem Volumenstrom von 0,795 l/min, mit Vorbenetzung durch Ethanol

	Masse des Gummianteils [g]	Masse des Faseranteils [g]
Rückstand	19,39	1,12
Schaumprodukt	0,34	0,46
gesamtes Material	19,73	1,58

Das Schaumprodukt weist dabei einen sehr hohen Faseranteil auf. Dieser beträgt 57,5 %. Im Rückstand ist der Faseranteil mit 5,5 % deutlich geringer. Auch beim gesamten, nach der Flotation vorhandenen Material, ist der Faseranteil mit 7,4 % kleiner als beim Schaumprodukt aber etwas größer als im Rückstand.

5.4.3 bei unterschiedlichen Volumenströmen des Druckwassers und ohne Vorbenetzung

In Abbildung 38 sind die ermittelten Massenanteile nach der Flotation mit verschiedenen Volumenströmen des Druckwassers dargestellt. Diese Versuchsreihe unterscheidet sich nur insofern von der vorhergehenden, als das diesmal kein Ethanol zur Vorbenetzung des Materials verwendet wurde.

Ohne die Benetzung verdoppelte sich die Zeit der Materialzuführung, wie in

Tabelle 13 aufgeführt ist. In der Tabelle sind auch hier die genaueren Werte der Massenanteile und weiter Versuchsparameter notiert.

Auch bei dieser Versuchsreihe kann keine klare Abhängigkeit der Massenanteile vom Volumenstrom gefunden werden. Der Anteil des Schaumproduktes ist aber um einiges größer als im

Versuch mit der Vorbehandlung mit Ethanol. Er liegt im Bereich von 30 % und ist damit fast sechsmal größer als im vorangegangenen Versuch. Beide Versuchsreihen weisen beim Volumenstrom von 0,639 l/min einen größeren Anteil an Schaumprodukt auf.

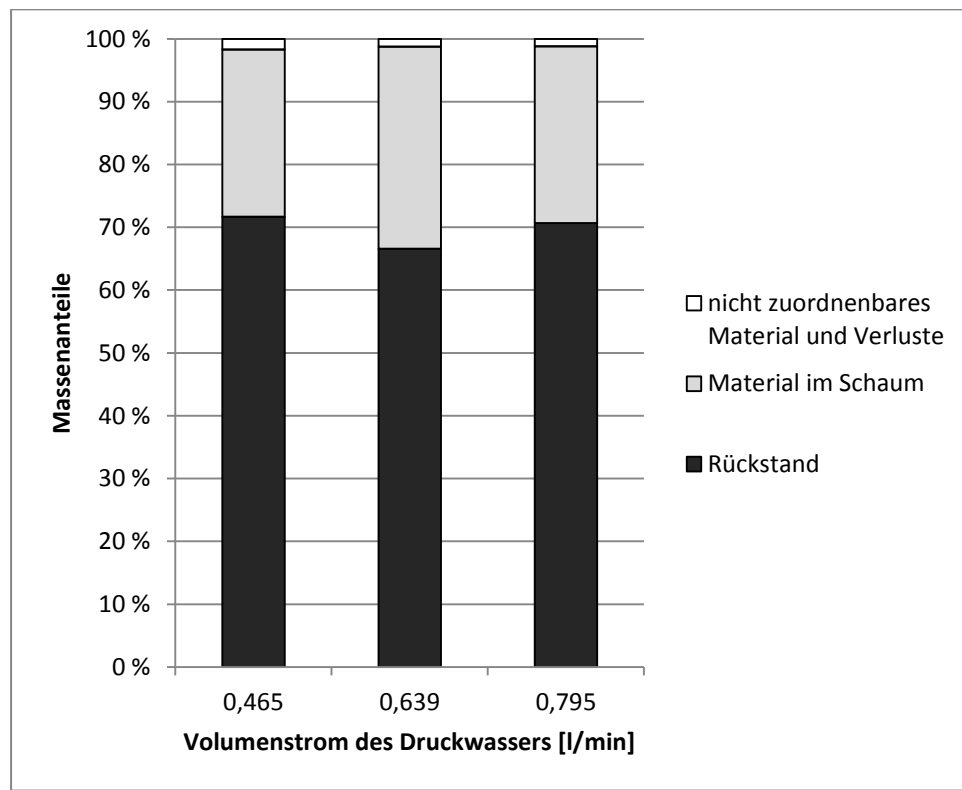


Abbildung 38: Massenbilanzen in Abhängigkeit des Volumenstroms des Druckwassers und ohne die Vorbenetzung mit Ethanol

Tabelle 13: Versuchsparameter und gewogene Massen für die Flotation mit verschiedenen Volumenströmen ohne Vorbenetzung mit Ethanol

Pumpenleistung	[%]	40	50	60
Überdruck des Druckwassers	[bar]	3,2 ± 0,2		
Volumenstrom des Druckwassers	[l/min]	0,465	0,639	0,795
Konzentration des Schäumers	[g/l]	0,234 ± 0,02		
Menge der eingesetzten Materialprobe	[g]	22,28	22,02	22,66
Rückstand	[g]	15,97	14,67	16,02
	[%]	71,68	66,62	70,70
Material im Schaum	[g]	5,93	7,08	6,37
	[%]	26,62	32,15	28,11
nicht zuordnenbares Material	[g]	0,06	0,05	0,06
	[%]	0,27	0,23	0,26
Verlust	[g]	0,32	0,22	0,21
	[%]	1,44	1,00	0,93
Ethanolbeladung der Probe	[g/g]	-	-	-
Volumenstrom der Zuführung	[ml/min]	200,6		
Zeitdauer der Zuführung	[min]	18 - 19		

Beim optischen Vergleich der getrockneten Fraktionen konnten weder zwischen den Schaumprodukten noch zwischen den Rückständen Unterschiede gefunden werden. Daher erfolgt die Beschreibung wieder für nur je eine der Fraktionen stellvertretend für die anderen. Der Rückstand enthielt fast nur noch Gummipartikel und nur sehr vereinzelt Fasern. Die Fasern waren meist noch als Cordstränge erkennbar und nur wenig aufgeschlossen oder sie waren in ein Gummipartikel eingelagert. Flusenartige Fasern waren nicht enthalten. Im Schaumprodukt fanden sich neben den Fasern auch sehr viele Gummiteilchen. Die Fasern lagen aufgeschlossen, als intakte Cordstränge und in Gummiteilchen eingelagert vor. Die Gummipartikel im Schaumprodukt waren kleiner als im Rückstand. Die Gummiteilchen kamen sowohl als von Filamenten umschlossene Partikel vor als auch als faserfreie, glatte Partikel. Ein Ausschnitt beider Fraktionen ist in Abbildung 39 dargestellt. Die Bilder zu allen Versuchen der Reihe sind im Anhang A abgebildet (Abbildung 52 bis Abbildung 54).

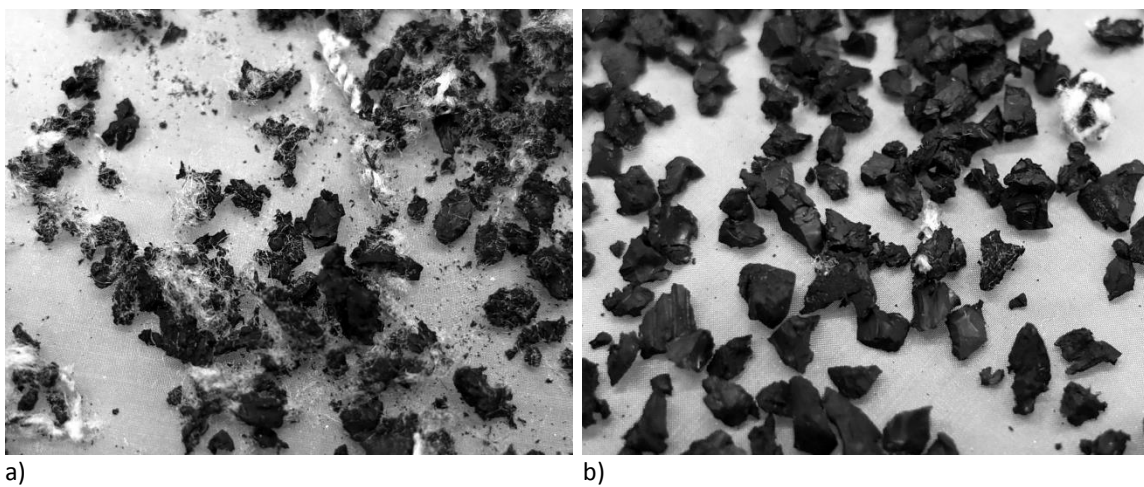


Abbildung 39: Ausschnitte des getrockneten Materials nach der Flotation, exemplarisch für die Versuchsreihe mit Variation des Volumenstroms ohne die Vorbenetzung durch Ethanol; a) Schaumprodukt, b) Rückstand

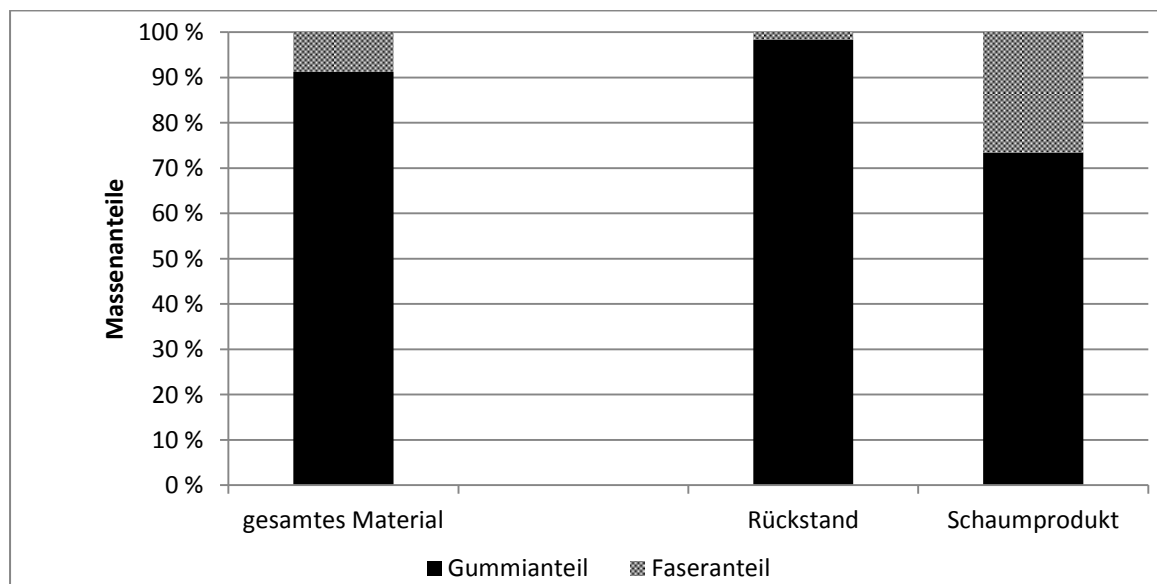


Abbildung 40: Massenanteile von Faser- und Gummimaterial nach der Flotation mit einem Volumenstrom von 0,795 l/min, ohne Vorbenetzung mit Ethanol

Auch hier wurde der Versuch, der mit einem Volumenstrom von 0,795 l/min durchgeführt worden ist, per Hand sortiert. Das Ergebnis dieser Sortierung ist in Abbildung 40 dargestellt. Auf der rechten Seite der Abbildung sind die Anteile von Gummi- und Fasermaterial für den Rückstand und das Schaumprodukt separat dargestellt. Auf der linken Seite wurden die jeweiligen Anteile zusammengerechnet und so für das gesamte Material, welches nach der Flotation noch vorhanden war, ermittelt. Die absoluten Werte sind Tabelle 14 zu entnehmen.

Das Schaumprodukt weist mit einem Wert von 26,5 % wieder den größten Faseranteil auf. Die geringste anteilige Fasermenge hat der Rückstand mit nur 1,7 %. Der Anteil im Gesamtmaterial nach der Flotation beträgt 8,7 %.

Tabelle 14: Massen des Faser- und Gummianteils nach der Flotation mit einem Volumenstrom von 0,795 l/min, ohne Vorbenetzung durch Ethanol

	Masse des Gummianteils [g]	Masse des Faseranteils [g]
Rückstand	15,75	0,27
Schaumprodukt	4,68	1,69
gesamtes Material	20,43	1,96

5.4.4 bei unterschiedlichen Drücken im Druckbehälter

Die Abhängigkeit der Massenanteile in Schaumfraktion und Rückstand vom Überdruck des Druckwassers ist in Abbildung 41 dargestellt und Tabelle 15 liefert die konkreten Werte sowie weiter Versuchsparameter.

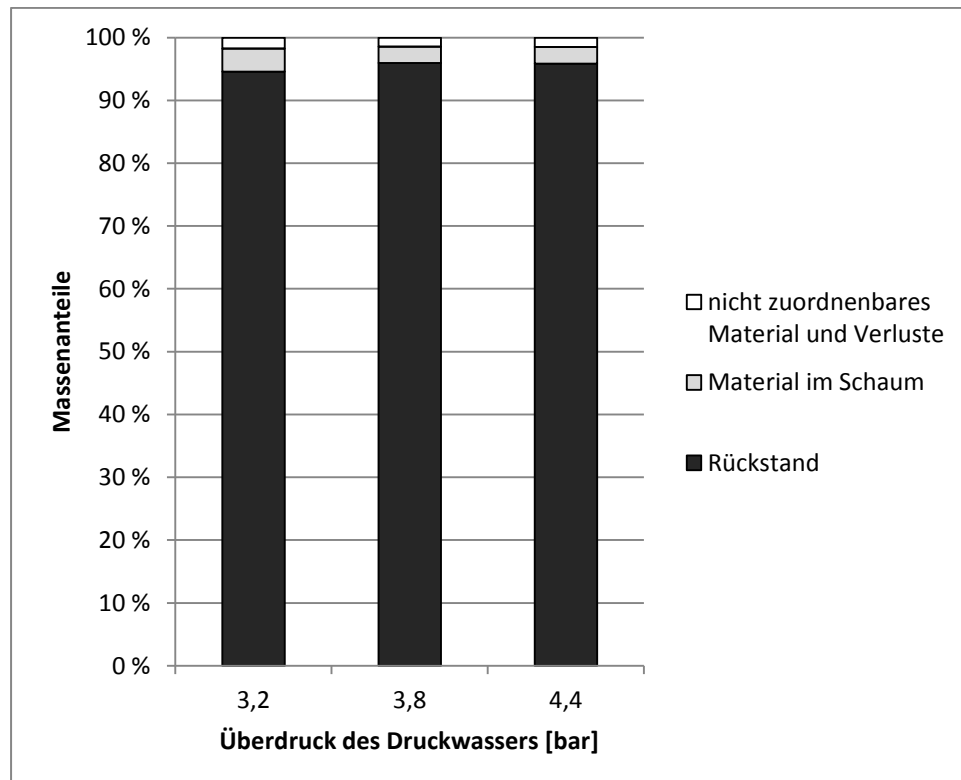


Abbildung 41: Massenbilanzen in Abhängigkeit des Überdrucks im Druckbehälter

Innerhalb der Versuchsreihe kann keine Abhängigkeit der Massenanteile vom Überdruck festgestellt werden. Der Schaumproduktanteil liegt zwischen 3 und 4 % und der Anteil des Rückstandes schwankt zwischen 95 und 96 %. Zu bemerken ist zu dieser Versuchsreihe, dass durch die Veränderung des Drucks auch die Volumenströme verändert wurden.

Zwischen den je drei Schaumprodukten und Rückständen konnte in der Partikelzusammensetzung kein Unterschied erkannt werden. Es erfolgt daher auch hier die Beschreibung nur je eines Versuches stellvertretend für die anderen. Das Erscheinungsbild des Materials ähnelte dabei dem der Versuchsreihe, bei der der Volumenstrom variiert wurde. Im Rückstand fanden sich noch zahlreiche Faserpartikel zwischen den Gummiteilchen. Das Schaumprodukt wies viele Fasern auf, die sich zu Flusen zusammengeschlossen hatten und in die kleine Gummiteilchen eingebettet waren. Die Gummipartikel waren insgesamt kleiner als die im Rückstand und von Filamenten umlagert.

Die Bilder der getrockneten Schaumprodukte und Rückstände sind in Abbildung 55 bis Abbildung 57 im Anhang A zu finden.

Tabelle 15: Versuchsparameter und gewogene Massen für die Flotation mit verschiedene Überdrücken

Pumpenleistung	[%]	60		
Überdruck des Druckwassers	[bar]	3,2 ± 0,2	3,8 ± 0,2	4,4 ± 0,2
Volumenstrom des Druckwassers	[l/min]	0,795	0,717	0,658
Menge der eingesetzten Materialprobe	[g]	21,65	23,31	22,34
Rückstand	[g]	20,47	22,36	21,41
	[%]	94,55	95,92	95,84
Material im Schaum	[g]	0,80	0,61	0,60
	[%]	3,70	2,62	2,69
nicht zuordnenbares Material	[g]	0,09	0,09	0,06
	[%]	0,42	0,39	0,27
Verlust	[g]	0,29	0,25	0,27
	[%]	1,34	1,07	1,21
Ethanolbeladung der Probe	[g/g]	0,45	0,62	0,47
Konzentration des Schäumers	[g/l]	0,234 ± 0,02		
Volumenstrom der Zuführung	[ml/min]	200,6		
Zeitdauer der Zuführung	[min]	12		

5.4.5 bei unterschiedlichen Verweilzeiten in der Kontaktzone

Abbildung 42 zeigt den Verlauf der Massenbilanzen über die Verweilzeit in der Kontaktzone. Die weiteren Versuchsparameter und genauere Werte sind in Tabelle 16 aufgeführt. Im Diagramm ist zu sehen, dass der Anteil der Schaumfraktion mit der Verweilzeit zunimmt. Am Ende des Versuches beträgt dieser etwa 20 %. Der Anteil des Rückstandes nimmt daher mit der Zeit ab und beträgt am Ende 77 % der eingesetzten Probenmasse.

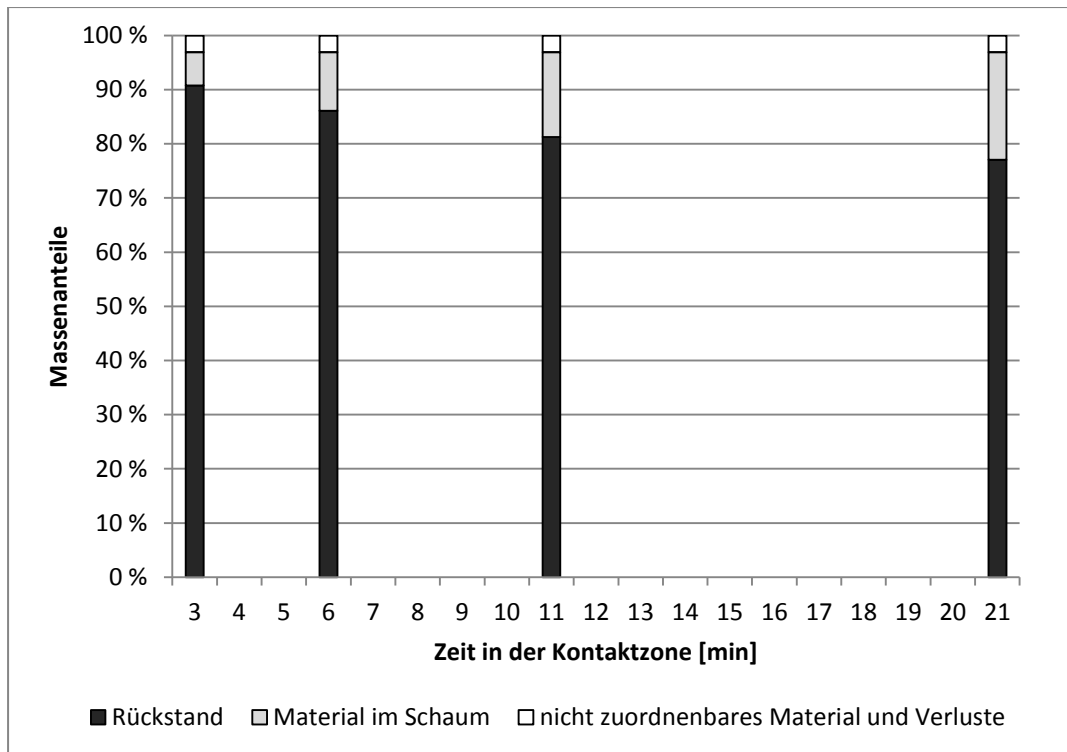


Abbildung 42: Massenbilanzen in Abhängigkeit der Verweilzeit in der Kontaktzone

Tabelle 16: Versuchsparameter und gewogene Massen für die Flotation mit unterschiedlichen Verweilzeiten

Pumpenleistung [%]	60			
Überdruck des Druckwassers [bar]	3,2 ± 0,2			
Volumenstrom des Druckwassers [l/min]	0,795			
Konzentration des Schäumers [g/l]	0,234			
Zeit des Rührens [min]	3	6	11	21
Menge der eingesetzten Materialprobe [g]	24,51	24,51	24,51	24,51
Rückstand [g]	22,25	21,10	19,91	18,89
[%]	90,78	86,09	81,23	77,07
Material im Schaum [g]	1,50	2,65	3,84	4,86
[%]	6,12	10,81	15,67	19,83
nicht zuordnenbares Material [g]	0,42	0,42	0,42	0,42
[%]	1,71	1,71	1,71	1,71
Verlust [g]	0,34	0,34	0,34	0,34
[%]	1,39	1,39	1,39	1,39
Ethanolbeladung der Probe [g/g]	0,44			

Anders als bei den anderen Versuchsreihen konnten die Partikel hier nicht ungehindert der Strömung im Becken folgen. Durch den Rührer wurden sedimentierte Partikel erneut in die Kontaktzone und in den aufwärts gerichteten Wasserstrom gebracht. Ein Teil der Partikel wurde dann durch den Zusammenstoß mit dem Rührer wiederholt aus diesem Strom gerissen. Es war auch zu beobachten, dass nicht alles Material durch den Rührer aufgewirbelt wurde. Dieses Ma-

terial sammelte sich in einer Ecke am Boden der Kontaktzone und blieb während des gesamten Versuches dort liegen.

Da dieser Versuch in vier Schritten durchgeführt wurde, wobei nach jedem Schritt nur das jeweils entstandene Schaumprodukt abgezogen wurde, liegen insgesamt vier Schaumprodukte vor. Für die Ermittlung der gesamten Menge an Schaumprodukt wurden die Einzelwerte aufsummiert. Der Rückstand wurde erst am Ende des Versuchs abgezogen. Die Menge des Rückstandes der vorangegangenen Schritte ergibt sich, wenn die im Zeitintervall ermittelte Schaumproduktmenge von diesem subtrahiert wird.

Für die Beschreibung liegt nur der Rückstand vor, der sich am Ende des Versuches noch am Boden der Kontaktzone befunden hat. Dieser enthielt nur noch sehr wenige Fasern. Die Fasern waren dabei immer in einem Gummipartikel eingelagert. Es gab also keine Fasern mehr, die frei von Gummimaterial waren.

Die vier Schaumprodukte werden im Folgenden beschrieben. Das erste Schaumprodukt enthält dabei alle Partikel, die zwischen null und drei Minuten im Schaum angelagert wurden. Das zweite Schaumprodukt enthält die Partikel, die sich zwischen drei und sechs Minuten im Schaum angesammelt haben usw. Die Bilder der Schaumprodukte und des Rückstandes befinden sich im Anhang A (Abbildung 58 bis Abbildung 62).

Das erste Schaumprodukt enthielt im Vergleich mit den anderen das meiste Fasermaterial. Dies lag in allen Erscheinungsformen vor, also aufgeschlossene Fasern, intakte Cordstränge und in Gummi eingelagerte grobe Fasern. Diese bildeten teilweise auch Flusen. Beim zweiten Schaumprodukt war der Faseranteil sichtbar geringer. Es waren ebenfalls alle Formen der Fasern vertreten. Diese bildeten aber keine Flusen mehr und lagen separat voneinander vor. Viele der Fasern waren nicht aufgeschlossen und zudem mit einem Gummiteilchen verbunden. Die Faseranteile des dritten und vierten Schaumprodukts waren nicht mehr zu unterscheiden, aber geringer als bei den ersten beiden. Die Fasern waren fast alle in ein Gummipartikel eingelagert. Die Gummiteilchen, die von Filamenten umlagert sind, waren in allen Schaumfraktionen zu beobachten. Mit zunehmender Verweilzeit befanden sich auch immer mehr glatte, faserfreie Gummipartikel in den Schaumprodukten. Der Anteil der faserfreien Partikel ist im vierten Schaumprodukt am größten.

5.5 Diskussion der Flotationsversuche

Allgemein für alle durchgeführten Versuche lässt sich sagen, dass die Verluste und der Anteil des Materials, welcher nach Abzug der Fraktionen noch im Becken vorlag und nicht mehr zugeordnet werden konnte, sehr gering waren.

Für alle durchgeführten Versuche wurde die Abreicherung an Faserpartikeln in den Rückständen festgestellt. In den Schaumprodukten fand demnach eine Anreicherung mit Faserpartikeln statt. In welchem Maße dies geschieht, hängt von den jeweils untersuchten Parametern ab. Diese werden im Folgenden näher erläutert.

Flotieren der einzelnen Größenklassen der Granulate

Für die Flotation der verschiedenen Granulate ist der Einfluss der Partikelgröße auf die Massenverteilung deutlich erkennbar. Je kleiner das eingesetzte Granulat ist, desto größer ist der Massenanteil des Schaumproduktes. Dies ist durch die Zunahme der spezifischen Oberfläche mit kleiner werdendem Granulat erklärbar. Dadurch verringert sich die Masse im Vergleich zur Oberfläche und genügend Blasen können sich anlagern und das Partikel flotieren. Im Gegensatz dazu steigt mit zunehmender Größe des Granulats der Anteil der Partikel, die durch angelagerte Luftblasen nicht flotiert werden können. Dies wird unterstützt durch die Beobachtung, dass die Partikel in den Rückständen durchschnittlich größer waren als die Partikel in den Schaumprodukten.

Faserhaltiges oder raues Material weist bei gleicher Größe ebenfalls eine höhere spezifische Oberfläche auf und wird dadurch eher flotiert als glattes Material. Es ist auch denkbar, dass sich die Luftblasen an einer rauen Oberfläche besser anlagern können oder sich leichter direkt in den vorhandenen Nischen bilden können, die durch die Filamente gebildet werden. Es konnte während der Versuche beobachtet werden, dass sich auch an den Partikeln am Boden der Kontaktzone Luftblasen angelagert hatten.

Da das Grobmaterial für eine quantitative Auswertung leichter zugänglich war, wurde in den nachfolgenden Versuchen ausschließlich dieses eingesetzt.

Flotieren des Grobmaterials

Für die Flotationsversuche, die mit Grobgranulat durchgeführt worden sind, wird der Einfluss der spezifischen Oberfläche nicht erneut dargelegt. Da hier immer die gleiche Granulatgröße verwendet wurde, wird davon ausgegangen, dass die ermittelten Abhängigkeiten ihre Ursache im jeweils untersuchten Variationsparameter haben.

a) bei verschiedenen Konzentrationen an Tensid

Für eine abnehmende Tensidkonzentration erhöhte sich der Massenanteil des Schaumproduktes. Durch eine geringere Tensidkonzentration waren die Partikel weniger benetzt und konnten besser Luftblasen anlagern. Es kann auch vermutet werden, dass die Luftblasen mit abnehmender Konzentration größer werden, da die Oberflächenspannung ebenfalls größer wird. Dadurch wären dann weniger Luftblasen nötig, um das gleiche Teilchen zu flotieren. Es wird aber davon ausgegangen, dass der letztgenannte Effekt hier nicht zum Tragen kam und die beobachtete Abhängigkeit allein auf die geringere Benetzung durch das Tensid zurückzuführen ist.

b) bei unterschiedlichen Volumenströmen des Druckwassers

Die Vermutung, dass sich mehr Material bei steigendem Volumenstrom im Schaum anlagert, wurde nicht bestätigt. Im untersuchten Messbereich wurde keine Abhängigkeit beobachtet.

Es gab allerdings deutlich erkennbare Schwankungen in den Massenanteilen. Für den mittleren Volumenstrom war der Massenanteil des Schaumprodukts im Vergleich mit den anderen Versuchen der Reihe fast doppelt so groß.

Die Handsortierung eines der Versuche hat ergeben, dass das Schaumprodukt, welches optisch betrachtet hauptsächlich aus Fasermaterial bestand, noch einen Gummianteil von gut 40 % aufwies. Das liegt daran, dass die Fasern mehr Volumen einnehmen als die kompakten Gummipartikel. Das untersuchte Schaumprodukt hatte einen Anteil von 3,7 % im Verhältnis zur gesamten Probe. Bei der Bestimmung des freien Textilanteils nach DIN CEN/TS 14243 wurde dieser mit 4,29 % bestimmt. Werden diese beiden Werte miteinander verglichen, so liegen sie nicht sehr weit auseinander. Daher könnte der freie Textilanteil auch über die Flotation bestimmt werden.

Trotz der Schwankungen kann gesagt werden, dass der Volumenstrom bei den durchgeführten Versuchsreihen keinen Einfluss auf das Resultat der Flotation hat.

c) bei unterschiedlichen Volumenströmen des Druckwassers und ohne Vorbenetzung

Im direkten Vergleich mit der vorangegangenen Versuchsreihe zeigt sich eine sehr große Veränderung bei den erzielten Massenanteilen und deren Zusammensetzung. Es lagerte sich viel mehr Material im Schaum ab.

Nach den Benetzungsversuchen wurde davon ausgegangen, dass sich das Ethanol mit zunehmender Verdünnung durch Wasser, also spätestens beim Eintritt in die Kontaktzone, wieder abwäscht und dadurch nicht vorbenetztes und benetztes Material ähnlich gut flотиert wird. Bei diesen Vorüberlegungen wurde aber nicht in Betracht gezogen, dass das nicht vorbenetzte Material mehr Luft in das Becken „mitnehmen“ kann, da diese nicht durch Ethanol abgespült wurde. Diese „mitgenommene“ Luft dient dann als Ausgangspunkt für die Anlagerung weiterer Blasen. Gestützt wird diese Betrachtung durch die erhebliche Verlängerung der Zuführungszeit. Die Partikel sanken nicht alle im Trichter ab, sondern schwammen dort und waren teilweise nur mit zusätzlichen mechanischen Hilfsmitteln dem Becken zuzuführen.

Werden die Flotationsergebnisse betrachtet, so ergibt sich auch hier wieder keine Abhängigkeit der Trennergebnisse vom Volumenstrom im untersuchten Bereich.

d) bei unterschiedlichen Drücken im Druckbehälter

Durch die Erhöhung des Drucks verringert sich automatisch auch der Volumenstrom. Da sich aus den vorangegangenen Versuchsreihen keine Abhängigkeit dahingehend gezeigt hat, ergibt sich für diese Versuchsreihe lediglich die Druckveränderung als Einflussfaktor.

Auch für den untersuchten Druckbereich zeigte sich für die Trennergebnisse keine Abhängigkeit, und es ergaben sich für die drei Versuche nahezu identische Werte. Dieses Ergebnis ist nachvollziehbar, wenn die erzeugten Blasendurchmesser betrachtet werden. Diese ändern sich im

untersuchten Druckbereich ebenfalls nicht und können somit auch keinen Einfluss auf das Flotationsergebnis haben.

Aus dieser Versuchsreihe wird daher der Schluss gezogen, dass die Ergebnisse eines einzelnen Versuchs durchaus reproduzierbar sind.

Aus der Handsortierung eines Versuchs ergab sich für den Rückstand ein Gummianteil von 98 %. Dies ist ein gutes Ergebnis im Vergleich zu einem Gummianteil im Ausgangsmaterial von 91%. Im Vergleich mit der anderen Handsortierung kann gesagt werden, dass das Fasermaterial aus dem Rückstand entfernt werden kann. Je höher dabei die erzielte Reinheit ist, desto mehr Verluste am Gummimaterial treten auf. Dies ergibt sich aus den Massenbilanzen der Versuch, für die eine Sortierung stattfand.

e) bei unterschiedlichen Verweilzeiten in der Kontaktzone

Hier bestand die Annahme, dass mit längerer Verweilzeit in der Kontaktzone mehr Material im Schaum angelagert wird. Dies hat sich durch die Versuche bestätigt.

Durch die längere Verweilzeit in der Kontaktzone konnten sich mehr Blasen anlagern als bei den anderen Versuchen, bei denen die Verweilzeit nur sehr kurz war. Ein einmal sedimentiertes Partikel kam dort nicht mehr in ausreichenden Kontakt mit den Gasblasen. Denkbar ist auch, dass die kleinen Blasen sich an der Partikeloberfläche mit fortschreitender Zeit zu größeren Blasen entwickelt haben und dadurch auch glatteres Gummimaterial flotiert wurde.

Diese Vermutung beruht auf der Beobachtung, die bei anderen Versuchen mit Grobgranulat gemacht wurden. Während des Versuchs hatte das Material am Boden der Kontaktzone nur sehr kleine Blasen angelagert. Nach Abzug von Schaumprodukt und Rückstand blieben noch einzelne Partikel im Flotationsbecken zurück. Nach einer Weile konnten dann Partikel beobachtet werden, die deutlich größere Luftblasen angelagert hatten und die langsam im Wasser aufstiegen.

Einen nicht zu vernachlässigenden Einflussfaktor stellt die abnehmende Tensidkonzentration mit der Zeit dar. Da der Versuch ohne die frische Flotationslösung aus dem Vorlagenbehälter durchgeführt wurde, sinkt mit fortschreitender Zeit die Konzentration immer mehr ab. Das Tensid sammelt sich im Schaum an und wird mit diesem abgezogen wird. Einen Hinweis auf die abnehmende Konzentration liefert die Beobachtung, dass sich mit der Zeit immer weniger Schaum bildete.

Es kann also davon ausgegangen werden, dass eine Überlagerung der beiden Effekte stattgefunden hat, was sich auch in den Trennergebnissen bemerkbar macht.

6 Zusammenfassung und Ausblick

Nach der Untersuchung der möglichen Einflussfaktoren auf die Trennleistung der Druckentspannungsflotationsanlage können die eingangs der Arbeit formulierten Fragestellungen folgendermaßen beantwortet werden.

Die Druckentspannungsflotation eignet sich nur in sehr geringem Maß für die Bestimmung des freien Textilanteils. Es ergaben sich bei einigen Versuchsreihen mit Grobgranulat vergleichbare Werte für den Anteil des erhaltenen Schaumproduktes, welches dort auch zum Großteil aus Fasern besteht, und den Anteil des nach DIN CEN/TS 14243 bestimmten freien Textilanteils. Der Einsatz der Flotation ist aber erheblich aufwändiger und zeitintensiver als die Analyse des Textilanteils über eine Siebung.

Die Bestimmung des freien Textilanteils für das Mittel- und Feingranulat war mit den hier durchgeführten Versuchen nicht möglich. Bei den Experimenten zeigte sich sehr deutlich der Einfluss der spezifischen Oberfläche auf das Trennergebnis. Möglicherweise können in zukünftigen Untersuchungen geeignete Flotationschemikalien ermittelt werden, die es ermöglichen, lediglich die Oberfläche des Fasermaterials hydrophob zu gestalten.

Für die allgemeinere Frage nach der Eignung der Druckentspannungsflotation hinsichtlich der Trennbarkeit von Gummipartikeln und Fasern können folgende Aussagen getroffen werden. Grundsätzlich gilt für alle durchgeführten Flotationsversuche, dass ein mit Fasern angereichertes Schaumprodukt und ein faserarmer Rückstand erzeugt werden können.

Die hier betrachteten Variationsbereiche der Anlagenparameter Druck und Druckwasservolumenstrom haben keine Änderung für die Trennergebnisse erzielt. Anders verhält es sich mit der Verweilzeit des Materials in der Kontaktzone. Für kurze Verweilzeiten ergab sich faserreiches Schaumprodukt. Bei größeren Verweilzeiten entstand dagegen ein faserarmer Rückstand.

Große Auswirkungen auf das Trennergebnis zeigten sich bei der Veränderung der Tensidkonzentration sowie bei Entfallen der Vorbenetzung. Für hohe Tensidkonzentration und ausreichende Vorbenetzung konnten faserreiche Schaumprodukte generiert werden, während sich für die Rückstände kaum Änderungen in der Zusammensetzung ergaben. Für niedrige Tensidkonzentration und ausreichende Vorbenetzung ergaben sich faserarme Rückstände. Wurde das Material nicht vorbenetzt, so entstand, auch bei Verwendung einer hohen Tensidkonzentration, ein sehr faserarmer Rückstand.

Bei der Untersuchung der verschiedenen Granulate war der Einflussparameter, wie bereits erwähnt, die spezifische Oberfläche. Auch hier gilt, dass faserarme Rückstände erzeugt werden. Mit abnehmender Größe der Partikel nimmt allerdings auch deren Anteil in erheblichem Maß ab.

Abschließend lässt sich sagen, dass der Einsatz der Druckentspannungsflotation als Trennmethode für Gummigranulat-Faser-Gemische grundsätzlich geeignet ist. Dies gilt insbesondere, wenn das Ziel die Erzeugung eines faserarmen Gummigranulats ist. Ob sie allerdings zu diesem Zweck auch technisch realisiert wird, hängt nicht zuletzt davon ab, ob die erzeugten Qualitäten mit den bestehenden Produkten konkurrieren können und ob sich der energetische Mehraufwand und die Entwicklungsarbeit auszahlen würden.

Literaturverzeichnis

- [1] B. Bilitewski und G. Härdtle, Abfallwirtschaft, 4. Auflage, Berlin Heidelberg: Springer, 2013.
- [2] soleRebels, „about us, soleRebels,“ soleRebels, 2014. [Online]. Available: <http://www.solerebels.com/pages/about-us>. [Zugriff am 15 10 2014].
- [3] H. Martens, Recyclingtechnik, 1. Auflage, Heidelberg: Spektrum, 2011.
- [4] J. Bach, Neue Wege der Abfallwirtschaft in Deutschland - eine kritische Betrachtung des Recycling von Altreifen und Gummi, 1. Auflage, IGEL, 2009.
- [5] G. Leister, Fahrzeugreifen und Fahrwerkentwicklung, Wiesbaden: Vieweg+Teubner, 2009.
- [6] Frankfurter Allgemeine Zeitung, „www.faz.net,“ 25 07 2011. [Online]. Available: <http://www.faz.net/aktuell/sport/formel-1/reifen-deine-spuren-im-sand-1257964/aufbau-eines-pkw-reifens-1273085.html>. [Zugriff am 16 11 2014].
- [7] A. Bartl, „Recycling und Wiederverwertung von Fasern aus Abfällen,“ *Österreichische Wasser- und Abfallwirtschaft*, Vol.61, Issue 5-6, S. 71-76, 06 2009.
- [8] R. Bauer und H. J. Koslowski, Cemiefaserlexikon, 9. Auflage, Frankfurt am Main: Deutscher Fachwerkverlag, 1983.
- [9] K. Moser, Faser-Kunststoff-Verbund, 1. Auflage, Düsseldorf: VDI-Verlag, 1992.
- [10] M. Stieß, Mechanische Verfahrenstechnik - Partikeltechnologie 1, 3. Auflage, Berlin, Heidelberg: Springer, 2009.
- [11] R. Bunge, Mechanische Aufbereitung, 1. Auflage, Weinheim: Wiley-VCH, 2012.
- [12] H. Schubert, Handbuch der mechanischen Verfahrenstechnik, Bd. 2, 1. Auflage, Weinheim: WILEY-VCH, 2003.
- [13] Lexikon der Chemie, Bd.2, 1. Auflage, Heidelberg: Spektrum Akademischer Verlag, 1999.
- [14] J. Schwunger, Lehrbuch der Grenzflächenchemie, 1. Auflage, Stuttgart, New York: Georg Thieme Verlag, 1996.
- [15] H.-J. Butt, K. Graf und M. Kappl, Physics and Chemistry of Interphases, 3. Auflage, Weinheim: WILEY-VCH, 2013.
- [16] M. Bohnet, Mechanische Verfahrenstechnik, 1. Auflage, Weinheim: Wiley-VCH, 2004.
- [17] A. Rushton, A. S. Ward und R. G. Holdrich, Solid-Liquid Filtration and Separation Technology,

Weinheim: VCH, 1996.

- [18] K. Kosswig und H. Stache, *Die Tenside*, 1. Auflage, München: Carl Hanser Verlag, 1993.
- [19] H. Bennoit, „Entwicklungen bei der Flotation,“ in *Mechanische Flüssigkeitsabtrennung*, GVC, VDI-Gesellschaft Verfahrenstechnik und Chemieingenieurwesen, 1987, S. 183-200.
- [20] G. Wedler und H.-J. Freund, *Lehrbuch der Physikalischen Chemie*, 6. Auflage, Weinheim: Wiley-VCH, 2012.
- [21] H.-D. Dörfler, *Grenzflächen- und Kolloidchemie*, 1. Auflage, Weinheim: VCH, 1994.

Anhang A



a) Schaumprodukt



b) Rückstand

Abbildung 43: getrocknetes Material auf Sieben; Feingranulat der Versuchsreihe mit verschiedenen Granulaten



a) Schaumprodukt



b) Rückstand

Abbildung 44: getrocknetes Material auf Sieben; Mittelgranulat der Versuchsreihe mit verschiedenen Granulaten

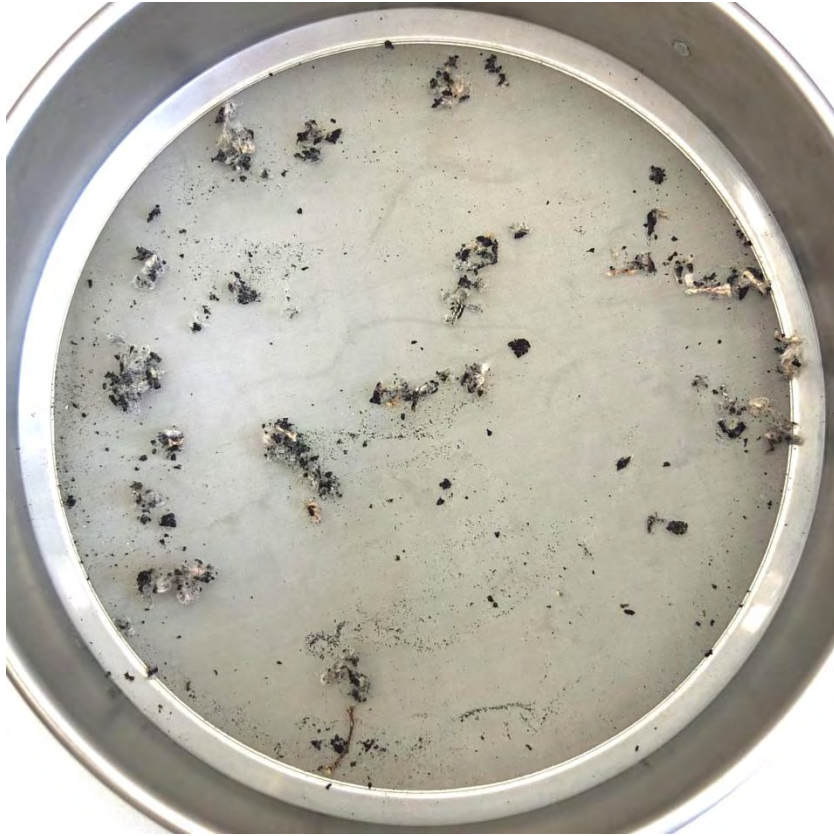


a) Schaumprodukt



b) Rückstand

Abbildung 45: getrocknetes Material auf Sieben; Grobgranulat der Versuchsreihe mit verschiedenen Granulaten



a) Schaumprodukt



b) Rückstand

Abbildung 46: getrocknetes Material auf Sieben; Flotation des Grobgranulats; Versuchsreihe mit verschiedenen Konzentrationen an Tensid; (Tensidkonzentration 0,2332 g/l)



a) Schaumprodukt



b) Rückstand

Abbildung 47: getrocknetes Material auf Sieben; Flotation des Grobgranulats; Versuchsreihe mit verschiedenen Konzentrationen an Tensid; (Tensidkonzentration 0,0972 g/l)



a) Schaumprodukt



b) Rückstand

Abbildung 48: getrocknetes Material auf Sieben; Flotation des Grobgranulats; Versuchsreihe mit verschiedenen Konzentrationen an Tensid; (Tensidkonzentration 0,0405 g/l)



a) Schaumprodukt



b) Rückstand

Abbildung 49: getrocknetes Material auf Sieben; Flotation des Grobgranulats; Versuchsreihe mit verschiedenen Volumenströmen des Druckwassers (Volumenstrom: 0,465 l/min)

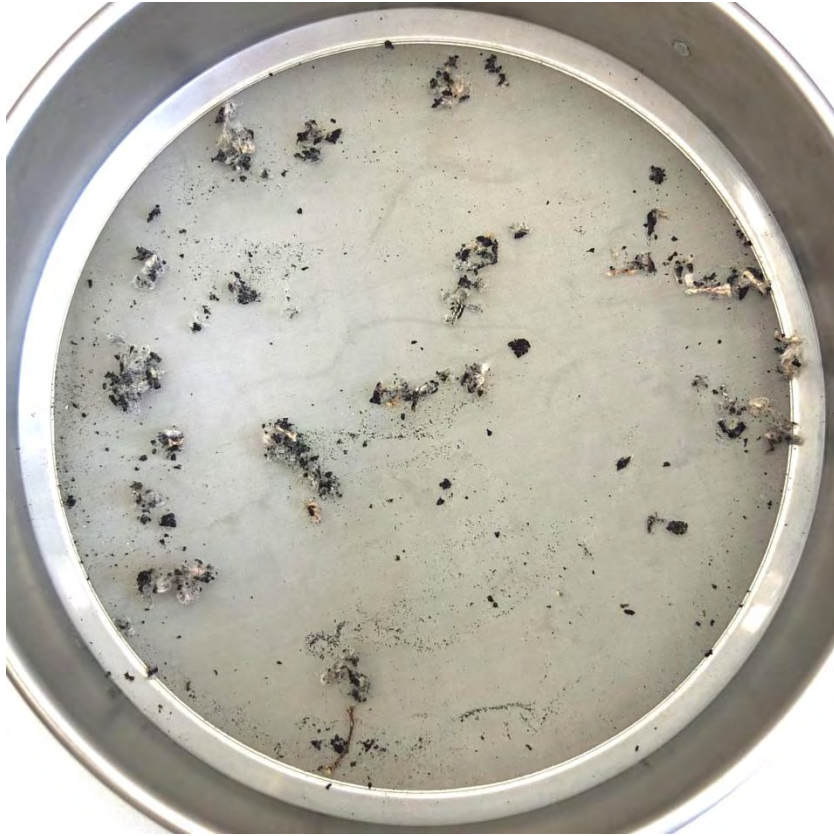


a) Schaumprodukt



b) Rückstand

Abbildung 50: getrocknetes Material auf Sieben; Flotation des Grobgranulats; Versuchsreihe mit verschiedenen Volumenströmen des Druckwassers (Volumenstrom: 0,639 l/min)

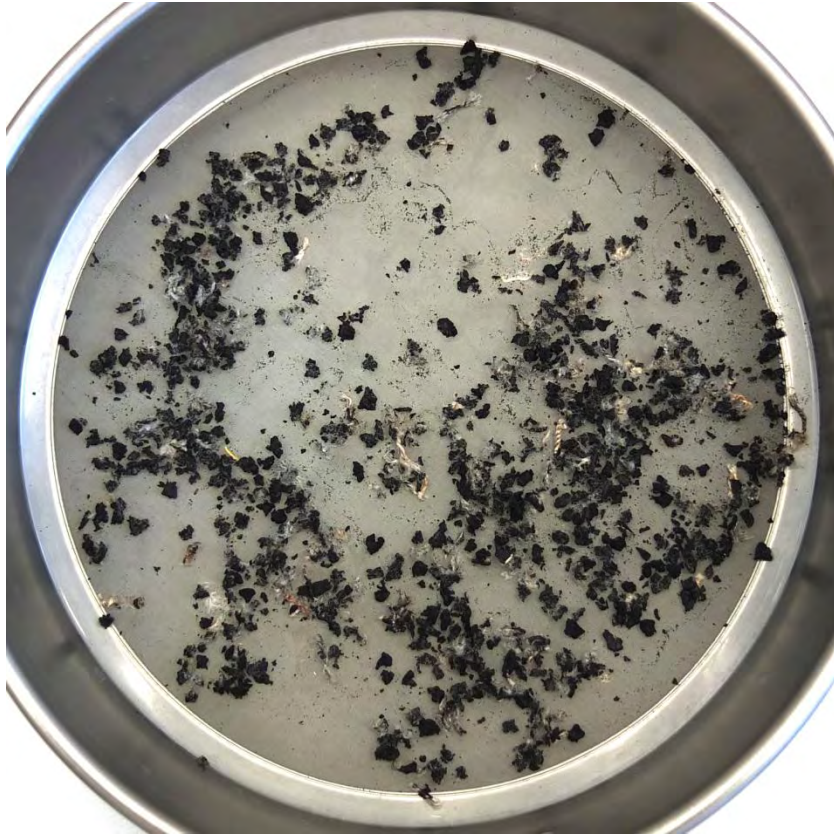


a) Schaumprodukt



b) Rückstand

Abbildung 51: getrocknetes Material auf Sieben; Flotation des Grobgranulats; Versuchsreihe mit verschiedenen Volumenströmen des Druckwassers (Volumenstrom: 0,795 l/min)



a) Schaumprodukt



b) Rückstand

Abbildung 52: getrocknetes Material auf Sieben; Flotation des Grobgranulats; Versuchsreihe mit verschiedenen Volumenströmen des Druckwassers ohne Vorbenetzung durch Ethanol (Volumenstrom: 0,465 l/min)



a) Schaumprodukt



b) Rückstand

Abbildung 53: getrocknetes Material auf Sieben; Flotation des Grobgranulats; Versuchsreihe mit verschiedenen Volumenströmen des Druckwassers ohne Vorbenetzung durch Ethanol (Volumenstrom: 0,639 l/min)

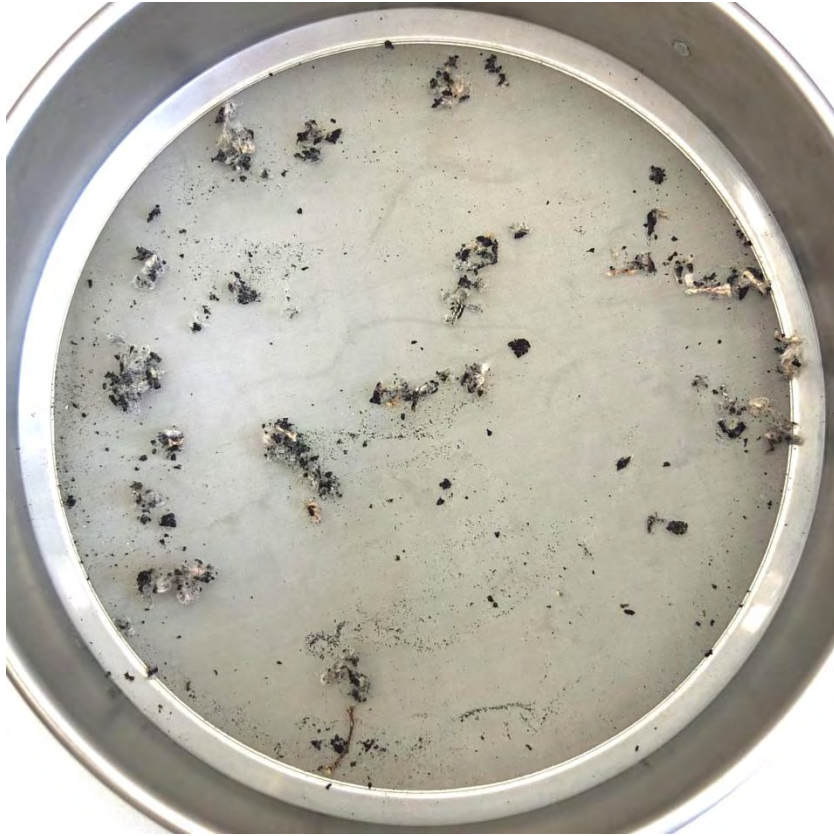


a) Schaumprodukt



b) Rückstand

Abbildung 54: getrocknetes Material auf Sieben; Flotation des Grobgranulats; Versuchsreihe mit verschiedenen Volumenströmen des Druckwassers ohne Vorbenetzung durch Ethanol (Volumenstrom: 0,795 l/min)



a) Schaumprodukt



b) Rückstand

Abbildung 55: getrocknetes Material auf Sieben; Flotation des Grobgranulats; Versuchsreihe mit verschiedenen Überdrücken des Druckwassers (Überdruck: 3,2 bar)



a) Schaumprodukt



b) Rückstand

Abbildung 56: getrocknetes Material auf Sieben; Flotation des Grobgranulats; Versuchsreihe mit verschiedenen Überdrücken des Druckwassers (Überdruck: 3,8 bar)



a) Schaumprodukt



b) Rückstand

Abbildung 57: getrocknetes Material auf Sieben; Flotation des Grobgranulats; Versuchsreihe mit verschiedenen Überdrücken des Druckwassers (Überdruck: 4,4 bar)



Abbildung 58: getrocknetes Material auf Sieb; Flotation des Grobgranulats; Versuchsreihe zur Verweilzeit; Schaumprodukt 1 entstanden zwischen 0 und 3 Minuten



Abbildung 59: getrocknetes Material auf Sieb; Flotation des Grobgranulats; Versuchsreihe zur Verweilzeit; Schaumprodukt 2 entstanden zwischen 3 und 6 Minuten



Abbildung 60: getrocknetes Material auf Sieb; Flotation des Grobgranulats; Versuchsreihe zur Verweilzeit; Schaumprodukt 3 entstanden zwischen 6 und 11 Minuten



Abbildung 61: getrocknetes Material auf Sieb; Flotation des Grobgranulats; Versuchsreihe zur Verweilzeit; Schaumprodukt 4 entstanden zwischen 11 und 21 Minuten



Abbildung 62: getrocknetes Material auf Sieb; Flotation des Grobgranulats; Versuchsreihe zur Verweilzeit; Rückstand nach 21 Minuten

Anhang B

Tabelle 17: Messwerte aus der Siebanalyse

Grobgranulat	Maschenweite des Siebes	Masse Granulat auf dem Sieb	Verteilungssumme Granulat	Masse der Agglomerate
	[mm]	[g]	[-]	[g]
	4,000	4,65	1	0,1
	2,800	29,75	0,908	1,19
	2,000	12,93	0,319	0,58
	1,400	1,19	0,063	0,07
	0,710	1,33	0,040	0,15
	0,400	0,16	0,013	0,04
	0,071	0,50	0,010	0,02
	0,000	0,02	0,000	0,02
	Summe [g]:	50,53	Summe [g]:	2,17
	Einwaage [g]:	50,65	freies Textil:	4,29%
Mittelgranulat	Maschenweite des Siebes	Masse Granulat auf dem Sieb	Verteilungssumme Granulat	Masse der Agglomerate
	[mm]	[g]	[-]	[g]
	2,000	1,38	1,000	0,00
	1,400	22,25	0,974	0,00
	1,000	20,53	0,559	0,05
	0,710	7,69	0,177	0,07
	0,400	1,18	0,033	0,22
	0,125	0,31	0,011	0,01
	0,071	0,26	0,006	0,00
	0,000	0,04	0,001	0,00
	Summe [g]:	53,64	Summe [g]:	0,35
	Einwaage [g]:	53,65	freies Textil:	0,65%
Feingranulat	Maschenweite des Siebes	Masse Granulat auf dem Sieb	Verteilungssumme Granulat	Masse der Agglomerate
	[mm]	[g]	[-]	[g]
	1,000	0,05	1,000	0
	0,710	13,54	0,999	0
	0,500	17,12	0,728	0
	0,400	6,75	0,386	0
	0,355	1,16	0,251	0
	0,200	8,96	0,228	0
	0,125	1,88	0,049	0
	0,071	0,58	0,012	0
	0,000	0,00	0,000	0
	Summe [g]:	50,04	Summe [g]:	0
	Einwaage [g]:	50,29	freies Textil:	0,0%

Tabelle 18: Messwerte und Berechnungsergebnisse für die Pumpenkennlinien und die Blasengrößen

Konzentration TWEEN 20: 0,2127 g/l													
Bestimmung der Kennlinien					Bestimmung der Blasengröße								
Pumpenleistung [%]	Druck [bar]	Volumen [l]	Zeit [s]	errechneter Volumenstrom [l/min]	Tiefe des milchigen Wassers in der Kontaktzone [cm]	Aufstiegszeit kurz [s]	Aufstiegszeit lang [s]	Aufstiegs- geschwindigkeit kurz [cm/s]	Aufstiegs- geschwindigkeit lang [cm/s]	Beschreibung	große Blasen [µm]	kleine Blasen [µm]	
40	2,2	3,40	300,53	0,68	36,5	40	80	0,91	0,46	Bläschen vorwiegend im linken Teil der Anlage	130	92	
	2,4	3,15	301,66	0,63	36,5	30	70	1,22	0,52		dünne Deckschicht	150	98
	2,8	2,80	301,07	0,56	38,5	40	100	0,96	0,39		dünne Deckschicht	133	84
	3,2	2,45	316,19	0,46	40,0	60	200	0,67	0,20		dicke Deckschicht ca 8,5 cm	111	61
	3,6	1,90	299,06	0,38	39,5	140	250	0,28	0,16		dicke Deckschicht ca 8,5 cm	72	54
	4,0	1,60	300,69	0,32	39,5	120	260	0,33	0,15		dicke Deckschicht ca 9 cm	78	53
50	2,4	4,13	300,60	0,82	38,5	20	100	1,93	0,39	dünne Deckschicht ca. 3 cm	189	84	
	2,8	3,55	301,31	0,71	38,5	30	120	1,28	0,32	dünne Deckschicht ca. 3 cm	154	77	
	3,2	3,20	300,63	0,64	40,0	80	200	0,50	0,20	dicke Deckschicht ca. 8 cm	96	61	
	3,6	2,90	300,94	0,58	40,5	130	250	0,31	0,16	dicke Deckschicht ca 8,5 cm	76	55	
	4,0	2,70	300,91	0,54	41,5	130	310	0,32	0,13	dicke Deckschicht ca 8,5 cm	77	50	
	4,4	2,40	300,81	0,48	42,5	130	330	0,33	0,13	dicke Deckschicht ca 8,5 cm	78	49	
60	2,0	4,65	247,31	1,13	38,0	30	70	1,27	0,54	Bläschen nur im linken Teil der Anlage	153	100	
	2,4	4,70	281,31	1,00	40,0	20	140	2,00	0,29		dünne Deckschicht ca. 4 cm	192	73
	2,8	4,45	301,13	0,89	41,0	80	250	0,51	0,16		dicke Deckschicht ca. 6 cm	97	55
	3,2	4,00	301,72	0,80	41,5	60	260	0,69	0,16		dicke Deckschicht ca. 7 cm	113	54
	3,6	3,70	300,63	0,74	42,0	130	320	0,32	0,13		dicke Deckschicht ca. 8,5 cm	77	49
	4,0	3,50	301,64	0,70	42,5	130	340	0,33	0,13		dicke Deckschicht ca. 9 cm	78	48
	4,4	3,30	300,94	0,66	42,5	130	340	0,33	0,13	dicke Deckschicht ca. 9 cm	78	48	
	4,8	3,00	300,65	0,60	42,0	120	340	0,35	0,12	dicke Deckschicht ca. 8,5 cm	80	48	