

(12) **Österreichische Patentanmeldung**

(21) Anmeldenummer: A 50739/2023 (51) Int. Cl.: **D21C 11/00** (2006.01)
(22) Anmeldetag: 12.09.2023 **D21C 11/10** (2006.01)
(43) Veröffentlicht am: 15.03.2025 **B30B 1/00** (2006.01)

(56) Entgegenhaltungen:
CN 1206736 A
US 2014027076 A1
Technologie- und Förderzentrum im
Kompetenzzentrum für nachwachsende Rohstoffe
(2022). Berichte aus dem TFZ - Mineralisch
verschmutzte Holzbrennstoffe. Teil 1: Auswirkung
auf die Verbrennung. Berichte aus dem TFZ 76
[abgerufen am 12.06.2024]. Seiten 1-198. <URL:
[https://www.tfz.bayern.de/mam/cms08/
biogenefestbrennstoffe/dateien/
tfz_bericht_76_quasiholz_teil1_a.pdf](https://www.tfz.bayern.de/mam/cms08/biogenefestbrennstoffe/dateien/tfz_bericht_76_quasiholz_teil1_a.pdf)>

(71) Patentanmelder:
Mondi AG
1030 Wien (AT)

(74) Vertreter:
Puchberger & Partner Patentanwälte
1010 Wien (AT)

(54) **Verfahren zum Kompaktieren eines Materials**

(57) Die Erfindung betrifft ein Verfahren zum Kompaktieren eines Materials, das den aus der Verbrennung von Schwarzlauge erhaltenen Verbrennungsrückstand umfasst oder daraus besteht, wobei das Material beim Kompaktieren einen Wassergehalt von wenigstens 0,001 Gew.-%, bevorzugt von wenigstens 0,01 Gew.-%, aufweist. Die Erfindung betrifft unter anderem auch eine Anlage, das Material als solches sowie Verwendungen des Materials.

Zusammenfassung

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zum Kompaktieren eines Materials, das den aus der Verbrennung von Schwarzlauge erhaltenen Verbrennungsrückstand umfasst oder daraus besteht, wobei das Material beim Kompaktieren einen Wassergehalt von wenigstens 0,001 Gew.-%, bevorzugt von wenigstens 0,01 Gew.-%, aufweist. Die Erfindung betrifft unter anderem auch eine Anlage, das Material als solches sowie Verwendungen des Materials.

Verfahren zum Kompaktieren eines Materials

Die vorliegende Erfindung betrifft unter anderem ein Verfahren zum Kompaktieren eines Materials, ein Material als solches sowie Verwendungen dieses Materials. Insbesondere bezieht sich die vorliegende Erfindung auf unterschiedliche Aspekte in Bezug auf einen aus der Verbrennung von Schwarzlauge erhaltenen Verbrennungsrückstand.

Für die Papierherstellung muss aus Holzfasern durch chemischen Aufschluss Cellulose gewonnen werden. Im Kraftaufschluss, auch als Sulfatverfahren bezeichnet, wird Holz in einem Reaktor mit einer Mischung aus Chemikalien, in der Regel Natriumsulfid und Natriumhydroxid, behandelt. Diese Chemikalien trennen Lignin, Harze und andere nicht-zellulosehaltige Bestandteile von den Cellulosefasern. Die nach Abtrennung der flüssigen Bestandteile erhaltenen Fasern, also der Zellstoff, werden in weiterer Folge zur Papierherstellung verwendet. Der Kraftaufschluss ist eines der gebräuchlichsten Verfahren zur Herstellung von Cellulose für die Papierindustrie, da es hohe Effizienz aufweist und die Verarbeitung einer breiten Palette von Holzarten möglich ist.

Der flüssige Rückstand des Kraftaufschlusses wird als Schwarzlauge bezeichnet. Es handelt sich dabei um ein komplexes Gemisch aus organischen Holzderivaten und

alkalischen Aufschlusschemikalien, das hauptsächlich abgebautes Lignin, organische Säuresalze, Harze, und größere Mengen an Natriumsalzen wie Hydroxid Carbonat, Sulfid, Sulfat und Sulfit enthält. Ferner sind in der Schwarzlauge typischerweise gewisse Anteile an Kaliumsalzen enthalten. Die direkt aus Kraftaufschluss erhaltene Schwarzlauge enthält typischerweise um die 15 Gew.-% gelöste und suspendierte Feststoffe, von denen typischerweise etwa 80 Gew.-% organische Verbindungen und der Rest anorganische Verbindungen sind.

Die weitere Behandlung der Schwarzlauge ist ein wesentlicher Schritt in modernen Kraftverfahren. Der organische Anteil der Schwarzlauge kann als Energiequelle dienen, während aus dem anorganischen Anteil eine Rückgewinnung von Prozesschemikalien erfolgen kann.

Für die Weiterbehandlung wird die Schwarzlauge typischerweise auf einen Feststoffgehalt von um die 85 Gew.-% aufkonzentriert, was meist in mehreren Aufkonzentrierungsschritten erfolgt.

Die aufkonzentrierte Schwarzlauge wird in Rückgewinnungskesseln (*Recovery Boiler*) verbrannt. Die freiwerdende Energie kann in einen Prozessschritt rückgeführt werden, beispielsweise zum Aufschluss selbst oder zur Aufkonzentrierung von Schwarzlauge. Das Verbrennen der Schwarzlauge erfolgt bei vorwiegend reduzierenden Bedingungen. Zurück bleibt typischerweise ein flüssiges Schmelzbett am Kesselboden sowie ein fester Verbrennungsrückstand in Form einer Flugasche, der typischerweise nennenswerte Anteile an Natrium und Kalium enthält, die insbesondere als Carbonate oder Sulfate bzw. als entsprechende Doppel- oder Mehrfachsalze vorliegen. Der hohe Natriumgehalt ist durch die beim Aufschluss eingesetzten Prozesschemikalien bedingt. Der Kaliumanteil stammt typischerweise aus dem Holzmaterial und variiert in Abhängigkeit von der eingesetzten Holzart.

Der Verbrennungsrückstand liegt typischerweise als weißes Pulver vor, wobei die Schüttdichten des Rückstands meist um die 300 kg/m³ liegen und/oder die durchschnittlichen Partikelgrößen unter 100 µm, in der Regel zwischen 2 und 20 µm, betragen.

Es ist im Stand der Technik bekannt, den erhaltenen Verbrennungsrückstand wieder in den Prozess zurückzuführen, um die Stoffbilanzen auszugleichen. Gegebenenfalls wird vor der Rückführung ein Behandlungsschritt durchgeführt, beispielsweise eine Laugung, um unerwünschte Stoffe aus dem Verbrennungsrückstand zu entfernen.

In bekannten Kraftprozessen erfolgt jedoch meist keine vollständige Rückführung des Verbrennungsrückstands, sondern es fallen Überschüsse an, die typischerweise entsorgt werden, was in unter ökologischen und ökonomischen Gesichtspunkten jedoch nachteilig ist. Aufgrund der meist geringeren Mengen an zu entsorgendem Verbrennungsrückstand wurden jedoch bisher noch keine nennenswerten Anstrengungen unternommen, den überschüssigen Verbrennungsrückstand weiteren Verwendungen zuzuführen, was eine Steigerung der Wertschöpfung ermöglichen könnte.

Da der Verbrennungsrückstand typischerweise geringe Schüttdichten aufweist und durch die kleinen Partikeldurchmesser zur Staubbildung neigt, ist eine Weiterverwendung des Verbrennungsrückstands jedoch mit Problemen verbunden und eine Kommerzialisierung hat sich bisher als schwierig herausgestellt.

Eine Aufgabe der vorliegenden Erfindung kann nun gegebenenfalls darin gesehen werden, die Nachteile des Standes der Technik zu überwinden und überschüssigen Verbrennungsrückstand einer weiteren Verwendung zuführen zu können. Insbesondere kann eine Aufgabe darin gesehen werden, eine kosteneffiziente Transportierbarkeit und/oder eine einfache Dosierbarkeit des Verbrennungsrückstands zu ermöglichen.

Es wurde nun überraschend herausgefunden, dass der Verbrennungsrückstand kompaktierbar ist, sodass Pellets, Briketts oder andere verdichtete Aggregate des Verbrennungsrückstands erhalten werden können, welche im Vergleich zu nativem Verbrennungsrückstand eine höhere Rohdichte aufweisen und so eine bessere Verarbeitbarkeit und Transportierbarkeit ermöglichen.

Insbesondere wird die Kompaktierbarkeit dadurch ermöglicht, dass das Material, welches den Verbrennungsrückstand umfasst oder daraus besteht, beim Kompaktieren einen Wassergehalt von wenigstens 0,001 Gew.-% aufweist.

In Zusammenhang mit der vorliegenden Beschreibung bezeichnet der Wassergehalt insbesondere den Gehalt an chemisch ungebundenem Wasser in einem Material. Gegebenenfalls ist es möglich, den Verbrennungsrückstand ohne Zugabe eines Bindemittels oder eines anderen Zuschlagstoffs zu kompaktieren, wobei das Wasser nicht als Bindemittel anzusehen ist.

Jedoch kann der Verbrennungsrückstand vor dem Kompaktieren auch mit anderen Stoffen vermischt werden, um ein Material zu bilden, das in weiterer Folge kompaktiert wird. Dabei ist anzumerken, dass der Wassergehalt auch durch Zugabe eines Bindemittels oder eines weiteren Zuschlagstoffs eingestellt werden kann.

Beispielsweise kann dem Verbrennungsrückstand als Bindemittel Stärke zugegeben werden, die typischerweise einen Wassergehalt zwischen 3 und 15 Gew.-% aufweist. Bei der Zugabe erhöht die Stärke gleichzeitig den Wassergehalt der Mischung.

Der Verbrennungsrückstand kann auch durch Mischen mit flüssigem oder gasförmigem Wasser mit dem gewünschten Wassergehalt versehen werden. Vorteilhaft ist eine Behandlung mit gasförmigem Wasser, also Wasserdampf.

Der Verbrennungsrückstand kann nach der Verbrennung der Schwarzlauge ohne weitere Behandlung kompaktiert werden. Typischerweise ist der Verbrennungsrückstand direkt nach der Verbrennung der Schwarzlauge im Wesentlichen wasserfrei. Es ist auch möglich, dass vor der Kompaktierung ein Behandlungsschritt durchgeführt wird, beispielsweise eine Aufreinigung oder eine Laugung, um bestimmte Komponenten aus dem Verbrennungsrückstand zu entfernen.

Das Material, das den Verbrennungsrückstand und gegebenenfalls Zuschlagstoffe enthält, wird also insbesondere mit einem vorbestimmten Wassergehalt kompaktiert. Das Kompaktieren kann mit unterschiedlichen Verfahren erfolgen, die zur Bildung verfestigter bzw. verdichteter Materialaggregate geeignet sind. Beispielsweise kann

eine Matrixpresse oder eine Extrusionsvorrichtung zum Kompaktieren eingesetzt werden.

Das kompaktierte Material hat insbesondere eine Dichte von mehr als 550 kg/m^3 , gegebenenfalls von mehr als 700 kg/m^3 . Bevorzugt sind Dichten von mehr als 900 kg/m^3 oder sogar mehr als 1000 kg/m^3 . Die Dichte bezeichnet in Zusammenhang mit der vorliegenden Beschreibung sofern nicht anders angegeben, die Rohdichte eines Materials, insbesondere des kompaktierten Materials.

Beim Kompaktieren können verdichtete Aggregate des Materials gebildet werden, die beispielsweise die Form von Pellets oder Briketts aufweisen.

Verdichten bezeichnet im Rahmen der vorliegenden Beschreibung insbesondere die Erhöhung der Dichte eines Stoffes oder Stoffgemischs während eines Verfahrensschritts, sodass die Dichte nach diesem Verfahrensschritt höher ist als davor.

Typischerweise ist der Verbrennungsrückstand in dem zu kompaktierenden Material in einem Gehalt von wenigstens 30 Gew.-% enthalten. Es ist jedoch möglich, dass das Material größere Anteile an dem Verbrennungsrückstand enthält. Gegebenenfalls kann das Material auch vollständig aus dem Verbrennungsrückstand und dem zugegebenen Wasser bestehen, also ohne weitere Additive vorliegen.

Sofern ein Bindemittel, also ein festes Bindemittel, in dem Material enthalten ist, kann dieses typischerweise in einem Gehalt von bis zu 10 Gew.-% vorliegen. Alternativ oder zusätzlich kann das Material auch einen oder mehrere weitere Zuschlagstoffe enthalten, die nicht als Bindemittel wirken, beispielsweise Aluminiumsalze oder Gips.

Der Verbrennungsrückstand besteht typischerweise zu großen Mengen aus Kalium, Natrium, Sulfat und Carbonat bzw. insbesondere aus Mischverbindungen, die diese Ionen enthalten. Ferner können geringere Mengen an Chlorid enthalten sein.

Der Verbrennungsrückstand kann zumindest 10 Gew.-% Natrium als Na_2O und/oder zumindest 0,3 Gew.-% Kalium als K_2O enthalten. Diese Angaben beziehen sich allgemein in Zusammenhang mit der vorliegenden Beschreibung auf rechnerische Äquivalente der entsprechenden Oxide. Der Verbrennungsrückstand muss die genannten Oxide also nicht unbedingt enthalten.

Die Komponenten des Verbrennungsrückstands liegen insbesondere als Aphthitalit und/oder als Burkeit vor. Aphthitalit bezeichnet ein Natrium-Kalium-Sulfat mit der Formel $\text{K}_3\text{Na}(\text{SO}_4)_2$. Burkeit bezeichnet ein gemischtes Natrium-Carbonat-Sulfat mit der Formel $\text{Na}_4(\text{SO}_4)_{1,39}(\text{CO}_3)_{0,61}$. Der gemeinsame Anteil an Aphthitalit und Burkeit im Verbrennungsrückstand liegt typischerweise bei mehr als 50 Gew.-%, gegebenenfalls bei mehr als 80 Gew.-%, insbesondere bei mehr als 90 Gew.-%. Der Verbrennungsrückstand kann ferner Natrium-Chlorid enthalten. Andere Elemente, wie beispielsweise Calcium, Magnesium oder Silicium können typischerweise in Spuren im Verbrennungsrückstand enthalten sein.

Das Verfahren zur Kompaktierung des Materials kann in einem Verfahren Rückgewinnung anorganischer Verbindungen beim Kraft-Aufschluss von ligninhaltigem Pflanzenmaterial eingesetzt werden. Hierbei wird das Verfahren durchgeführt, nachdem aufkonzentrierte Schwarzlauge verbrannt wurde, welche aus dem Aufschluss von Pflanzenmaterial und der nachfolgenden Abtrennung der flüssigen Anteile erhalten wurde.

Die vorliegende Beschreibung offenbart auch eine Anlage, mit der ein solches Verfahren durchgeführt bzw. mit der ein kompaktiertes Material hergestellt werden kann. Diese Anlage kann eine Wasserzufuhrvorrichtung zur Einstellung des gewünschten Wassergehalts vor der Kompaktierung sowie eine Kompaktierungseinrichtung zur Herstellung des kompaktierten Materials umfassen.

Ferner wird ein Material, insbesondere ein kompaktiertes Material, als solches beschrieben, das einen Verbrennungsrückstand umfasst, der aus der Verbrennung von Schwarzlauge erhalten wurde. Das Material kann eine Dichte, also eine Rohdichte, von

mehr als 550 kg/m³ aufweisen, gegebenenfalls von mehr als 700 kg/m³, bevorzugt sind Dichten von mehr als 900 kg/m³ oder sogar mehr als 1000 kg/m³.

Es kann vorgesehen sein, dass das Material zumindest 30 Gew.-% des Verbrennungsrückstands enthält. Es ist jedoch möglich, dass das Material größere Anteile an dem Verbrennungsrückstand enthält. Gegebenenfalls kann das Material auch vollständig aus dem Verbrennungsrückstand und dem zugegebenen Wasser bestehen, also keine Additive enthalten.

In Zusammenhang mit dem Material ist anzumerken, dass der Wassergehalt des Materials nach dem Kompaktieren nicht jenem Wassergehalt entsprechen muss, den das Material beim Kompaktieren aufweist oder aufgewiesen hat. Es ist möglich, dass der Wassergehalt des Materials im Vergleich zum Kompaktieren höher, niedriger oder gleich ist, beispielsweise durch Änderung des Wassergehalts während der Lagerung.

Es werden auch unterschiedliche Verwendungen eines Materials beschrieben, das den aus der Verbrennung von Schwarzlaugenerhaltenen Verbrennungsrückstand umfasst oder daraus besteht. Das Material kann in diesen Verwendungen Merkmale aufweisen, die in Zusammenhang mit dem Herstellungsverfahren bzw. dem Material selbst beschrieben werden. Jedoch ist anzumerken, dass das Material nicht unbedingt kompaktiert sein muss.

Gegebenenfalls kann das Material als Zuschlagstoff für zementöse bzw. hydraulisch härtende Baustoffe wie Beton und/oder Zement, insbesondere als Härtungsbeschleuniger, verwendet werden. Gegebenenfalls kann der Verbrennungsrückstand, der in dem Material enthalten ist, eine frühere Kristallisation / Härtungsreaktion zementöser Baustoffe auslösen. Gegebenenfalls kann das Material in einem Anteil von bis zu 4 Gew.-% in Bezug auf die Menge des zementösen Baustoffs als Zuschlagsstoff verwendet werden.

Überraschenderweise wurde gefunden, dass das hier beschriebene Material als Ersatz für derzeit gängige Härtungsbeschleuniger eingesetzt werden kann.

Gegebenenfalls kann das Material als Zuschlagstoff, insbesondere als Härtungsbeschleuniger, für die Härtung von Gips verwendet werden. Eine beispielhafte Anwendung ist die Härtung von Gipskartonplatten. Gegebenenfalls kann das Material in einem Anteil von bis zu 3 Gew.-% in Bezug auf die Menge an Gips als Zuschlagsstoff verwendet werden.

Überraschenderweise wurde gefunden, dass das Material eine frühere Kristallisation als herkömmliche Beschleuniger initiieren kann. Beispielsweise kann ein Anteil des Materials von etwa 0,4 Gew.-% in Bezug auf die Menge an Gips zu einem um etwa 20% früheren Kristallisationsbeginn und zu einem um etwa 27% früheren Ende der Kristallisation führen.

Gegebenenfalls kann das Material als Flussmittel bei der Herstellung von Glas verwendet werden.

Es wurde überraschend gefunden, dass durch das Material bei der Herstellung von Glas herkömmlich verwendetes Natriumsulfat und Natriumcarbonat zumindest teilweise ersetzt werden kann. Durch die Zudosierung des Materials, das auch gewisse Mengen an Kalium enthält, kann ein beschleunigtes Anschmelzen der Glasmasse erreicht werden, was eine Energieeinsparung bewirkt. Ferner kann die Läuterung, also das Absetzen von Feststoffen bzw. die Reinigung, des Glases verbessert werden. Es wird erwartet, dass bei Verwendung des Materials weniger Gasblasen im geschmolzenen bzw. gekühlten Glas vorhanden sind. Zudem kann im Material vorhandenes Kalium eine Verstärkungswirkung aufweisen, sodass das Glas mechanisch widerstandsfähiger wird.

Gegebenenfalls kann das Material als Quellverhinderungsmittel für Stärke verwendet werden.

Typischerweise wird bei der Verarbeitung von Stärkepulver Natriumsulfat oder Natriumchlorid verwendet, um die Quellung des Gels vor der Trocknung zu minimieren und so eine Energieeinsparung zu erreichen. Überraschenderweise führt die Verwendung des Materials zu einer Entquellung der Stärke und somit zu einem

geringeren Trocknungsbedarf für das Stärkepolver. Hierzu ist es vorteilhaft, wenn Material verwendet wird, das aufgereinigten Verbrennungsrückstand enthält.

Gegebenenfalls kann das Material als Fixiermittel für Farbstoffe verwendet werden.

Das Material kann als Zusatzstoff bei verschiedenen Arten der Färbung von Textilien eingesetzt werden, beispielsweise bei Direktfärbungen oder bei Reaktivfärbungen. Insbesondere kann durch das Material eine inhärente negative Ladung von Textilmaterialien, wie beispielsweise Baumwolle) neutralisiert werden, um ein verbessertes Aufziehen des Farbstoffs auf die Fasern zu ermöglichen.

Gegebenenfalls kann das Material als Zusatzstoff für Tenside und/oder als Alkali-Quelle für Batterien verwendet werden.

Es wird ein Verfahren zum Kompaktieren eines Materials beschrieben, das den aus der Verbrennung von Schwarzlaug erhaltenen Verbrennungsrückstand umfasst oder daraus besteht.

Gegebenenfalls ist vorgesehen, dass das Material beim Kompaktieren einen Wassergehalt von wenigstens 0,001 Gew.-%, bevorzugt von wenigstens 0,01 Gew.-%, aufweist.

Gegebenenfalls ist vorgesehen, dass das Material beim Kompaktieren einen Wassergehalt zwischen 0,001 Gew.-% und 25 Gew.-%, bevorzugt zwischen 0,01 Gew.-% und 10 Gew.-%, weiter bevorzugt zwischen 0,01 Gew.-% und 5,0 Gew.-% aufweist.

Gegebenenfalls ist vorgesehen, dass das kompaktierte Material eine Dichte von wenigstens 550 kg/m³, bevorzugt von wenigstens 800 kg/m³, aufweist.

Gegebenenfalls ist vorgesehen, dass das Material zum Kompaktieren mit einem Druck von wenigstens 0,5 N/mm², bevorzugt von wenigstens 1,0 N/mm², beaufschlagt wird.

Gegebenenfalls ist vorgesehen, dass beim Kompaktieren Pellets oder Briketts des Materials gebildet werden, die insbesondere eine zylindrische Form mit einem Durchmesser zwischen 2 und 150 mm aufweisen.

Gegebenenfalls ist vorgesehen, dass der Verbrennungsrückstand Natrium enthält, wobei Natrium als Natriumoxid Na_2O in einer Menge von wenigstens 10 Gew.-%, insbesondere wenigstens 30 Gew.-%, bevorzugt wenigstens 50 Gew.-%, enthalten ist.

Gegebenenfalls ist vorgesehen, dass der Verbrennungsrückstand ferner Kalium enthält, wobei Kalium als Kaliumoxid K_2O in einer Menge von wenigstens 0,3 Gew.-%, insbesondere wenigstens 2,0 Gew.-%, bevorzugt wenigstens 15 Gew.-%, enthalten ist.

Gegebenenfalls ist vorgesehen, dass der Verbrennungsrückstand zu wenigstens 50 Gew.-%, insbesondere zu wenigstens 60 Gew.-%, als Burkeit und/oder Aphthitalit vorliegt.

Gegebenenfalls ist vorgesehen, dass das Material wenigstens 30 Gew.-%, bevorzugt wenigstens 50 Gew.-%, weiter bevorzugt wenigstens 70 Gew.-%, des Verbrennungsrückstands umfasst.

Gegebenenfalls ist vorgesehen, dass das Material bindemittelfrei ist,

Gegebenenfalls ist vorgesehen, dass das Material neben dem Verbrennungsrückstand ein festes Bindemittel umfasst, wobei das Bindemittel in einem Gehalt von bis zu 10 Gew.-%, bevorzugt von bis zu 5 Gew.-%, weiter bevorzugt von bis zu 2 Gew.-%, in der Mischung enthalten ist.

Gegebenenfalls ist vorgesehen, dass das Bindemittel ausgewählt ist aus Stärke, beispielsweise nativer Stärke aus Mais, Kartoffel, Weizen, Reis oder Tapioka; Saccharose; oder einer Mischung von zwei oder mehr dieser Bindemittel.

Gegebenenfalls ist vorgesehen, dass der Verbrennungsrückstand ohne weitere Behandlung in dem Material enthalten ist.

Gegebenenfalls ist vorgesehen, dass der Verbrennungsrückstand in aufgereinigter, insbesondere gelaugter und/oder umkristallisierter, Form in dem Material enthalten ist.

Es wird auch ein Verfahren zur Rückgewinnung anorganischer Verbindungen beim Kraft-Aufschluss von ligninhaltigem Pflanzenmaterial, insbesondere Holz, beschrieben.

Gegebenenfalls umfasst das Verfahren die folgenden Schritte: (a) Aufschließen des Pflanzenmaterials, (b) Trennen von durch das Aufschließen erhaltener Cellulose und Schwarzlauge, (c) Aufkonzentrieren der Schwarzlauge, (d) Verbrennen der aufkonzentrierten Schwarzlauge zum Erhalten eines Verbrennungsrückstands, und (e) Kompaktieren eines den Verbrennungsrückstand enthaltenden Materials wie hier beschrieben.

Gegebenenfalls ist vorgesehen, dass die aufkonzentrierte Schwarzlauge einen Feststoffgehalt von wenigstens 60 Gew.-% aufweist.

Gegebenenfalls ist vorgesehen, dass die Verbrennungstemperatur in Schritt (d) mehr als 700°C beträgt.

Gegebenenfalls ist vorgesehen, dass der Verbrennungsrückstand vor dem Kompaktieren aufgereinigt, insbesondere gelaugt und/oder umkristallisiert, wird.

Es wird auch eine Anlage, insbesondere zur Durchführung eines Verfahrens wie hier beschrieben, geoffenbart.

Gegebenenfalls umfasst die Anlage die in der nachstehend angegebenen Reihenfolge angeordneten Anlagenteile: einen Aufschlusskocher; eine Trenneinrichtung zur Auftrennung von Cellulose und Schwarzlauge aus dem Aufschlusskocher; eine Konzentriereinrichtung zum teilweisen Entfernen, insbesondere Abdampfen, von Wasser aus der Schwarzlauge; eine Verbrennungseinrichtung zum Verbrennen der aufkonzentrierten Schwarzlauge; gegebenenfalls eine Aufreinigungseinrichtung zum Aufreinigen des in der Verbrennungseinrichtung erhaltenen Verbrennungsrückstands;

und eine Kompaktierungseinrichtung zum Kompaktieren eines Materials, das den gegebenenfalls aufgereinigten Verbrennungsrückstand aus der Verbrennungseinrichtung enthält, wobei die Kompaktierungseinrichtung eine Wasserzufuhrvorrichtung umfasst.

Gegebenenfalls ist vorgesehen, dass die Kompaktierungseinrichtung als Pelletieranlage, insbesondere mit einer Kolben- oder Matrixpresse, ausgebildet ist.

Es wird auch ein Material beschrieben, das den aus der Verbrennung von Schwarzlauge erhaltenen Verbrennungsrückstand umfasst oder daraus besteht.

Gegebenenfalls ist vorgesehen, dass Material in kompaktierter Form, insbesondere mit einer Dichte von mehr als 550 kg/m^3 , vorliegt.

Gegebenenfalls ist vorgesehen, dass das Material wenigstens 30 Gew.-%, bevorzugt wenigstens 50 Gew.-%, weiter bevorzugt wenigstens 70 Gew.-%, des Verbrennungsrückstands umfasst.

Gegebenenfalls ist vorgesehen, dass der Verbrennungsrückstand zu wenigstens 50 Gew.-%, insbesondere zu wenigstens 60 Gew.-%, in der Kristallform Burkeit und/oder Aphthitalit vorliegt.

Es werden auch Verwendungen eines Materials, das den aus der Verbrennung von Schwarzlauge erhaltenen Verbrennungsrückstand umfasst oder daraus besteht, beschrieben. Die Verwendungen umfassen zumindest eine der folgenden Anwendungen: härtungsbeschleunigender Zuschlagstoff für Beton, Zement und/oder Gips; Flussmittel für die Glasherstellung; Quellverhinderungsmittel für Stärke; Fixiermittel für Farbstoffe; Zusatzstoff für Tenside; Alkali-Quelle für Batterien.

Gegebenenfalls liegt der Verbrennungsrückstand bei diesen Verwendungen in kompaktierter Form, bevorzugt mit einer Dichte von mehr als 550 kg/m^3 , vor.

Weitere Merkmale ergeben sich aus den Patentansprüchen sowie aus der Beschreibung der Ausführungsbeispiele. Nachfolgend werden gewisse Aspekte der

vorliegenden Offenbarung anhand exemplarischer Ausführungsbeispiele im Detail erläutert. Diese sollen der Veranschaulichung dienen und schränken den Schutzbereich der Patentansprüche nicht ein.

Als Ausgangsmaterial in den nachfolgend beschriebenen Ausführungsbeispielen sowie im Vergleichsbeispiel wurde ein Verbrennungsrückstand eingesetzt, der aus der Verbrennung von Schwarzlauge erhalten wurde, die in einem Zellstoffwerk angefallen ist.

Die Elementarzusammensetzung dieses Verbrennungsrückstands wurde mittels Röntgenfluoreszenzanalyse bestimmt und ist in Tabelle 1 aufgelistet.

Tabelle 1: Elementarzusammensetzung des Verbrennungsrückstands

Element	mg/kg
Cl	17.000
anorg. C (als CO ₂)	82.000
K (als K ₂ O)	131.500
Na (als Na ₂ O)	358.500
S (als SO ₃)	407.000

Im Rahmen einer Phasenanalyse mittels Röntgendiffraktometrie wurden ferner die in Tabelle 2 aufgelisteten Phasen im Verbrennungsrückstand ermittelt.

Tabelle 2: Phasen im Verbrennungsrückstand

Phase	Formel	Gew.-%
<i>Aphthitalit</i>	K ₃ Na(SO ₄) ₂	39,9
<i>Burkeit</i>	Na ₄ (SO ₄) _{1,39} (CO ₃) _{0,61}	57,1
<i>Halit</i>	NaCl	3,0

Der Verbrennungsrückstand war ein weißes Pulver mit einer Schüttdichte von etwa 300 kg/m³. Der Rückstand wurde in den hier beschriebenen Ausführungsbeispielen 1-3 sowie im Vergleichsbeispiel ohne weitere Aufreinigung verarbeitet.

Es wurden Materialien hergestellt, in denen der Verbrennungsrückstand unterschiedliche Wassergehalte aufwies. Das Wasser wurde durch Lagern des Verbrennungsrückstands in einer klimatisierten Atmosphäre bis zur Gewichtskonstanz (Ausführungsbeispiele 1 und 2) bzw. durch Bedampfen des Verbrennungsrückstands mit Wasserdampf (Ausführungsbeispiel 3) eingestellt. Die Wassergehalte beim Kompaktieren dieser Materialien sind in Tabelle 3 angegeben.

Tabelle 3: Wassergehalte der Materialien beim Kompaktieren

Ausführungsbeispiel	Wassergehalt (Gew.-%)	Wasser eingebracht durch
1	0,017	Lagern bei 23°C und 50% rH
2	2,7	Lagern bei 35°C und 80% rH
3	4,2	15 s behandeln mit Dampf
<i>Vergleich</i>	0	--

Weder in den Ausführungsbeispielen 1-3 noch im Vergleichsbeispiel wurde dem Verbrennungsrückstand ein festes Bindemittel oder ein Zuschlagstoff beigemischt. Die kompaktierten Materialien bestanden also im Wesentlichen vollständig aus dem Verbrennungsrückstand mit dem entsprechenden Wassergehalt.

Das Kompaktieren der Materialien gemäß den vier oben beschriebenen Beispielen erfolgte in einer Pelletierform mit einer zylindrischen Ausnehmung mit einem Durchmesser von etwa 10 mm. Es wurden für Versuchszwecke einzelne Pellets hergestellt, jedoch kann die Herstellung in vergleichbarer Weise in kommerziell erhältlichen Pelletieranlagen erfolgen. In Rahmen dieser Versuche wurden pro Ausführungsbeispiel 30 Pellets hergestellt.

Das Kompaktieren erfolgte mittels einer TIRATEST 2850-Pressen mit einer Kompressionsgeschwindigkeit von etwa 20 mm/min, einer Höchstpresskraft von etwa 310 N und einer Haltezeit bei der Höchstpresskraft von etwa 60 s.

Aus dem Material gemäß dem Vergleichsbeispiel konnten keine Pellets erhalten werden. Die Materialien der Ausführungsbeispiele 1-3 waren hingegen pelletierbar. Durch Vermessen der erhaltenen Pellets wurde die Rohdichte der kompaktierten Materialien ermittelt. Die erhaltenen Rohdichten sind in Tabelle 4 angegeben.

Tabelle 4: Rohdichten der kompaktierten Materialien

Ausführungsbeispiel	Rohdichte (kg/m³)	Anmerkung
1	960	pelletierbar
2	1.170	pelletierbar
3	1.080	pelletierbar
Vergleich	--	nicht pelletierbar

Im Vergleich mit den Angaben in Tabelle 3 zeigen die gemessenen Rohdichten, dass eine im Vergleich zur Schüttdichte des Verbrennungsrückstands (etwa 300 kg/m³) um ein Vielfaches gesteigerte Dichte bereits bei geringen Wassergehalten beim Kompaktieren erreicht werden kann.

Eine weitere Steigerung der Dichte ist durch Erhöhung des Wassergehalts möglich, wobei die Ergebnisse zeigen, dass die höchsten Dichten bei Wassergehalten zwischen 2,5 und 3,0 Gew.-% erzielt werden können.

Der Wassergehalt kann nicht beliebig gesteigert werden, wenn das Material pelletiert werden soll. Es können jedoch bei sehr hohen Wassergehalten andere Verfahren zur Kompaktierung eingesetzt werden, beispielsweise das Bilden einer Aufschlammung und anschließendes Trocknen.

In Ausführungsbeispiel 4 wurde der eingangs beschriebene Verbrennungsrückstand einem Laugungsschritt mit Wasser unterzogen, wobei dem Rückstand etwa 20 Gew.-% Wasser zugegeben wurden. Nach Entfernung der flüssigen Phase wurde der zurückbleibende Feststoff getrocknet. Diese wies eine Rohdichte von etwa 1.800 kg/m³ auf. Auch auf diese Weise konnte ein kompaktiertes Material erhalten werden.

Patentansprüche

1. **Verfahren** zum Kompaktieren eines Materials, das den aus der Verbrennung von Schwarzlauge erhaltenen Verbrennungsrückstand umfasst oder daraus besteht, **dadurch gekennzeichnet, dass** das Material beim Kompaktieren einen Wassergehalt von wenigstens 0,001 Gew.-%, bevorzugt von wenigstens 0,01 Gew.-%, aufweist.
2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass das Material beim Kompaktieren einen Wassergehalt zwischen 0,001 Gew.-% und 25 Gew.-%, bevorzugt zwischen 0,01 Gew.-% und 10 Gew.-%, weiter bevorzugt zwischen 0,01 Gew.-% und 5,0 Gew.-% aufweist.
3. Verfahren nach Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, dass das kompaktierte Material eine Dichte von wenigstens 550 kg/m³, bevorzugt von wenigstens 800 kg/m³, aufweist.
4. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, dass das Material zum Kompaktieren mit einem Druck von wenigstens 0,5 N/mm², bevorzugt von wenigstens 1,0 N/mm², beaufschlagt wird.
5. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, dass beim Kompaktieren Pellets oder Briketts des Materials gebildet werden, die insbesondere eine zylindrische Form mit einem Durchmesser zwischen 2 und 150 mm aufweisen.
6. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 5, dadurch gekennzeichnet, dass der Verbrennungsrückstand Natrium enthält, wobei Natrium als Natriumoxid Na₂O in einer Menge von wenigstens 10 Gew.-%, insbesondere wenigstens 30 Gew.-%, bevorzugt wenigstens 50 Gew.-%, enthalten ist.
7. Verfahren nach Anspruch 6, dadurch gekennzeichnet, dass der Verbrennungsrückstand ferner Kalium enthält, wobei Kalium als Kaliumoxid K₂O in einer Menge von wenigstens 0,3 Gew.-%, insbesondere wenigstens 2,0 Gew.-%, bevorzugt wenigstens 15 Gew.-%, enthalten ist.

8. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 7, dadurch gekennzeichnet, dass der Verbrennungsrückstand zu wenigstens 50 Gew.-%, insbesondere zu wenigstens 60 Gew.-%, als Burkeit und/oder Aphthitalit vorliegt.
9. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 8, dadurch gekennzeichnet, dass das Material wenigstens 30 Gew.-%, bevorzugt wenigstens 50 Gew.-%, weiter bevorzugt wenigstens 70 Gew.-%, des Verbrennungsrückstands umfasst.
10. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 9, dadurch gekennzeichnet,
 - dass das Material bindemittelfrei ist,
 - oder dass das Material neben dem Verbrennungsrückstand ein festes Bindemittel umfasst, wobei das Bindemittel in einem Gehalt von bis zu 10 Gew.-%, bevorzugt von bis zu 5 Gew.-%, weiter bevorzugt von bis zu 2 Gew.-%, in der Mischung enthalten ist.
11. Verfahren nach Anspruch 10, dadurch gekennzeichnet, dass das Bindemittel ausgewählt ist aus Stärke, beispielsweise nativer Stärke aus Mais, Kartoffel, Weizen, Reis oder Tapioka; Saccharose; oder einer Mischung von zwei oder mehr dieser Bindemittel.
12. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 11, dadurch gekennzeichnet,
 - dass der Verbrennungsrückstand ohne weitere Behandlung in dem Material enthalten ist, oder
 - dass der Verbrennungsrückstand in aufgereinigter, insbesondere gelaugter und/oder umkristallisierter, Form in dem Material enthalten ist.
13. **Verfahren** zur Rückgewinnung anorganischer Verbindungen beim Kraft-Aufschluss von ligninhaltigem Pflanzenmaterial, insbesondere Holz, umfassend die folgenden Schritte:
 - a. Aufschließen des Pflanzenmaterials,
 - b. Trennen von durch das Aufschließen erhaltener Cellulose und Schwarzlauge,
 - c. Aufkonzentrieren der Schwarzlauge,

- d. Verbrennen der aufkonzentrierten Schwarzlauge zum Erhalten eines Verbrennungsrückstands, und
- e. Kompaktieren eines den Verbrennungsrückstand enthaltenden Materials nach einem Verfahren gemäß einem der Ansprüche 1 bis 12.
14. Verfahren nach Anspruch 13, dadurch gekennzeichnet, dass die aufkonzentrierte Schwarzlauge einen Feststoffgehalt von wenigstens 60 Gew.-% aufweist.
15. Verfahren nach Anspruch 13 oder 14, dadurch gekennzeichnet, dass die Verbrennungstemperatur in Schritt (d) mehr als 700°C beträgt.
16. Verfahren nach einem der Ansprüche 13 bis 15, dadurch gekennzeichnet, dass der Verbrennungsrückstand vor dem Kompaktieren aufgereinigt, insbesondere gelaugt und/oder umkristallisiert, wird.
17. **Anlage**, insbesondere zur Durchführung eines Verfahrens nach einem der Ansprüche 13 bis 16, umfassend die in der nachstehend angegebenen Reihenfolge angeordneten Anlagenteile:
- einen Aufschlusskocher,
 - eine Trenneinrichtung zur Auftrennung von Cellulose und Schwarzlauge aus dem Aufschlusskocher,
 - eine Konzentriereinrichtung zum teilweisen Entfernen, insbesondere Abdampfen, von Wasser aus der Schwarzlauge,
 - eine Verbrennungseinrichtung zum Verbrennen der aufkonzentrierten Schwarzlauge,
 - gegebenenfalls eine Aufreinigungseinrichtung zum Aufreinigen des in der Verbrennungseinrichtung erhaltenen Verbrennungsrückstands, und
 - eine Kompaktierungseinrichtung zum Kompaktieren eines Materials, das den gegebenenfalls aufgereinigten Verbrennungsrückstand aus der Verbrennungseinrichtung enthält, wobei die Kompaktierungseinrichtung eine Wasserzufuhrvorrichtung umfasst.
18. Anlage nach Anspruch 17, dadurch gekennzeichnet, dass die Kompaktierungseinrichtung als Pelletieranlage, insbesondere mit einer Kolben- oder Matrixpresse, ausgebildet ist.

19. **Material**, das den aus der Verbrennung von Schwarzlauge erhaltenen Verbrennungsrückstand umfasst oder daraus besteht, dadurch gekennzeichnet, dass Material in kompaktierter Form, insbesondere mit einer Dichte von mehr als 550 kg/m³, vorliegt.
20. Material nach Anspruch 19, dadurch gekennzeichnet, dass das Material wenigstens 30 Gew.-%, bevorzugt wenigstens 50 Gew.-%, weiter bevorzugt wenigstens 70 Gew.-%, des Verbrennungsrückstands umfasst.
21. Material nach Anspruch 19 oder 20, dadurch gekennzeichnet, dass der Verbrennungsrückstand zu wenigstens 50 Gew.-%, insbesondere zu wenigstens 60 Gew.-%, in der Kristallform Burkeit und/oder Aphthitalit vorliegt.
22. **Verwendung** eines Materials, das den aus der Verbrennung von Schwarzlauge erhaltenen Verbrennungsrückstand umfasst oder daraus besteht, für zumindest eine der folgenden Anwendungen:
- härtungsbeschleunigender Zuschlagstoff für Beton, Zement und/oder Gips,
 - Flussmittel für die Glasherstellung,
 - Quellverhinderungsmittel für Stärke,
 - Fixiermittel für Farbstoffe,
 - Zusatzstoff für Tenside,
 - Alkali-Quelle für Batterien,
- wobei der Verbrennungsrückstand insbesondere in kompaktierter Form, bevorzugt mit einer Dichte von mehr als 550 kg/m³, verwendet wird.

Klassifikation des Anmeldegegenstands gemäß IPC: D21C 11/00 (2006.01); D21C 11/10 (2006.01); B30B 1/00 (2006.01)		
Klassifikation des Anmeldegegenstands gemäß CPC: D21C 11/00 (2013.01); D21C 11/10 (2013.01); B30B 1/00 (2013.01)		
Recherchierte Prüfstoff (Klassifikation): D21C, B30B		
Konsultierte Online-Datenbank: EPODOC, WPIAP, Volltextdatenbanken DE, Internet		
Dieser Recherchenbericht wurde zu den am 12.09.2023 eingereichten Ansprüchen 1-22 erstellt.		
Kategorie*)	Bezeichnung der Veröffentlichung: Ländercode, Veröffentlichungsnummer, Dokumentart (Anmelder), Veröffentlichungsdatum, Textstelle oder Figur soweit erforderlich	Betreffend Anspruch
X	CN 1206736 A (YU CHENGCHUN [CN]) 03. Februar 1999 (03.02.1999) (übersetzt) [online] [abgerufen am 12.06.2024]. Abgerufen von EPOQUE: TXPUSEB/EPO	1-22
Y	Gesamtes Dokument	1-17, 19-21
Y	US 2014027076 A1 (BEGLEY MICHAEL S [US], GALLOT JEAN-CLAUDE [US]) 30. Januar 2014 (30.01.2014) Beschreibung, Fig. 1-2., Ansprüche	1-17, 19-21
A	Technologie- und Förderzentrum im Kompetenzzentrum für nachwachsende Rohstoffe (2022). Berichte aus dem TFZ - Mineralisch verschmutzte Holzbrennstoffe. Teil 1: Auswirkung auf die Verbrennung. Berichte aus dem TFZ 76 [abgerufen am 12.06.2024]. Seiten 1-198. <URL: https://www.tfz.bayern.de/mam/cms08/biogenefestbrennstoffe/dateien/tfz_bericht_76_quasiholz_teill_a.pdf > Seite 30 ff	1-22
Datum der Beendigung der Recherche: 12.06.2024		Seite 1 von 1
		Prüfer(in): TALLIAN Claudia
*) Kategorien der angeführten Dokumente:		
X	Veröffentlichung von besonderer Bedeutung: der Anmeldegegenstand kann allein aufgrund dieser Druckschrift nicht als neu bzw. auf erfinderischer Tätigkeit beruhend betrachtet werden.	A Veröffentlichung, die den allgemeinen Stand der Technik definiert.
Y	Veröffentlichung von Bedeutung: der Anmeldegegenstand kann nicht als auf erfinderischer Tätigkeit beruhend betrachtet werden, wenn die Veröffentlichung mit einer oder mehreren weiteren Veröffentlichungen dieser Kategorie in Verbindung gebracht wird und diese Verbindung für einen Fachmann naheliegend ist.	P Dokument, das von Bedeutung ist (Kategorien X oder Y), jedoch nach dem Prioritätstag der Anmeldung veröffentlicht wurde. E Dokument, das von besonderer Bedeutung ist (Kategorie X), aus dem ein „älteres Recht“ hervorgehen könnte (früheres Anmeldedatum, jedoch nachveröffentlicht, Schutz ist in Österreich möglich, würde Neuheit in Frage stellen). & Veröffentlichung, die Mitglied der selben Patentfamilie ist.