

1 Zweck und Anwendungsbereich

Diese INGEDE-Methode dient der Bestimmung von Makrostickys in Deinkingstoffen. Sie basiert auf einer Laborsortierung, deren Rückstand so aufbereitet wird, dass klebende Verunreinigungen bildanalytisch ausgewertet werden können.

2 Geräte und Prüfmittel**2.1 Desintegration**

Zur Desintegration entwässerter Stoffproben darf jedes Gerät verwendet werden, welches die Anforderungen nach ISO 5263 erfüllt.

2.2 Sortierung

Die Abtrennung von Makrostickys aus Altpapierstoffsuspensionen kann mit verschiedenen Laborsortierern vorgenommen werden. Mögliche Sortieraggregate sind der Haindl-Fraktionator (ZM V/1.4/86), der Somerville-Fraktionator (TAPPI UM 242) oder der Pulmac MasterScreen. Empfohlen wird die Sortierung mit geringen Schlitzweiten, z. B. 100 µm.

**2.3 Entwässerung und
Trocknung des Rückstands**

Zur Entwässerung und Trocknung des Sortierückstandes darf jedes Gerät verwendet werden, welches die Anforderungen nach ISO 5269/2 bzw. DIN 54358-T01 erfüllt, z. B. das Rapid-Köthen-Gerät. Benötigt wird zudem ein Trockenschrank, der die Anforderungen nach ISO 287 erfüllt.

2.4 Sticky-Visualisierung

Als Prüfmittel finden Verwendung:

- schwarze wasserbasierende Tinte: z. B. Pelikan, Nr. 4001

- Silikonpapier: mit sehr hoher Trennkraft
- Filterpapier: mittel- bis weitporig, mittelschnell filtrierend, maschinenglatt, nassfest, weiß, z. B. Ederol Nr. 12, 240 mm Durchmesser
- Korundpulver: EK weiß, Korngröße 220 (Bezugsquellen siehe Kapitel 10)

2.5 Bildanalytische Auswertung

Zur Messung wird ein Bildanalyzesystem aus Flachbettscanner und Personalcomputer mit geeignetem Steuer- und Auswerteprogramm verwendet. Der Flachbettscanner soll nach dem Reflexionsprinzip mit einer Mindestauflösung von 600 × 600 dpi arbeiten. Die Software muss in der Lage sein, weiße Partikel vor schwarzem Bildhintergrund zu detektieren.

**3 Probenahme und
Probenvorbereitung**

Stoffsuspensionen bis zu einer Stoffdichte von 10 % können direkt ohne weitere Vorbehandlung der Sortierung zugeführt werden. Deinkingstoffe höherer Konsistenz müssen dagegen vor der Sortierung suspendiert werden. Die Desintegration wird in Anlehnung an ISO 5263 durchgeführt, wobei die Desintegration auf fünf Minuten begrenzt wird. Eine längere mechanische Beanspruchung soll vermieden werden, um Veränderungen der Stickygrößenverteilung der Ausgangsprobe zu vermeiden.

4 Durchführung

Das gesamte Ablaufschema geht aus Abb. 1 hervor.

4.1 Sortierung

Bei Verwendung des Pulmac MasterScreen

Bestimmung von Makrostickys in Deinkingstoffen

werden 50 g otro Deinkingstoff dem Vorlagebehälter zugeführt. Die anschließende Sortierung verläuft automatisch. Vor dem Sortiervorgang muss auf das Stützsieb der Entwässerungseinheit (Autofilter) ein angefeuchtetes Filterpapier gelegt werden, auf dem bei Beendigung der Sortierung der Rückstand zurückgehalten wird.

Bei Verwendung des Haindl-Fraktionators verläuft die Sortierung in Anlehnung an das Verfahren zur „Gleichzeitigen Bestimmung des Gehalts an Splintern und Faserfraktionen“ gemäß ZM V/1.4/86, jedoch ohne Kopplung mit dem McNett-Gerät. Zur Gewährleistung einer störungsfreien Sortierung von 50 g otro Deinkingstoff sind die Sortierbedingungen, abweichend von ZM V/1.4/86, wie folgt einzustellen: Die Hubfrequenz der Membran ist auf 480 Doppelhübe/Minute (Maximalhub) zu erhöhen. Wegen der damit verbundenen erhöhten Turbulenz in der Sortierkammer muss die Wand des zylindrischen Vorlagebehälters von 130 mm auf 370 mm erhöht werden. Die Verlängerung des Behälters kann mit einem Plexiglasaufsatz erfolgen. Der Waschwasser-Volumenstrom beträgt während der gesamten Sortierzeit zehn Liter pro Minute. Nach einem kontinuierlichen fünfminütigen Stoffeintrag wird der Deinkingstoff fünf Minuten weitersortiert, bevor die Sortierung beendet wird.

Anmerkung 1: Bei Verwendung einer Schlitzplatte aus Kunststoff kann die mechanische Beanspruchung der Platte infolge des erhöhten Hubs zu einer Materialermüdung führen, die eine Zerstörung der Platte bewirken kann. Aus diesem Grund wird die Verwendung einer Metallplatte empfohlen.

Um eine statistisch sichere Aussage zum Gehalt an Makrostickys treffen zu können, wird die Sortierung von insgesamt drei Einzelproben mit je 50 g otro Stoff aus einer Probe empfohlen.

Anmerkung 2: Eine weitere Erhöhung der Versuchszahl verbessert die Genauigkeit des Messergebnisses nur noch unwesentlich.

4.2 Entwässerung des Rückstands

Nach jeder Sortierung im Haindl-Fraktionator wird der Rückstand vollständig mit etwa

einem Liter Wasser von der Schlitzplatte in ein Gefäß gespült und anschließend im Blattbildner (Bauart Rapid-Köthen) nach Einstellung des Luftwirbels bei einem Wasserstand von zwei Litern über einem angefeuchteten weißen Papierfilter entwässert. Nach der Entwässerung wird das gebildete Präparat mit der Unterseite des Filters (rückstandsfreie Seite) auf einen Gautschkarton gelegt.

Bei Verwendung des Pulmac MasterScreen erfolgt die Entwässerung des Rückstands auf einem Filterpapier gleicher Spezifikation im Gerät, so dass nach Ablauf der Sortierung ein entwässertes Präparat entnommen werden kann, welches ebenfalls mit der Unterseite des Filters auf einen Gautschkarton gelegt wird.

4.3 Trocknung

Die Oberseite des Präparats wird anschließend mit der beschichteten Seite des silikonisierten Papierblatts abgedeckt. Danach wird die Probe zehn Minuten im Blattbildungstrockner (Bauart Rapid-Köthen) getrocknet. Die Trocknungsbedingungen entsprechen dann einer Temperatur von 94 °C und einem Druck von 95 kPa.

4.4 Sticky-Visualisierung

Im Anschluss an die Trocknung werden die Stickys unter Ausnutzung ihrer adhäsiven Eigenschaften visualisiert, um den für die Bildanalyse notwendigen Kontrast zum Präparat-Hintergrund zu schaffen. Dazu ist nach der Trocknung das Silikonpapier zu entfernen. Das getrocknete Präparat wird dann durch ein Tauchbad mit schwarzer wasserbasierender Tinte gezogen, so dass die gesamte Oberfläche benetzt wird. Das eingefärbte Präparat wird anschließend mit der Unterseite auf einen Löschkarton (gebleichter Zellstoffbogen) gelegt, damit von diesem überschüssige Tinte aufgenommen werden kann. Danach wird das Präparat erneut zehn Minuten lang getrocknet (entsprechend Kapitel 4.3), dabei wird die Oberseite mit dem schon benutzten Silikonpapier abgedeckt. Das Präparat sollte zur Vermeidung von Verfärbungen der Trocknungseinrichtungen während der Trocknung auf einem Gautschkarton liegen.

Bestimmung von Makrostickys in Deinkingstoffen

Anschließend wird das Präparat dick und vollständig mit weißem Korundpulver bestreut, die Ober- und Unterseite mit Gautschkarton abgedeckt und zur Verbesserung der Fixierung des Pulvers an den klebenden Flächen zehn Minuten lang in einem Trockenschrank bei 105 °C gelagert. Dabei wird das Präparat mit einem Druck von 950 Pa belastet (6 kg schwere Metallplatte, Durchmesser: 28 cm). Die Platte sollte ständig im Trockenschrank gelagert werden, um die hohe Temperatur zu erhalten. Nach dem Trocknen ist das Präparat aus dem Trockenschrank zu nehmen und überschüssiges, nicht haftendes Pulver mit einem weichen Kosmetikpinsel ohne Druck vom senkrecht gehaltenen Präparat zu entfernen.

Nach der Kontrastierung der Stickys erfolgt eine visuelle Kontrolle, um alle hellen hydrophoben, aber nichtklebenden Verunreinigungen wie z. B. Folienstückchen zu entfernen. Dazu werden die zu eliminierenden Komponenten entweder mit einer Pinzette entfernt oder mit einem wasserfesten Stift schwarz angefärbt, so dass sie bei der nachfolgenden bildanalytischen Auswertung nicht erfasst werden. Da der Anteil derartiger Teilchen erfahrungsgemäß gering ist, geht dieser manuelle Eingriff schnell.

5 Bildanalytische Auswertung

Das aufbereitete Präparat wird anschließend mit Hilfe eines scannerbasierenden Bildanalytischesystems ausgewertet. Bei der Auswahl der Messfläche sollte man sich an der Präparatfläche orientieren, um möglichst alle bei der Sortierung zurückgehaltenen Stickys zu bewerten. Stehen lediglich kleinere Messflächen als die Präparatfläche zur Verfügung, ist die maximal mögliche Messfläche auszuwählen.

Bei der Einstellung der Klassengrenzen kann als untere Messgrenze die Schlitzweite der bei der Sortierung verwendeten Schlitzplatte (z. B. 100 µm) eingesetzt werden. Kleinere Stickys sind wegen der mit der Trocknung verbundenen Vergrößerung der Stickyflächen nicht zu erwarten. Alle anderen Klassen können beliebig variiert werden. Lediglich die

letzte Klasse darf keine Obergrenze aufweisen, damit auch alle Stickys erfasst werden.

6 Prüfbericht

Das Messergebnis der bildanalytischen Auswertung ist in mm² Stickyfläche pro m² Präparatfläche auszuweisen. Abschließend wird der Wert auf mm² Stickyfläche pro kg Deinkingstoff umgerechnet. Dabei sind die tatsächlich mit dem Bildanalytischesystem gemessene Präparatfläche in Relation zur bedeckten Filterpapierfläche (oder Innendurchmesser des Blattbildners) und die bei der Sortierung verwendete Stoffmenge (empfohlen: 50 g otro) zu berücksichtigen.

$$\text{Stickyfläche in } \frac{\text{mm}^2}{\text{kg}} = \frac{\text{Stickyfläche in } \frac{\text{mm}^2}{\text{m}^2} \times \text{Präparatfläche in m}^2}{\text{Stoffmenge in kg}}$$

Bei Verwendung von 50 g otro Deinkingstoff und Entwässerung mittels Rapid-Köthen-Gerät ergibt sich ein Umrechnungsfaktor der flächenbezogenen Stickyfläche in die gewichtsbezogene Stickyfläche von 0,634.

Die Einzelergebnisse der von jeder Stoffprobe hergestellten drei Präparate sind abschließend arithmetisch zu mitteln.

Die Messwerte können sowohl separat für die ermittelten Größenklassen als auch als Gesamtstickyfläche aller Größenklassen angegeben werden.

Im Prüfbericht ist außerdem zu vermerken:

- verwendetes Sortiergerät
- verwendete Schlitzplatte
- eingesetztes Bildanalytischesystem.

7 Quellen

In dieser Methode wird auf folgende Normen Bezug genommen:

- ZM V/1.4/86: Gleichzeitige Bestimmung des Gehalts an Splintern und Faserfraktionen.
- ISO 5263: Pulps – Laboratory wet disintegration.
- ISO 5269/2: Pulp – Preparation of laboratory sheets for physical testing – Part 2: Rapid-Koethen method

Bestimmung von Makrostickys in Deinkingstoffen

- DIN 54 358-T01: Herstellung von Laborblättern für physikalische Prüfungen – Rapid-Köthen-Verfahren
- TAPPI UM 242: Shive content of mechanical pulps (Somerville fractionator).
- ISO 287: Paper and Board – Determination of moisture content – Oven drying method.

8 Erläuterungen

Die INGEDE-Methode basiert auf dem INGEDE-Projekt 38 94 PTS/IfP „*Entwicklung von Methoden zur quantitativen Analyse von Mikro- und Makrostickys*“.

9 Literatur

Ackermann, C.; Putz, H.-J.; Göttching, L.: *INGEDE-Methode zur Bestimmung von Makro-Stickys in Deinkingstoffen*.

Das Papier 51(1997), Nr. 6, 271-282

Ackermann, C.; Putz, H.-J.; Göttching, L.: *Improved Macro Sticky Analysis for DIP*

based on Screening. Progress in Paper Recycling 7 (1998), no. 2, 22-32

10 Bezugsquellen

Korundpulver: Bezug über Institut für Papierfabrikation, TU Darmstadt, Alexanderstraße 8, 64283 Darmstadt, Deutschland, E-Mail pmv@papier.tu-darmstadt.de

Silikonpapier: Fa. Herma, Sparte Haftpapier, Abt. Verkauf, Fabrikstraße 16, 70794 Filderstadt, Deutschland

Filterpapier: Fa. Binzer & Munktel Filter GmbH, Typ Ederol Nr. 12

Tinte: Fa. Pelikan, Typ Nr. 4001, oder Fa. Parker Quink

INGEDE ÖA 07/2003

INGEDE online:

E-Mail info@ingede.com

INGEDE im Internet: <http://www.ingede.com>

Bestimmung von Makrostickys in Deinkingstoffen

Deinkingstoff
(Stoffdichte > 10 %)

Deinkingstoff
(Stoffdichte < 10 %)

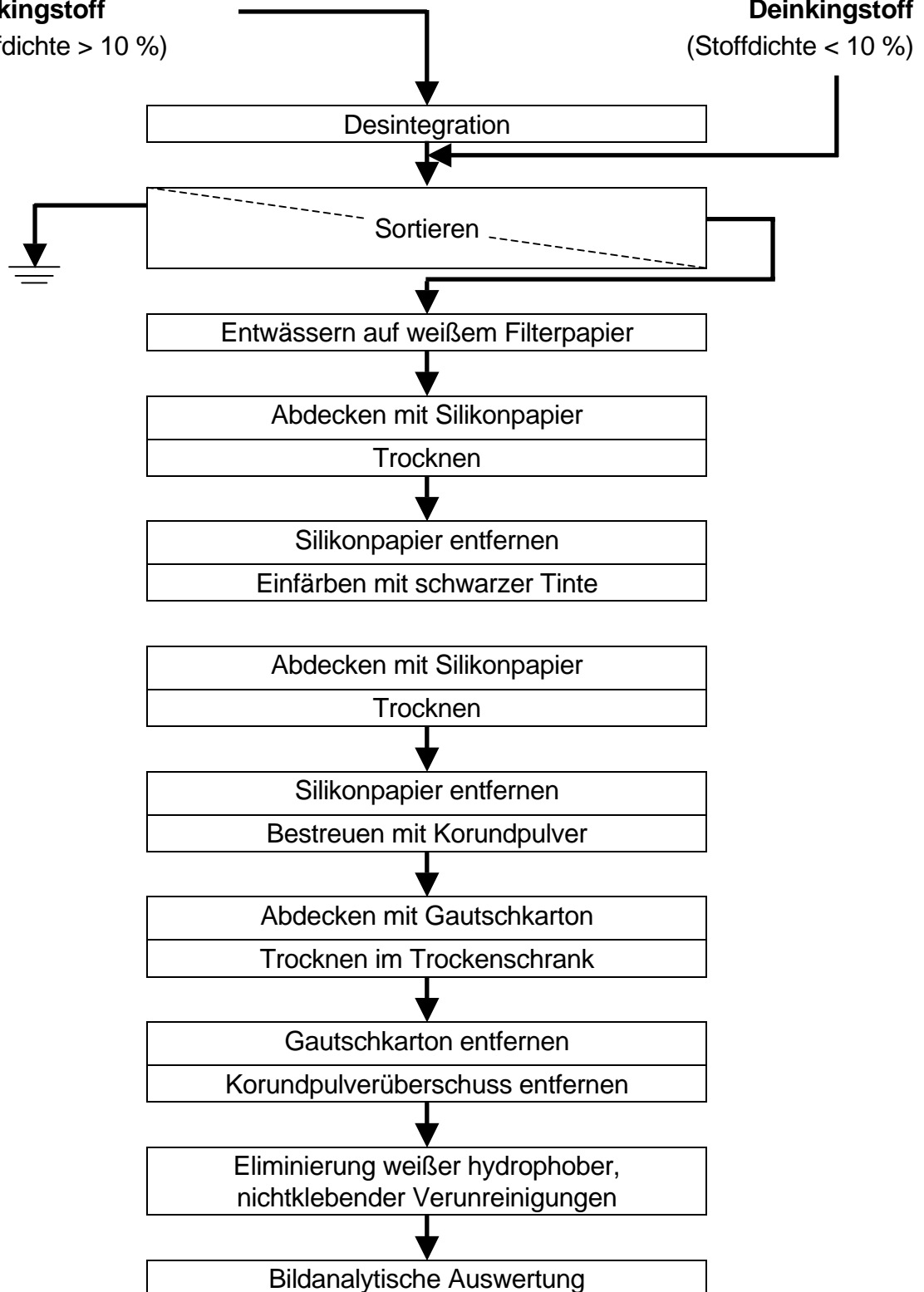


Abb. 1
Ablauf der Methode