



## INGEDE-Methode 1

Dezember 2014

### Herstellung von Laborblättern aus Faserstoffen und Filtraten von Deinkingprozessen

Dieses Dokument wurde ursprünglich von der INGEDE, ihren Mitgliedern und Forschungspartnern entwickelt und veröffentlicht. Im Rahmen des EcoPaperLoop-Projekts wurde die INGEDE-Methode 1 in mehrere Sprachen übersetzt. Jedoch ist im Falle einer Abweichung die englische Version die einzig gültige.

# INGEDE- Methode 1

Dezember 2014

6 Seiten

## Herstellung von Laborblättern aus Faserstoffen und Filtraten von Deinkingprozessen



### Einleitung

Faserstoff aus Altpapier enthält typischerweise Druckfarben, welche dessen optische Eigenschaften beeinflussen. Reinigen und Flotieren entfernt kleine Verunreinigungen und Druckfarbenpartikel, wobei die Wirksamkeit der Entfernung auch vom Druckprozess abhängt. Zur Bestimmung der Restdruckfarbe wird die Reflexion von Licht im Nahinfrarotbereich gemessen. Das Reflexionsvermögen des Lichtes ist ein Indikator für Fein- und Füllstoffe, welche den Lichtstreuungskoeffizienten beeinflussen. Die Restdruckfarbe beeinflusst den Absorptionskoeffizienten. Zur Berechnung des Streuungskoeffizienten werden Papierproben mit einer Opazität kleiner 95 % (ISO 9416) benötigt, was bei industriell gefertigten Papieren meistens der Fall ist.

Es sind Stoffproben entlang des Deinkingprozesses oder Stoffproben von Deinkinguntersuchungen (INGEDE-Methode 11) zu verwenden. Diese INGEDE-Methode beschreibt die Herstellung von Nutschenblättern, bei der die Fein- und Füllstoffverluste während der Herstellung vernachlässigbar sind. Nutschenblätter sind opak, was die Bestimmung des Streuungskoeffizienten  $s$  behindert. Die Annahme eines konstanten Streuungskoeffizienten ist jedoch nicht zu empfehlen, da die Lichtstreuung z. B. zwischen Stoffproben mit unterschiedlichen Aschegehalten variiert. Die INGEDE-Methode 1 beschreibt hierfür die Herstellung von Laborblättern unter Verwendung von Kreislaufwasser. Die Methode kann sowohl für Industrie- als auch für Laborproben verwendet werden.

### 1 Anwendungsbereich

Diese INGEDE-Methode kann für die Herstellung von Labor- und Nutschenblättern aus dem Deinkingprozess und von Laborproben verwendet werden.

### 2 Prinzip

Für Prüfungszwecke werden Nutschenblätter von Industrie- oder Laborproben mittels eines Büchnertrichters und definierten Papierfiltern hergestellt. Laborblätter werden mit der Rapid-Köthen-Methode aus industriellem Faserstoff unter definierten Bedingungen hergestellt. Die Filtratproben werden über einem Membranfilter entwässert und mit einem Referenzmembranfilter verglichen, welcher mit Leitungswasser hergestellt wird.

Die optischen Messungen erfolgen nach INGEDE-Methode 2.

### **3 Geräte und Hilfsmittel**

#### **3.1 Geräte**

- Verteiler (Volumen: 10 l)
- Büchnertrichter mit einer Vakuumpumpe, welche einen Druckdifferenz  $\geq 60$  kPa erzeugen kann
- Filterpapier: Munktell Typ 1289
- Laborwaage bis 3000 g, mit einer Genauigkeit von  $\pm 0,1$  g
- Standard Blattbildner (Rapid-Köthen) mit Trockner (Vakuum 95 kPa, 94 °C), entsprechend der ISO 5269-2
- Abdeckblätter und Gautschkarton nach ISO 5269-2

Filtratverdunkelung:

- Zellulosenitratmembranfilter: Sartorius Typ 11306-050N,  $\varnothing$  50 mm, Porendurchmesser 0,45  $\mu$ m
- Vakuumfiltrationseinheit mit einem Trichter mit 39 mm innerem Bodendurchmesser
- Wasserstrahlpumpe oder Vakuumpumpe
- Exsikkator

#### **3.2 Chemikalien**

- Kationisches Polyacrylamid (CPAM) – langkettig, geringe kationische Ladung – ein Polymer welches z. B. für Schlammfällung verwendet wird. Die Konzentration des CPAM soll 1 g/l betragen (Pulver in Leitungswasser verdünnt).
- Alaun

### **4 Proben**

#### **4.1 Stoffproben**

Nach der Entnahme einer repräsentativen Stoffmenge an der betreffenden Stelle der Altpapieraufbereitung oder einer Stoffprobe aus Labor-Deinkingversuchen wird diese im Labor aufgearbeitet. Die Stoffdichte ist nach ISO 4119 zu bestimmen.

Nach der Stoffdichtebestimmung wird die Stoffprobe in einem Verteilergerät auf eine Stoffdichte von 8 g/l verdünnt und homogenisiert. Nach erneuter Stoffdichtebestimmung kann der Stoff für die Herstellung eines Laborblattes entnommen werden. Eine Einstellung des pH-Wertes ist nicht notwendig.

Fasersuspensionen mit einer Stoffdichte unter 10 % können unmittelbar ohne weitere Vorbereitung zur Herstellung von Blättern verwendet werden. Deinkingstoff mit höherer Stoffdichte muss vor der Blattbildung desintegriert werden. Die Desintegration erfolgt nach ISO 5263-2, wobei diese auf fünf Minuten begrenzt ist. Bei einer Stoffdichte von 2 % sollte die mechanische

Belastung kurz gehalten werden, um eine Änderung der Größenverteilung von unerwünschten Partikeln (z. B. Druckfarben und Stickys) zu vermeiden.

## 4.2 Filtratproben

Bei der Herstellung von Nutschenblättern zur Messung der optischen Eigenschaften entstehen Filtrate, welche anschließend zur Herstellung der Membranfilterproben verwendet werden. Die Herstellung von zwei Nutschenblättern erzeugt zwei Filtratproben von jeder Stoffprobe.

## 5 Durchführung

### 5.1 Nutschenblätter

Es sind mindestens zwei Nutschenblätter aus einer Stoffprobe herzustellen.

Die Nutschenblätter werden in einem Büchnertrichter gebildet, welcher zuvor mit einem angefeuchteten Papierfilter ausgelegt wird. Die flächenbezogene Masse der Nutschenblätter hat 225 g/m<sup>2</sup> zu betragen. Ein Filterpapierdurchmesser von 150 mm und ein maximaler Durchmesser des Büchnertrichters von 160 mm sind empfehlenswert. In diesem Fall werden 4,0 g ofentrockener Faserstoff verwendet, die Suspension wird mit Leitungswasser auf einen Liter verdünnt.

Filter mit anderem Durchmesser können nach Tabelle 1 verwendet werden. Der Durchmesser des Büchnertrichters ist abhängig vom Filterdurchmesser und sollte den Maximalwert in Tabelle 1 nicht überschreiten. In der Regel werden Büchnertrichter mit ihrem Nenndurchmesser, der identisch mit dem Filterdurchmesser ist, gehandelt.

Wenn abweichende Größen von Büchnertrichter und Papierfilter verwendet werden, muss das Probenvolumen nach Tabelle 1 angepasst werden. Die Stoffdichte von 0,4 % wird nicht geändert.

**Tabelle 1: Faserstoffvolumen für die Büchnertrichterfiltration**

Max. Durchmesser des Büchnertrichters in mm	Durchmesser des Filterpapiers (Munktell 1289) in mm	Ofentrockenes Material in g	Probenvolumen bei 0,4 % Stoffdichte in ml
120	110	2,15	538
135	125	2,75	688
160	150	4,00	1000
195	185	6,10	1525

Nach der Filtration und dem vorsichtigen Entfernen des Filterpapiers wird das nasse Nutschenblatt vor dem Trocknen zwischen zwei neue Papierfilter gelegt. Die Trocknungszeit im Rapid-Köthen-Trockner beträgt zehn Minuten. Das getrocknete Filterpapier sollte erst unmittelbar vor der Messung der optischen Eigenschaften vom Nutschenblatt entfernt werden.

Erfahrungen haben gezeigt, dass der Einsatz eines dünnen Siebes aus Nylon hilft, Markierungen zu verhindern. Für diesen Zweck kann ein Nylonsieb mit einer Maschenweite von etwa 140 µm in Querrichtung und etwa 190 µm Diagonale unter dem Papierfilter verwendet werden. Diese Option ist bei der Herstellung von Nutschenblättern erlaubt, jedoch nicht, wenn das Filtrat zur Bestimmung der Filtratverdunkelung verwendet wird. Zur optischen Bewertung der Filtratqualität nach Kapitel 5.5 wird das Filtrat von Nutschenblättern, welche auf einer Lage Filterpapier hergestellt wurden, gesammelt.

## **5.2 Laborblattbildung – Allgemeine Vorgehensweise**

Für jedes Laborblatt wird eine passende Menge des Materials aus dem Verteilergerät entnommen. Nach der Standard-Laborblattbildung wird das Laborblatt im Rapid-Köthen-Trockner zwischen einem Gautschkarton und einem Abdeckpapier getrocknet. Die Trocknungszeit beträgt sieben Minuten. Gautschkarton und Abdeckpapier sollen erst unmittelbar vor der Messung der optischen Eigenschaften vom Laborblatt entfernt werden.

## **5.3 Laborblätter zur Bestimmung der Schmutzpunktfläche A**

Zur Bestimmung der Schmutzpunktfläche (A) werden mindestens zwei Laborblätter mit Frischwasser hergestellt (um einen verbesserten Kontrast bei der optischen Analyse zu erhalten). Die flächenbezogene Masse  $m_A$  soll  $42,6 \text{ g/m}^2 \pm 1,6 \text{ g/m}^2$ , bezogen auf die ofentrockene Masse, betragen.

## **5.4 Laborblätter zur Bestimmung der Kubelka-Munk-Parameter**

Laborblätter für die Bestimmung der Kubelka-Munk-Parameter spezifischer Lichtabsorptionskoeffizient (k) und spezifischer Lichtstreuungskoeffizient (s) werden mit Kreislaufwasser hergestellt. Ihre Opazität soll nicht über 95 % im nahen Infrarotbereich liegen.

Eine homogene Suspensionsmenge entsprechend 1,35 g ofentrockener Substanz wird aus dem Verteilergerät entnommen, um ein Laborblatt nach ISO 5269-2 herzustellen. Nach der Entwässerung wird es vom Sieb entfernt und entweder verworfen oder als Laborblatt für das Stapeln für die Bestimmung des Reflexionsfaktor  $R_\infty$  verwendet. Das Filtrat wird im Prozess zurückgehalten (Siebwasser) und für die Herstellung des nächsten Blattes verwendet. Um die Konzentration des Kreislaufwassers zu erhöhen, wird diese Prozedur viermal wiederholt, ohne dabei die ofentrockene Masse zu verändern. Das fünfte Blatt wird vom Sieb entfernt und zwischen Gautschkarton und Abdeckblatt im Rapid-Köthen-Trockner mindestens sieben Minuten lang getrocknet. Anschließend wird die flächenbezogene Masse bestimmt.

Die für die Blattbildung benötigte Suspensionsmenge wird zum ersten Mal angepasst, um ein Laborblatt mit der flächenbezogene Masse  $m_A$  von  $42,6 \pm 1,6 \text{ g/m}^2$ , bezogen auf die ofentrockene Masse, zu erhalten.

Anmerkung: Die oben genannte flächenbezogene Masse entspricht einem Laborblattgewicht von  $1,35 \pm 0,05 \text{ g}$  nach der Trocknung.

Die angepasste Suspensionsmenge wird dann verwendet, um zwei weitere Laborblätter mit dem konzentrierten Filtrat herzustellen (Blatt 6 und 7). Diese werden ebenfalls zwischen einem

Gautschkarton und einem Abdeckpapier mindestens sieben Minuten lang getrocknet. Zur Erleichterung der folgenden optischen Messungen ist es empfehlenswert, Ober- und Siebseiten zu markieren.

Vor der optischen Beurteilung müssen die beiden Laborblätter nach ISO 187 klimatisiert werden. Die flächenbezogene Masse der Probe nach der Klimatisierung unter Standardatmosphäre soll  $45 \text{ g/m}^2$  betragen. Der Wert wird auf  $0,1 \text{ g/m}^2$  gerundet.

### **5.5 Filtratproben**

Das komplette Filtrat, welches bei der Entwässerung eines Nutschenblatts entsteht, wird homogenisiert. 100 ml Filtrat werden komplett mittels Vakuumfiltration auf einem Zellulosenitratfilter entwässert. Fasermaterial, welches auf dem Membranfilter gefunden wird, zeigt an, dass etwas Faserstoff bei der Nutschenblattbildung am Filter vorbeigegangen ist. In diesem Fall müssen Membranfilter und Filtrat verworfen werden, und ein neues Nutschenblatt und Filtrat müssen wie in Kapitel 5.1 beschrieben hergestellt werden.

Das Filtrat von zwei Nutschenblättern (Kapitel 5.1) wird jeweils filtriert. Normalerweise wird die Filtration ohne Flockungsmittel durchgeführt. Das Filtrat dieser Filtration muss eine farblose und klare Flüssigkeit sein.

#### Ausnahme:

Für den Fall, dass das Filtrat nach der Membranfiltration gefärbt ist, wird das Vorgehen mit einer neuen Probe (100 ml) wiederholt. Vor der Membranfiltration wird jetzt Flockungsmittel dosiert (mit 5 ml starten), möglich sind Alaun oder ein langkettiges, kationisches Polyacrylamid (CPAM) mit geringer kationischer Ladung. Im Bericht wird vermerkt, ob das Filtrat gefärbt war und ob Flockungsmittel, falls ja wieviel, verwendet wurde.

Der Membranfilter wird aus der Filtrationseinheit entfernt und im Exsikkator getrocknet.

Referenzmembranfilter werden auf die gleiche Weise hergestellt, dazu wird 100 ml Leitungswasser ohne Faserstoff verwendet. Für jede Testserie ist mindestens einmal täglich ein Membranfilter herzustellen.

### **6 Bericht**

- Die Art der hergestellten Laborblätter
- Durchmesser des Büchnertrichters
- Fotografien der Laborblätter und Nutschenblätter, Membranfiltrat und Membranfilter
- Filtratprobenherstellung mit oder ohne Flockungsmittel, ggfs. Dosierung
- Alle Abweichungen von der Methode

## **7 Referenzen**

### **7.1 Zitierte Normen und Methoden**

- ISO 4119: Halbstoffe – Bestimmung der Stoffdichte (1995).
- ISO 5269-2: Faserstoffe – Laborblattbildung für physikalische Prüfungen – Teil 2: Rapid-Köthen-Verfahren (ISO 5269-2:2004).
- ISO 187: Papier, Pappe und Zellstoff; Normalklima für die Vorbehandlung und Prüfung und Verfahren zur Überwachung des Klimas und der Probenvorbehandlung (1990).
- INGEDE-Methode 2: Messungen der optischen Eigenschaften von Faserstoffen und Filtraten aus Deinkingprozessen.
- ISO 5263-2: Faserstoffe – Nassaufschlagen im Labor – Teil 2: Aufschlagen von Holzstoff bei 20 °C (2004)
- ISO 9416: Papier – Bestimmung des Lichtstreuungs- und Absorptionskoeffizienten (Kubelka-Munk-Theorie) (2009)

### **7.2 Erläuterungen**

Diese Methode wurde erstmals 1997 veröffentlicht. Eine umfangreiche Überarbeitung erfolgte nach den Definitionen im INGEDE-Projekt 85 02 CTP/PMV/PTS „European Deinkability Test Method“. Im Jahr 2006 wurden Teile der INGEDE-Methoden 3 und 10 in diese Methode übertragen. 2014 wurde ein Papierfilter basierend auf den Ergebnissen des INGEDE-Projekts 140 13 definiert.

Kontakt:  
INGEDE e.V. (Internationale Forschungsgemeinschaft Deinking-Technik e.V.)  
Geschäftsstelle

Gerokstr. 40  
74321 Bietigheim-Bissingen, Deutschland  
Tel. +49 7142 7742-81  
Fax +49 7142 7742-80  
E-Mail [office@ingede.org](mailto:office@ingede.org)