



## INGEDE-Methode 12

Januar 2013

### Bewertung der Rezyklierbarkeit von Druckprodukten – Prüfung des Fragmentierverhaltens von Klebstoffapplikationen –

Dieses Dokument wurde ursprünglich von der INGEDE, ihren Mitgliedern und Forschungspartnern entwickelt und veröffentlicht. Im Rahmen des EcoPaperLoop-Projekts wurde die INGEDE-Methode 12 in mehrere Sprachen übersetzt. Jedoch ist im Falle einer Abweichung die englische Version die einzig gültige.

## Einleitung

Eine gute Rezyklierbarkeit von Druckprodukten ist ein entscheidendes Merkmal für die Nachhaltigkeit des grafischen Papierkreislaufs. Es gehört zu den Aufgabenschwerpunkten der INGEDE, Rezyklierbarkeit sicherzustellen und zu verbessern.

Eine der Maßnahmen ist es, Werkzeuge zur Beurteilung der Wiederverwertbarkeit nach folgenden zwei Kriterien zur Verfügung zu stellen

- Deinkbarkeit
- Sortierbarkeit von Klebstoffanwendungen

Hierfür wurde eine Reihe von Methoden entwickelt, welche die Standardverfahrensschritte einer Deinkinganlage simulieren und Rückschlüsse auf das Verhalten von Druckprodukten und Klebstoffanwendungen in einer Deinkinganlage zulassen.

Dieses Verfahren befasst sich mit dem Fragmentierverhalten von Klebstoffanwendungen nach der Zerkleinerung als einen Aspekt der Beurteilung der Rezyklierbarkeit. Die Methode basiert auf der generellen Forderung, dass Klebstoffanwendungen mechanisch abtrennbar sein sollen. Das Fragmentierverhalten bestimmt die Sortierbarkeit (siehe ERPC-Scorecard „Beurteilung der Rezyklierbarkeit von Druckprodukten – Bewertungspunkte für die Entfernbarkeit von Klebstoffapplikationen“).

## 1 Anwendungsbereich

Diese INGEDE-Methode beschreibt ein Verfahren zur Untersuchung des Fragmentierhaltens und der Sortierbarkeit von Klebstoffanwendungen in Papierprodukten. Sie ist anwendbar für bekannte und unbekannte Mengen Klebstoff in einer Altpapierprobe.

## 2 Begriffe und Definitionen

Makrostickys:

ZELLCHEMING Technisches Merkblatt RECO 1, 1/2003 "Begriffsbestimmungen von Stickys", bestimmt nach INGEDE-Methode 4.

Stickys sind klebende Partikel, die beim Einsatz von altpapierhaltigen Faserstoffen auftreten können. Die im Siebrückstand nachgewiesenen Stickys stellen Makrostickys dar.

Klebstoffanwendungen:

Kleberücken

Kleberücken sind die geklebten Rückenbindungen von gedruckten Büchern, Zeitschriften, Journalen und Katalogen.

#### Seitenleim

Die erste oder ersten zwei und letzte oder letzten zwei Seiten eines Druckproduktes sind Teil der Bindung. Der Kleberücken und der Seitenleim bilden zusammen die Klebebindung.

#### Einkleber

Dies sind Klebstoffanwendungen zum Einkleben von Proben oder Einlagen zu kommerziellen Zwecken in oder auf Druckprodukten.

#### PSA

PSA ist die Abkürzung für drucksensible Klebstoffe (pressure sensitive adhesives), die typischerweise für Etiketten und Aufkleber verwendet werden.

### **3 Prinzip**

Diese Methode simuliert die Sortierbarkeit von Klebstoffanwendungen im Deinkingprozess. Die zwei wesentlichen Schritte sind die Zerfaserung und die Sortierung.

Diese Methode beschreibt den Laborzerfaserungsprozess durch die Definition der physikalischen Bedingungen und der Zugabe von Deinkingchemikalien (Abbildung 1).

Die Abtrennung von Klebstoffanwendungen vom Faserstoff erfolgt durch Sortierung nach INGEDE-Methode 4.

Die Partikelgrößenverteilung der Makrostückys wird gemessen, dies erlaubt die Beurteilung der Sortierbarkeit von Klebstoffanwendungen im Industrieprozess.

Die Begrenzung der Sortierbarkeit auf einen kreisäquivalenten Durchmesser  $< 2\,000\ \mu\text{m}$  wurde durch Versuche in semi-industriellen Technikumsanlagen nachgewiesen und durch Untersuchungen in Industrieanlagen bestätigt.

Treibende Kraft bei der Entwicklung dieser Methode war die Tatsache, dass der Gehalt an Klebstoffen in Druckprodukten normalerweise unbekannt ist. Falls er bekannt ist, kann die Untersuchung mit INGEDE-Methode 13 kombiniert werden.

## **4 Geräte und Hilfsmittel**

### **4.1 Geräte**

- Analysenwaage bis 1 000 g mit einer Genauigkeit von 0,001 g
- Laborwaage bis zu 3 000 g mit einer Genauigkeit von 0,1 g
- Hobart-Pulper N 50, verfügbar bei HOBART GmbH, mit einem blattförmigen Rührer (siehe INGEDE-Methode 11)
- Haindl-Fraktionator in Übereinstimmung mit ZM V/1.4/86 oder Somerville-Tester gemäß TAPPI T 275 sp-07 oder Pulmac Master Screen-type Gerät gemäß TAPPI T 274 sp-08
- Schlitzplatte mit einer Schlitzweite von 100 µm
- Rapid-Köthen-Blattbildner in Übereinstimmung mit ISO 5269/2
- Trockenschrank nach ISO 287
- Scannerbasierendes Bildanalyse-System mit einer Mindestauflösung von 600 x 600 dpi, z. B. DOMAS oder SIMPALAB

### **4.2 Testmaterial**

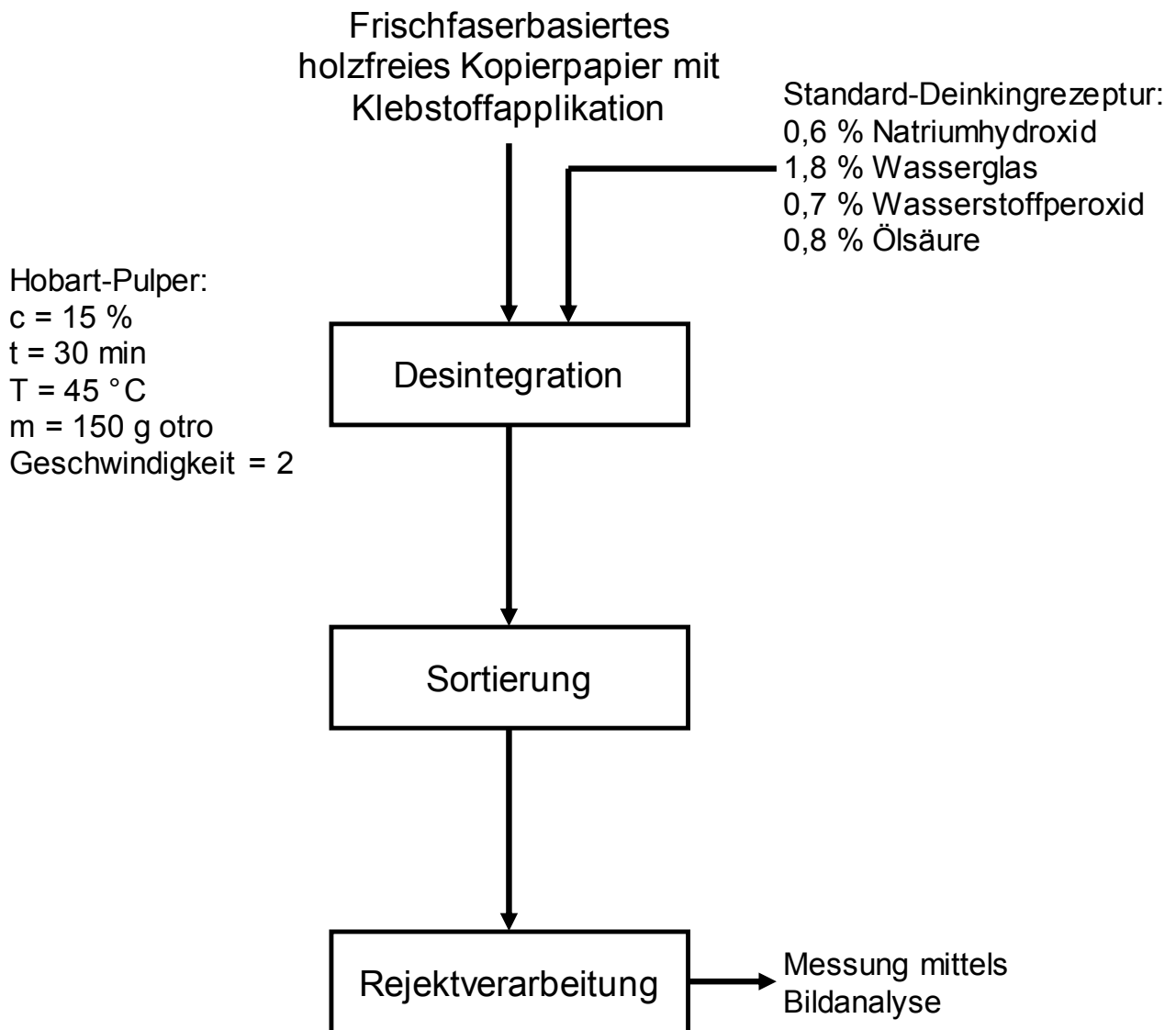
- Holzfrees, frischfaserbasiertes Kopierpapier mit einem Aschegehalt von  $20 \pm 3$  % bestimmt bei 525 °C
- Testmaterial zur Stickyvisualisierung nach INGEDE-Methode 4

### **4.3 Chemikalien**

Die benötigten Standard-Deinkingchemikalien sind in INGEDE-Methode 11 aufgeführt:

- Natriumhydroxid p. A.
- Wasserglas, Dichte 1,3–1,4 g/cm<sup>3</sup>
- Wasserstoffperoxid, z. B. 35%ig
- Ölsäure, extra rein

**5 Vorgehen**



**Abbildung 1: Prüfung des Fragmentierungsverhaltens von Klebstoffapplikationen**

**Bewertung der Rezyklierbarkeit  
von Druckprodukten****– Prüfung des Fragmentierverhaltens  
von Klebstoffapplikationen –****5.1 Vorbereitung der Klebstoffanwendungen**

Es wird empfohlen, die Proben unter klimatisierten Bedingungen nach ISO 187 für 24 Stunden zu lagern. Nutzen Sie die empfohlene Menge an Klebstoffapplikationen, wie sie weiter unten beschrieben ist. Abweichungen der Menge oder Fläche sind im Protokoll zu vermerken. Verändern Sie die Menge der Klebstoffanwendungen nur für den Fall, dass sonst keine repräsentativen Ergebnisse erreicht werden können. Reduzieren Sie die Menge der Klebstoffanwendungen, wenn starke Überlappungen von Stickys auf dem Rejektfilter auftreten.

Klebstoffrücken

Die Bewertung eines Druckproduktes schließt die Untersuchung aller Klebstoffanwendungen ein. Unterschiedliche Klebstoffanwendungen eines Druckprodukts werden separat getestet und die Ergebnisse gewichtsproportional addiert ( $\text{mm}^2/\text{kg}$ ). Buchbinderücken, bei denen mehrere Klebstoffarten verwendet werden können, werden im Verbund gemessen, sofern nicht weitere Informationen gefordert sind. Klebstoffrücken und Seitenleim werden normalerweise in einer Untersuchung zusammen untersucht. Die beiden ersten und letzten Seiten des Druckproduktes sollen nicht von dem Kleberücken getrennt werden, sofern sie nicht Klebstoffanwendungen enthalten, die unabhängig bewertet werden sollen.

Kleberücken von Magazinen und Katalogen werden so abgesägt, dass ca. 4 cm der Seitenbreite am Rücken verbleiben. Die folgenden Mengen von Einzelstücken werden für eine Untersuchung empfohlen:

**Tabelle 1: Empfehlung für die Untersuchung von Magazin-/Katalogrücken**

Dicke des Magazin- oder Katalogrückens	Länge des einzelnen Stücks	Anzahl der Stücke
< 4,5 mm	2,5 cm	5
4,5–6,9 mm	2,5 cm	4
7,0–9,9 mm	2,5 cm	3
10,0–19,9 mm	2,5 cm	2
20,0–30,0 mm	1,0 cm	4
> 30,0 mm	1,0 cm	3

Seitenleim

Falls der Seitenleim von speziellem Interesse ist, wird dieser separat getestet. Dabei werden die geklebten Seiten zunächst auf die gleiche Weise präpariert wie die Kleberücken: Nach der Separierung der ersten und letzten zwei Seiten vom Rücken wird ein 4 cm breiter Streifen von diesen Seiten, der die Klebefläche beinhaltet, abgeschnitten. Dann werden die Streifen, nach Vorgabe von Tabelle 1, in Stücke zugeschnitten.

## **Bewertung der Rezyklierbarkeit von Druckprodukten**

### **– Prüfung des Fragmentierverhaltens von Klebstoffapplikationen –**

#### Einkleber

Einkleber werden separat vom Rücken- und Seitenleim untersucht.

Um Klebstoffverlusten vorzubeugen, sollen faserbasierte (papierbasierte) Einlagen nicht aus dem Druckprodukt entfernt werden. Der Klebstoff bleibt an der Ober- und Unterseite mit Papier bedeckt. Schneiden Sie den Klebstoff so aus, dass ein Papierrand um die Klebefläche von 2 cm übrig bleibt. Dann schneiden Sie das Stück in 2 cm große Stücke (dies kann bedeuten, dass die Klebstoffapplikation zerschnitten wird).

Es kann notwendig sein, dass mehrere Einkleber verwendet werden müssen, um eine ausreichende Menge Klebstoff zu erhalten (z. B. fünf Applikationen). Erfassen Sie die Menge für spätere Berechnungen und das Protokoll.

Einlagen aus Kunststoff werden von der Probe entfernt, ohne dass dabei Klebstoff entfernt wird. Wenn Klebstoff an der Einlage hängen bleibt, wird dieser vorsichtig auf die bedruckte Seite zurück transferiert. Decken Sie die Klebefläche mit einer sauberen Seite des Druckobjektes ab und schneiden Sie, mit einem Abstand von 2 cm, die Klebefläche aus. Dann schneiden Sie es in 2 cm große Stücke (dies kann bedeuten, dass die Klebstoffapplikation zerschnitten wird).

#### PSA-Applikationen in Druckprodukten

Papieraufkleber in fertigen Produkten, z. B. in speziellen Editionen, Journalen oder Zeitschriften, können großflächige PSA-Applikationen enthalten. Verwenden Sie 100 cm<sup>2</sup> der PSA-Applikation und kleben Sie diese auf holzfreies Kopierpapier. Diese werden dann in 1–2 cm<sup>2</sup> große Stücke geschnitten. Sofern ein Druckprodukt weniger als 100 cm<sup>2</sup> PSA-Applikation enthält, verwenden Sie mehrere Ausgaben des Druckproduktes. Dokumentieren Sie die Anzahl der verwendeten Produkte für spätere Berechnungen und das Protokoll. Geben Sie die Ergebnisse der Untersuchungen in mm<sup>2</sup>/kg Druckprodukt an.

#### PSA-Applikationen – kein Endprodukt

Nicht endgültig aufgebrachte PSA-Aufkleber oder Etiketten werden auf holzfreies Kopierpapier geklebt und mit einer Pressenrolle (2 kg) angedrückt. Es wird empfohlen 100 cm<sup>2</sup> Klebefläche zu verwenden. Diese Fläche muss in 1–2 cm<sup>2</sup> große Stücke geschnitten werden. Notieren Sie das Gewicht des PSA in g/m<sup>2</sup>.

Falls möglich soll die Fläche und die Masse der einzeln getesteten Klebstoffanwendungen dokumentiert werden. Dies ermöglicht die Berechnung der Ergebnisse bezogen auf diese Werte.

## **5.2 Probenvorbereitung**

Für die Zerfaserung wird holzfreies Kopierpapier aus Frischfaser (Aschegehalt 20 ± 3 %) verwendet. Die Gesamtmasse des Kopierpapiers und der zu testenden Klebstoffapplikation soll 150 g oTRO betragen. Das Papier sollte in 1–2 cm<sup>2</sup> große Stücke zerkleinert werden.

**5.3 Zerfaserung**

Um eine Stickyfragmentierung wie in der Industrie zu simulieren, ist es nötig, den Hobart-Pulper mit den folgenden Einstellungen zu verwenden. Die Gesamtmasse des Kopierpapiers und der zu testenden Klebstoffapplikation sind 150 g o.ä. Das gesamte Suspensionsvolumen im Gefäß beträgt 1000 ml.

Zu Beginn wird die Schüssel des Hobart-Pulpers mit ca. 50 °C warmem Wasser gefüllt. Nach dem Entfernen des Wassers aus dem Gefäß wird das Kopierpapier, 300 ml der Stammlösung (nach INGEDE-Methode 11) eingefüllt und mit temperiertem Wasser auf 925 ml verdünnt. Das Verdünnungswasser soll so vorgewärmt werden, dass sich nach Zugabe aller Komponenten im Pulper eine Temperatur von 45 °C einstellt. Unmittelbar nach Beginn der Zerfaserung (Geschwindigkeit 2) wird die Peroxidlösung (75 ml auch nach INGEDE-Methode 11 präpariert) zugegeben, dann die vorbereitete Klebstoffapplikation.

Besonders in den ersten fünf Minuten der Desintegration sollen alle festen Partikel, die an der Gefäßwand anhaften, zurück in die Suspension geführt werden, um eine Behandlung des kompletten Feststoffs zu gewährleisten. Der Pulper kann hierfür kurz angehalten werden.

Die Aufschlagzeit beträgt insgesamt 30 Minuten. Um die Temperatur während der Zerfaserung konstant halten zu können und um Faserstoffverluste zu vermeiden, sollte der Pulper über einen eng schließenden Deckel verfügen.

**5.4 Sortierung**

Damit alle Stickyfragmente bei der Auswertung sicher berücksichtigt werden, wird der vorbereitete Faserstoff (150 g o.ä.) portionsweise untersucht. Hierfür wird der Faserstoff mit Wasser auf 3000 ml verdünnt. Das Verdünnungswasser wird gleichzeitig auch zum Reinigen des Pulpergefäßes verwendet. Nach der Homogenisierung der Fasersuspension wird diese in drei gleiche Teile (50 g o.ä.) aufgeteilt. Je nach Klebstoffbelastung können Sie auch mit 25 g o.ä. Faserstoff sortieren. Für diesen Fall teilen Sie die Suspension in sechs Portionen (25 g o.ä. bzw. 500 ml) und verdünnen Sie diese jeweils auf einen Liter.

Die Sortierung erfolgt nach INGEDE-Methode 4.

**5.5 Herstellung der Präparate**

Nach jeder Einzelsortierung wird der Rückstand entsprechend INGEDE-Methode 4 aufbereitet. Es wird empfohlen, einen Filter für jede einzelne Sortierung zu verwenden. Achten Sie darauf, dass sich keine Überlappungen von Stickys auf dem Filter bilden. Für den Fall, dass große Stickyfragmente vorliegen, die vor allem bei Untersuchungen von Kleberücken vorkommen, überprüfen Sie visuell vor dem Trocknen, dass keine kleineren Stickys überlagert werden. Versuchen Sie diese vorsichtig zu separieren oder überführen Sie die größeren Stickys auf einen zusätzlichen Filter. Große, dreidimensionale Stickypartikel müssen auf einen separaten Filter transferiert werden (in einem späteren Schritt werden dann schmalere und flachere Partikel besser mit Korundpulver bedeckt).



## **Bewertung der Rezyklierbarkeit von Druckprodukten**

### **– Prüfung des Fragmentierverhaltens von Klebstoffapplikationen –**

Neben der Entwässerung enthält die Aufbereitung der Rückstände die Teilschritte Trocknung und Visualisierung. Die visuelle Überprüfung des eingefärbten Filters kann übersprungen werden, da keine anderen hydrophoben Partikel als die, die untersucht werden sollen, in dem Rückstand vorhanden sind. Alle hydrophoben Partikel, die auf die Klebstoffapplikation zurückzuführen sind, werden mit der nachfolgenden Bildanalyse vermessen.

#### **5.6 Bildanalyse**

Die behandelten Filterpräparate werden mit Hilfe scannerbasierter Bildanalyse mit einer Auflösung von 600 dpi ausgewertet. Die gemessene Fläche soll so gewählt werden, dass alle Makrostickys erfasst werden.

Wenn die Größenklassen definiert werden, stellen Sie sicher, dass eine der Klassengrenzen einem kreisäquivalenten Durchmesser von 2 000 µm entspricht. Die untere Grenze der kleinsten Größenklasse soll 100 µm betragen. Bei der Definition der oberen Grenze der obersten Größenklasse ist darauf zu achten, dass dadurch keine größeren Stickys ausgeschlossen werden.

DOMAS- oder SIMPALAB-Systeme können verwendet werden. Die folgenden Klassengrenzen müssen verwendet werden:

100 µm, 200 µm, 400 µm, 600 µm, 1 000 µm, 2 000 µm, 3 000 µm, 5 000 µm, 10 000 µm und größer als 10 000 µm.

#### **5.7 Auswertung**

Addieren Sie die Ergebnisse der einzelnen Messungen, die Sie durch die einzelnen Sortierungen erhalten haben. Das Testergebnis wird in mm<sup>2</sup>/kg Lutro-Druckprodukt angegeben, was wie folgt berechnet wird:

##### Kleberücken

Nach der Bildanalyse erhält man das Messergebnis für den Kleberücken in mm<sup>2</sup>/analysierter Filterfläche. Berechnen Sie die Stickyfläche für die komplette Rückenlänge und teilen Sie sie durch die Masse des Druckproduktes (Katalog, Magazin,...) in kg. Das Resultat ist mm<sup>2</sup> Stickys pro kg Produkt.

##### Seitenleim

Die Auswertung erfolgt wie beim Kleberücken.

##### Einkleber

Das Ergebnis der Einklebungen wird dividiert durch die Anzahl der für den Test verwendeten Einkleber. Teilen Sie dann durch die Masse des Druckproduktes. Das Ergebnis ist mm<sup>2</sup> Stickys pro kg Druckprodukt.

##### PSA-Applikationen in Druckprodukten

Das Ergebnis von PSA-Applikationen wird in mm<sup>2</sup> Stickyfläche pro 100 cm<sup>2</sup>, welche getestet wurden, angegeben. Darauf basierend wird die Stickyfläche für die tatsächlich vorhandene PSA-

**Bewertung der Rezyklierbarkeit  
von Druckprodukten****– Prüfung des Fragmentierverhaltens  
von Klebstoffapplikationen –**

Fläche im Druckprodukt berechnet. Dividieren Sie dann durch die Masse des Druckproduktes und erhalten Sie das Ergebnis in mm<sup>2</sup> Stickys pro kg Druckprodukt.

**PSA Applikationen – kein Endprodukt**

Berechnung der theoretischen Masse der getesteten 100 cm<sup>2</sup> (m<sub>100 cm<sup>2</sup></sub>)

$$m_{100 \text{ cm}^2} = w_{PSA} \cdot 0,01 \text{ m}^2$$

w<sub>PSA</sub>    Gewicht des Etiketts in g/m<sup>2</sup>

- „Bewertungsschema für die Entfernbarkeit von Klebstoffanwendungen“ (ERPC):

Berechnen Sie die Menge der Makrostickys im Verhältnis zur Masse der Etiketten. Dieser Wert wird in mm<sup>2</sup>/kg Etikett angegeben und in die Scorecard übertragen.

- Makrostickys pro kg Druckprodukt:

Es wird angenommen, dass das komplette Etikett (Papier und Klebstoff) einen Anteil von 2,5 % im kompletten Druckprodukt besitzt. Darauf basierend berechnet sich folgender Faktor:

$$Faktor = \frac{25 \text{ g}}{m_{100 \text{ cm}^2}}$$

Multiplizieren Sie die Stickyfläche in mm<sup>2</sup>/100 cm<sup>2</sup> mit diesem Faktor. Das Ergebnis ist die Makrostickyfläche pro kg Druckprodukt (nach der obigen Annahme).

Die folgenden Kenngrößen der aufaddierten Ergebnisse der drei einzelnen Präparate werden für die Auswertung benötigt:

A<sub>total</sub> in mm<sup>2</sup>/kg Druckprodukt

Gesamte Makrostickyfläche

A<sub>MS</sub> in mm<sup>2</sup>/kg Druckprodukt

Fläche der Stickys mit einem kreisäquivalenten Durchmesser <2000 µm

S<sub>2000</sub> in %

Anteil der Fläche der Stickys mit einem kreisäquivalenten Durchmesser <2000 µm

A<sub>600</sub> in mm<sup>2</sup>/kg Druckprodukt

Makrostickymenge mit einer Fläche kleiner 600 µm kreisäquivalenten Durchmesser

A<sub>1000</sub> in mm<sup>2</sup>/kg Druckprodukt

Makrostickymenge mit einer Fläche größer 600 µm und kleiner 1000 µm kreisäquivalenten Durchmesser

A<sub>2000</sub> in mm<sup>2</sup>/kg Druckprodukt

Makrostickymenge mit einer Fläche größer 1000 µm und kleiner 2000 µm kreisäquivalenten Durchmesser

Unter der Voraussetzung, dass die Klebstoffmasse oder Fläche bekannt ist, ist es möglich, die gemessene Makrostickyfläche in Relation zu dieser zu setzen.

## **6 Bericht**

Folgende Angaben sollten im Ergebnisprotokoll festgehalten werden:

- Anzahl und Art der Klebstoffapplikationen, Anteil falls abweichend
- $A_{\text{total}}$  in  $\text{mm}^2/\text{kg}$  für jede einzeln getestete Klebstoffapplikation sowie die Summe aller Applikationen des Druckprodukts
- $A_{\text{MS}}$  und  $S_{2000}$  für jede einzeln getestete Klebstoffapplikation sowie die Summe aller Applikationen des Druckprodukts
- Abweichungen von den Bedingungen dieser Methode

## **7 Referenzen**

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

- ERPC: Bewertung der Rezyklierbarkeit von Druckprodukten – Bewertungsschema für die Entfernbarkeit von Klebstoffanwendungen [www.paperforrecycling.eu](http://www.paperforrecycling.eu)
- INGEDE-Methode 4: Bestimmung von Makrostickys in Deinkingstoffen
- INGEDE-Methode 11: Bewertung der Rezyklierbarkeit von Druckprodukten – Prüfung der Deinkbarkeit –
- ISO 287 (2009): Papier und Pappe – Bestimmung des Feuchtegehaltes eines Lieferpostens – Wärmeschränkverfahren
- ISO 1762: Papier, Pappe und Halbstoffe – Bestimmung des Glührückstandes bei 525 °C (Aschegehalt)
- ISO 5269/2: Laborblattbildung für physikalische Prüfungen – Teil 2: Rapid-Köthen-Verfahren
- TAPPI T 274 sp-08: Laboratory screening of pulp (Master Screen-type instrument)
- TAPPI T 275 sp-07: Screening of Pulp (Somerville-Type Equipment)
- ZELLCHEMING Technisches Merkblatt RECO 1, 1/2006 „Terminology of Stickies“
- ZM V/1.4/86: Gleichzeitige Bestimmung des Gehaltes an Splintern und Faserfraktionen.

### **7.2 Quellen**

Diese INGEDE-Methode wurde im Rahmen des INGEDE-Projekts 66 99 PMV „Evaluation of recyclability of print products with particular consideration of adhesive pulp components“ (2001) entwickelt und getestet. Im Zuge des INGEDE-Projekts 129 09 „Preparation of an adhesive application database and development of a recyclability scoring system“ wurde diese Methode 2010 überarbeitet.

**Bewertung der Rezyklierbarkeit  
von Druckprodukten**

**– Prüfung des Fragmentierverhaltens  
von Klebstoffapplikationen –**

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)