



INGEDE-Methode 4

April 2013

Bestimmung von Makrostickys in Faserstoffen

Dieses Dokument wurde ursprünglich von der INGEDE, ihren Mitgliedern und Forschungspartnern entwickelt und veröffentlicht. Im Rahmen des EcoPaperLoop-Projekts wurde die INGEDE-Methode 2 in mehrere Sprachen übersetzt. Jedoch ist im Falle einer Abweichung die englische Version die einzig gültige.

Einleitung

Stickys in Faserstoffen werden von klebrigen Komponenten des Altpapiers verursacht. Sie verursachen sowohl Probleme bei der Papiererzeugung und -verarbeitung als auch bei der Produktqualität.

Diese Methode ist für die Messung des Makrostickygehalts in Faserstoffen breit akzeptiert.

1 Anwendungsbereich

Diese INGEDE-Methode wird zur Analyse von Makrostickys in Faserstoffen verwendet.

2 Begriffe und Definitionen

Makrostickys:

Klebrige Komponenten, die dem Altpapier entstammen und über die Rückstände einer Laborsortierung analysiert werden können (siehe hierzu das entsprechende ZELLCHEMING-Merkblatt).

3 Prinzip

Diese Methode beschreibt eine Laborsortierung für Fasersuspensionen aus einem Recyclingprozess. Die Rejekte der Sortierung werden in einer Form aufbereitet, dass die Makrostickys mittels Bildanalysesystem gemessen werden können.

4 Geräte und Hilfsmittel

4.1 Geräte

4.1.1 Desintegration

Jedes Gerät, das die Forderungen der ISO 5263-1 erfüllt, kann für die Zerfaserung verwendet werden.

4.1.2 Sortierung

Makrostickys können mit verschiedenen Laborsortiergeräten von der Faserstoffsuspension abgetrennt werden. Mögliche Sortierer sind der Haindl-Fraktionator (ZM V/1.4/86), der Somerville-Tester (TAPPI T 275 sp-07) oder der Pulmac Master Screen (TAPPI 274 sp-08).

4.1.3 Schlitzplatte

Für Deinking-Faserstoffe wird eine Schlitzweite von 100 µm empfohlen. Andere Schlitzweiten sind im Ergebnisprotokoll als Abweichung von der Methode anzugeben.

ANMERKUNG:

Untersuchungen haben ergeben, dass bei Sortierungen mit verschiedenen Schlitzplatten mit nominell gleich großer Schlitzweite signifikante Unterschiede im Sortierergebnis auftreten können (siehe INFOR-Projekt 118). Die maximale Schlitzweite korreliert mit der Fläche der Makrostickys. Deshalb wird empfohlen, alle Schlitzweiten der Schlitzplatte zu messen. Es gibt eine ZELLCHEMING-Messmethode, die die Qualitätsanforderungen von Schlitzplatten bei Laborsortierungen untersucht.

4.1.4 Rejekt-Entwässerung und -Trocknung

Alle Geräte, die der ISO 5269-2 entsprechen, können zur Entwässerung und Trocknung der Rejekte der Sortierung verwendet werden (z. B. Rapid-Köthen-Blattbildner). Zusätzlich wird ein Trockenschrank benötigt, welcher die Spezifikationen der ISO 287 erfüllt.

4.1.5 Bildanalyse

Zur Bildanalyse benötigt man einen Flachbettscanner und einen PC mit geeigneter Steuerung und Analyseprogramm. Der Scanner muss kalibriert werden um die Reproduzierbarkeit der Messung zu gewährleisten.

Technische Anforderungen für den Flachbettscanner:

- Scanfläche \geq ISO A4
- Optische Scannerauflösung \geq 2000 dpi
- Farbtiefe 48 Bit
- Optische Dichte DMAX \geq 4,0

Anforderungen an die Messgenauigkeit des Flachbettscanners nach der Aufwärmphase (siehe Betriebsanleitung des Scanners) und unter Scanbedingungen (siehe Kapitel 5.6):

- Die Reproduzierbarkeit des mittleren Grauwertes (8 Bit) beträgt ± 1 . Dies bedeutet, dass bei zehnmaligem Scannen einer ISO-A4-Probe (ohne dass sie bewegt wird) sich alle gemessenen Grauwerte der gesamten Probe nicht mehr als 2 Punkte im Grauwert unterscheiden.
- Abweichungen vom Farbwert (8 Bit) ≤ 5 . Dies bedeutet, dass nach einer Kalibrierung ein gescanntes Bild mit IT8-Target nicht mehr als ± 5 Punkte in jedem Farbkanal (R, G, B) von der verknüpften Referenzdatei abweichen darf.

Geeignete Scanner: DOMAS Scanner *Advanced* oder Techpap SIMPALAB Scanner.

„ScannerAdvanced“ ist ein Name der PTS für einen handelsüblichen Scanner, der von der PTS akkreditiert wurde. Dieser Scanner wird mit der DOMAS-Version 3.0 geliefert.

Der Software sollte es möglich sein, weiße Partikel auf schwarzen Hintergrund zu messen. Geeignete Softwarepakete sind das DOMAS 3.0 und die obige Analysesoftware, sowie die Techpap SIMPALAB Software.

4.2 Hilfsmittel

- Schwarze wasserbasierte Tinte, z.B. Pelikan Nr. 4001
- Einseitig gestrichenes Silikon-Trennpapier (60 g/m²)
- Filterpapier: Mittlere bis große Poren, mittlere Filtrationsgeschwindigkeit, maschinenglatt, gute Nassfestigkeit, weiß, z. B. Munktell Filtrak 1289, 240 mm Durchmesser
- Edelkorund-Pulver: weiß, scharfkantige Partikel, Korngröße 220 nach FEPA-Methode

(Bezugsquelle siehe 7.4)

5 Vorgehensweise

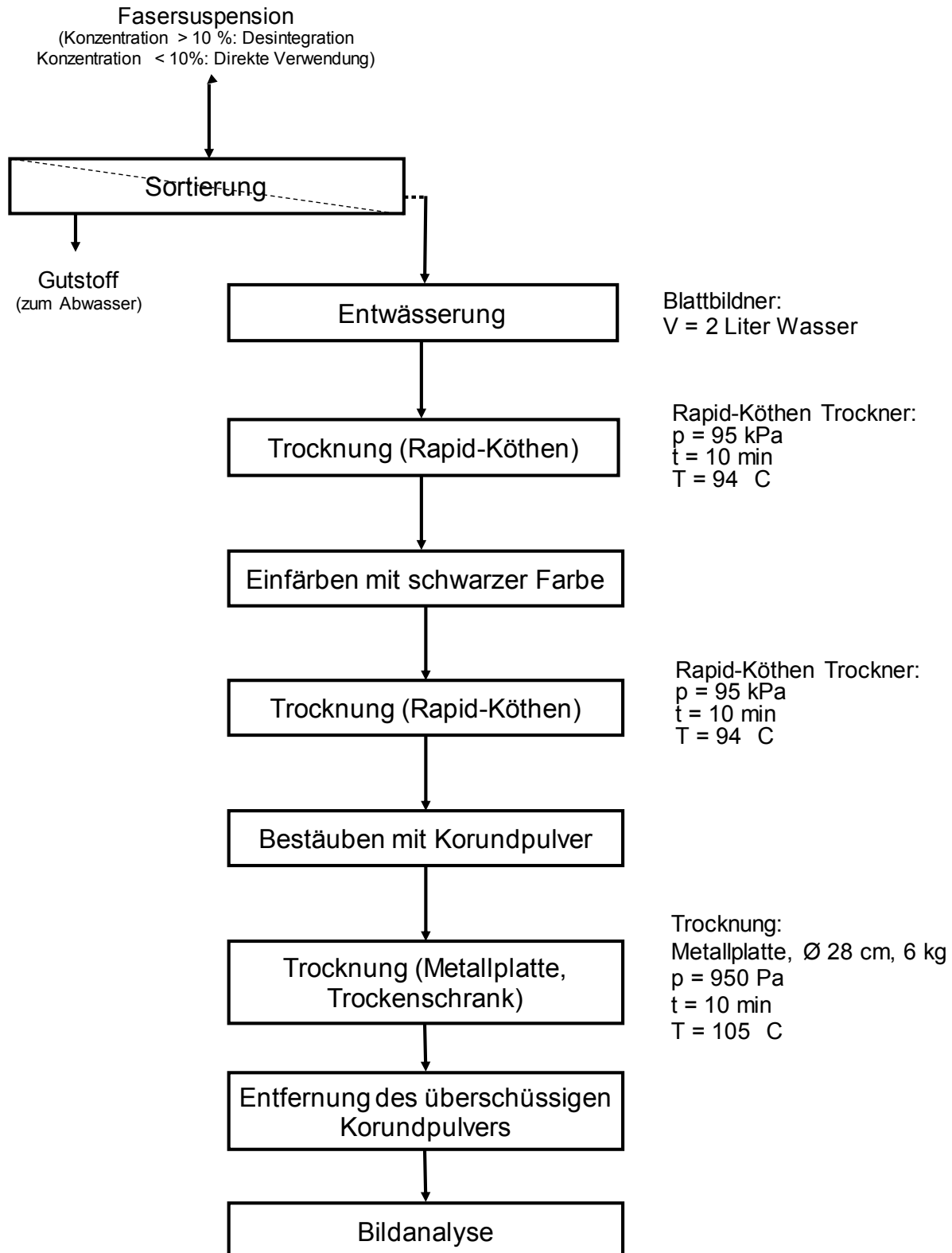


Abbildung 1: Ablauf der Prüfung nach INGEDE-Methode 4

5.1 Probenahme und Probenvorbereitung

Faserstoffsuspensionen mit einer Konzentration bis 10 % können ohne Vorbehandlung direkt sortiert werden. Proben mit höherem Feststoffgehalt müssen vor der Sortierung desintegriert werden. 50 g otro Stoff werden in 2000 ±25 ml nach ISO 5263-1 desintegriert, wobei die Desintegrationszeit auf fünf Minuten begrenzt wird. Längere mechanische Belastungen sollten vermieden werden, um Veränderungen in der Größenverteilung der Stickys in der Probe zu vermeiden.

5.2 Sortierung**5.2.1 Allgemeines**

Für eine statistisch gesicherte Aussage über den Makrostickygehalt wird eine Dreifach-Bestimmung mit jeweils 50 g otro Stoff empfohlen. Manche Faserstoffe können, bedingt durch ihren Langfasergehalt oder Verschmutzungsgrad, problematisch bei der Sortierung sein. In diesem Fall können die Proben gesplittet (z. B. 2 x 25 g) und/oder die Sortierzeit verlängert werden. Wenn der Pulmac Master Screen verwendet wird, ist die Teilung der Proben einer Änderung des Sortierprogrammes zu vorzuziehen. Eine Reduzierung der Probengröße ist auch dann notwendig, wenn die Stickyfracht so hoch ist, dass sich die Stickys auf dem Filter stark überlagern.

Jede Abweichung ist im Bericht zu vermerken.

Wenn eine Kunststoff-Sortierplatte verwendet wird, kann es durch mechanische Belastung zu Materialermüdung und Zerstörung der Platte kommen. Aus diesem Grund ist die Verwendung einer Sortierplatte aus Metall empfohlen.

5.2.2 Überblick Sortierbedingungen

Folgende Tabelle gibt einen Überblick über die Sortiergeräte und -bedingungen.

Tabelle 1: Sortierbedingungen

Sortierer	Referenz	Wasser- durchfluss	Hub	Zeit (Einfüllzeit + weitere Sortierzeit)
Haindl- Fraktionator	ZM V/1.4/86	10 l/ min	480 Doppelhübe pro min	5 min + 5 min
Somerville- Tester	T 275 sp-07	8,6 l/ min	700 rpm	2 min + 18 min
Pulmac Master Screen	T 274 sp-08	Abhängig von der Programmeinstellung (Modus B)		

5.2.3 Haindl-Sortierer

Die Sortierung mit dem Haindl-Sortierer erfolgt nach ZM V/1.4/86 ohne die McNett-Vorrichtung. Um die problemlose Sortierung von 50 g otro Faserstoff garantieren zu können, sollten die Sortiereinstellungen abweichend zum ZELLCHEMING-Merkblatt wie folgt eingestellt werden. Die Hubfrequenz sollte auf 480 Doppelhübe pro Minute (maximale Hubzahl) erhöht werden. Aufgrund der dadurch auftretenden Turbulenzen, sollte die Wand der Sortiervorrichtung von 130 mm auf 370 mm erhöht werden. Dies kann durch einen Plexiglasaufsatz erreicht werden. Der Wasserdurchfluss von zehn Litern pro Minute sollte während der gesamten Sortierzeit eingehalten werden. Die Probe wird kontinuierlich über fünf Minuten zugegeben. Anschließend wird weitere fünf Minuten sortiert, bis die Sortierung beendet ist.

5.2.4 Somerville-Tester

Die Sortierung mit dem Somerville-Tester wird nach TAPPI T 275 sp-07 durchgeführt. 50 g otro Stoffsuspension werden über zwei Minuten in die Sortierbox gegeben. Die Sortierzeit beträgt insgesamt 20 Minuten.

5.2.5 Pulmac Master Screen

Wird der Pulmac Master Screen verwendet, werden 50 g otro Stoff in die Zuführbox gegeben. Die Sortierung erfolgt automatisch. Die Programmeinstellung sollte „Modus B“ sein. Vor der Sortierung muss ein nasses Filterpapier, welches nach der Sortierung die Rejekte enthält, in die Entwässerungsvorrichtung (autofilter) eingelegt werden.

5.3 Entwässerung des Rejekts

Das Rejekt wird mit Hilfe von ca. einem Liter Wasser von der Schlitzplatte in ein Gefäß gespült. Ein mit einem befeuchteten, weißen Filterpapier abgedecktes Blattbildungssieb wird verwendet, um das Rejekt in einem Blattbildner zu entwässern (Rapid-Köthen). Es ist empfehlenswert, den Blattbildner im manuellen Modus zu verwenden. Wenn das Rejekt und ein weiterer Liter Wasser im Blattbildner sind, wird die Belüftung gestartet. Nach der Entwässerung wird die erzeugte Probe mit der Unterseite (rejektfreie Seite) auf einen Gautschkarton gelegt. Wenn die Stickybelastung so hoch ist, dass die Stickys sich auf dem Filter überlagern, muss das Rejekt auf mehrere Filter aufgeteilt werden (siehe auch Abschnitt 5.5). Es ist auch möglich, überlappende Stickys vorsichtig auf dem Filter zu vereinzeln oder größere Stickyfragmente auf einen zusätzlichen Filter zu übertragen. Große, dreidimensionale Stickypartikel müssen auf einen extra Filter übertragen werden (in einem späteren Schritt werden kleinere und flachere Partikel besser mit Korundpulver bedeckt).

Wird der Pulmac Master Screen verwendet, dann wird das Rejekt automatisch unter Nutzung desselben Filterpapier-Typs entwässert. Die entwässerte Probe kann nach Ende der Sortierung entnommen werden. Sie wird ebenfalls mit der Unterseite auf einen Gautschkarton gelegt.

5.4 Trocknung

Die Oberseite der Probe wird mit Silikonpapier (die silikonisierte Seite zur Probe) abgedeckt. Dann wird die Probe zehn Minuten im Blatztrockner (Rapid-Köthen) bei 94 °C und einem Druck von 95 kPa getrocknet.

5.5 Sticky-Visualisierung

Nach der Trocknung werden die Stickys bewertet. Dabei nutzt man die adhäsiven Eigenschaften der Stickys, um einen Kontrast zu einem dunklen Hintergrund zu erzeugen. Dieser Kontrast wird für die Bildanalyse benötigt. Vor der Entfernung des Silikonpapiers soll die Probe etwas abkühlen. Stark klebende Partikel können an dem Abdeckpapier ankleben. Diese müssen zurück auf das Filterpapier übertragen werden.

Die getrocknete Probe wird durch ein Bad mit schwarzer, wasserbasierter Tinte gezogen, so dass die gesamte Oberfläche bedeckt wird. Die eingefärbte Probe wird dann mit der Unterseite auf ein Löschpapier (gebleichtes Blatt aus Zellulose oder Tissue) gelegt, so dass die überschüssige Tinte absorbiert wird. Anschließend wird die Probe mit Silikonpapier abgedeckt und weitere zehn Minuten getrocknet.

Um Verfärbungen am Trockner zu vermeiden, sollte die Probe für die Trocknung zwischen zwei Gautschkartons gelegt werden.

Nach einer kurzen Abkühlzeit wird die Probe mit einer dicken, gleichmäßigen Schicht Korundpulver bestreut. Anschließend werden die Ober- und Unterseite der Probe mit Gautschkarton abgedeckt und die Probe zehn Minuten bei 105 °C im Trockenschrank getrocknet. Dabei wird die Probe mit einem Druck von 950 Pa (6 kg Metallplatte, Ø 28 cm) belastet, um das Korundpulver an den klebrigen Flächen zu fixieren. Die Metallplatte sollte dauerhaft im Trockenschrank gelagert werden, damit die hohe Temperatur erhalten bleibt. Nach der Trocknung wird das lose Pulver mit einem weichen Kosmetikpinsel, ohne Anwendung von Druck, von der senkrecht gehaltenen Probe entfernt.

Nachdem die Stickys kontrastiert sind, werden sie visuell kontrolliert. Es ist wichtig, dass die Stickys nicht überlappen. Die visuelle Kontrolle dient auch der Überprüfung, dass alle hydrophoben Verunreinigungen, wie etwa Plastikfilmstücke entfernt werden. Dazu werden die Komponenten, die eliminiert werden sollen, entweder mit einer Pinzette entfernt oder mit einem schwarzen, permanenten Filzstift („Permanentmarker“) übermalt, so dass sie nicht von der nachfolgenden Bildanalyse erfasst werden.

5.6 Bildanalyse

Das aufbereitete Präparat wird anschließend mit Hilfe eines scannerbasierten Bildanalyse-systems ausgewertet. Bei der Auswahl der Messfläche sollte man sich an der Fläche des Präparats orientieren, um möglichst alle bei der Sortierung zurückgehaltenen Stickys zu bewerten. Die größtmögliche Messfläche sollte gewählt werden.

Die Oberseite der empfohlenen drei Präparate pro Untersuchung wird mit dem Bildanalyse-system untersucht. Das arithmetische Mittel der drei gemessenen Werte ist auszurechnen.

Scan-Bedingungen: Die Blätter sollen frei von Knicken und Wellen sein, damit sie flach auf dem Scanner aufliegen. Ein opaker Stapel schwarzen Kartons sollte als Hintergrund verwendet werden. Von jedem Präparat sollte einmal die Oberseite, im 8-Bit-Modus mit 600 dpi und reflektiertem Licht, gescannt werden.

Wenn der Scanner länger als 15 Minuten ruht, muss vor der nächsten Messung ein Leerscan durchgeführt werden.

Parameter der Bildanalysesoftware: Die Schwellenwerte und Größenklassen werden im Folgenden definiert. Andere Schwellenwerteinstellungen gelten als Abweichung der Methode und müssen dokumentiert werden. Bei der Einstellung der Klassengrenzen wird die Schlitzweite der Schlitzplatte als untere Messgrenze verwendet (normalerweise 100 µm). Kleinere Stickys sind wegen der mit der Trocknung verbundenen Vergrößerung der Stickyfläche nicht zu erwarten. Die letzte Klasse sollte über keine Obergrenze verfügen, so dass alle Stickys erfasst werden.

Die Menge des verwendeten Faserstoffes (typischerweise 50 g otro) muss bekannt sein und in der Bildanalysesoftware angegeben werden, um die Makrostickyfläche wie in Kapitel 5.7 beschrieben, zu berechnen.

Falls das DOMAS Bildanalyzesystem verwendet wird, werden folgende Parameter empfohlen:

- Setzen Sie die Schlitzweite auf „100 µm“
- Wählen Sie „Runde Probe mit Rand“ an
- Wählen Sie „Hell kontrastiert“ an
- Wählen Sie die Schwellenwert-Methode „Fester Threshold“ und setzen Sie den Parameter auf „95“
- Wählen Sie unter „Klassieren“ den „Kreisäquivalenter Durchmesser“ und „ingede4.kls“ aus
- Wählen Sie „Stoffbezogen“ und geben Sie die Probenmasse an
- Wählen Sie „Bildquelle“, „Scannerie“ und „stickies_1.scn“ aus
- Setzen Sie „Probenanzahl“ auf „3“
- Wählen Sie „Reihenergebnisse mitteln“

Beachten Sie:

Wenn die Stickybeladung sehr hoch ist, ist es empfehlenswert die Menge der Stickys auf dem Filter und nicht den Schwellenwert zu reduzieren. In diesem Fall führen Sie das selbe Prozedere wie für die Überlappung von Stickys durch (Kapitel 5.3 und 5.5).

Falls die Techpap SIMPALAB-Software verwendet wird:

- Öffnen Sie „Family“ (im Menü Parameter)
- Wählen Sie die „Family“ „ingede4.cfg“ aus der Liste

Alle Einstellungen sind vorinstalliert für die Messung von Stickys. Der Schwellenwert der Messung, die Größenklassen (100–200 µm, ...) und andere Parameter sind bereits in der Datei „ingede4.cfg“ hinterlegt und werden automatisch eingestellt.

5.7 Berechnung des Makrostickyanteils

Die Ergebnisse der Bildanalyse sollten in mm² Stickys pro m² Präparat angegeben sein. Diese Werte sollten dann in mm² Stickyfläche pro kg Faserstoff (Gleichung 1) umgerechnet werden. Die bei der Bildanalyse tatsächlich erfasste Präparatfläche im Verhältnis zur bedeckten Filteroberfläche (maximal der innere Durchmesser des Blattbildners) und die Materialmenge, die zur Sortierung (50 g otro Stoff) verwendet wurde, ist zu berücksichtigen.

Gleichung 1: Makrostickyfläche in mm²/kg

$$\text{Makrostickyfläche} = \frac{\text{Stickyfläche in } \frac{\text{mm}^2}{\text{m}^2} \cdot \text{Präparatfläche in m}^2}{\text{Materialmenge in kg}}$$

Bei Verwendung von 50 g otro Faserstoff und dem Rapid-Köthen-Blattbildner zur Entwässerung ergibt sich ein Umrechnungsfaktor von 0,634 zur Umrechnung der flächenbezogenen Stickyfläche in eine massebezogenen Stickyfläche. Anschließend wird der Durchschnitt der drei Einzelmessungen einer Untersuchung gebildet.

Es ist empfehlenswert den Variationskoeffizient der Messungen zu ermitteln und den Versuch bei einem Koeffizienten größer 10 % zu wiederholen.

Die Messungen können separat für die ermittelten Größenklassen oder als Gesamtstickyfläche über alle Größenklassen dargestellt werden.

6 Bericht

Folgende Angaben sollten im Ergebnisprotokoll festgehalten werden:

- Bezeichnung der Probe
- Art der Sortiervorrichtung
- Art der verwendeten Schlitzplatte
- Das verwendete Bildanalyzesystem
- Schwellenwerteinstellungen, falls von der Definition abweichend
- Durchschnittlicher Makrostickygehalt in mm²/kg von drei Einzelmessungen und deren Variationskoeffizient
- Jede Abweichung von dieser Methode.

7 Verweise

7.1 Zitierte Normen und Methoden

- ZELLCHEMING, Arbeitsblatt RECO 1, 1/2006, „Terminology of Stickies“, www.zellcheming.com/service, unter „Merkblätter“ und „RECO“ (Deutsche Version Arbeitsblatt RECO 1, 1/2003, „Begriffsbestimmungen von Stickys“)
- ZELLCHEMING, Merkblatt V/1.4/86 „Gleichzeitige Bestimmung des Gehaltes an Splintern und Faserfraktionen“, www.zellcheming.com/service unter „Merkblätter“ und „Test“
- ZELLCHEMING, Merkblatt RECO 1, 1/2012, „Anforderungen an die Güte von Schlitzplatten für Labor-Sortieraggregate“, www.zellcheming.de/service
- TAPPI T 275 sp-07: Screening of Pulp (Somerville.Type Equipment)
- TAPPI T 274 sp-08: Laboratory screening of pulp (Master Screen-type instrument)
- ISO 5263-1 (2004): Faserstoffe – Nassaufschlagen im Labor – Teil 1: Aufschlagen von Chemiezellstoff
- ISO 5269-2 (2005): Faserstoffe – Laborblattbildung für physikalische Prüfungen – Teil 2: Rapid-Köthen-Verfahren
- ISO 287 (2009): Papier und Pappe – Bestimmung des Feuchtegehaltes eines Lieferpostens – Wärmeschränkverfahren
- FEPA www.fepa-abrasives.org

7.2 Literatur und andere Dokumente

- Ackermann, C.; Putz, H.-J.; Götsching, L.: INGEDE-Methode zur Bestimmung von Makrostickys in Deinkingstoffen. Das Papier 51 (1997), no. 6, 271–282 (in German)
- Ackermann, C.; Putz, H.-J.; Götsching, L.: Improved Macro Sticky Analysis for DIP based on Screening. Progress in Paper Recycling 7 (1998), no. 2, 22–32
- German INFOR Project 118: Improvement of Reproducibility of standardized Macrosticky Methods (Final Report: PMV/PTS September 2009)
- H.-J. Putz, E. Hanecker: Untersuchung relevanter Einflüsse auf Makrostickyergebnisse. Wochenblatt für Papierfabrikation, 139 (2011), no.2, 116–123

7.3 Ursprung

Diese INGEDE-Methode basiert auf dem INGEDE-Projekt 38 94 PTS/PMV „Developing methods for performing quantitative analyses of micro and macro stickies“.

PTS (www.ptspaper.de), PMV (www.pmv.tu-darmstadt.de)

7.4 Bezugsquellen

Silikonpapier:

- 60 g/m², z. B. von Gieselmann Stanztechnik GmbH, Deutschland,
www.gieselmann-stanztechnik.de

Edelkorund-Pulver:

- Elektrokorund Alodur SWSK 220 von Treibacher Schleifmittel, Deutschland
- Erhältlich über: PMV (Papierfabrikation und Mechanische Verfahrenstechnik), TU Darmstadt, Alexanderstr. 8, 64283 Darmstadt, Deutschland

Filterpapier:

- Typ 1289, Munktell & Filtrak GmbH, Niederschlag 1, 09471 Bärenstein, Deutschland,
www.munktell.com

Tinte:

- Pelikan Nr. 4001 oder Parker Quink

DOMAS:

- Datei:
"ingede4.kls": www.ingede.org
- Software:
"DOMAS Calibration Tester" PTS Heidenau und München
- Scanner:
DOMAS Scanner*Advanced*, PTS Heidenau und München
- Bildanalysesoftware
DOMAS 3.0, PTS Heidenau und München

SIMPALAB

- Datei:
"ingede4.cfg": www.ingede.org
- Software:
Simpalab, aktuelle Version 3.02.00, Techpap SAS Grenoble
- Scanner:
Eine Liste von kompatiblen Scannern ist bei Techpap SAS Grenoble verfügbar
(www.techpap.com , sales@techpap.com)

Anhang A**Festlegung der Größenklassen des kreisäquivalenten Durchmessers**

von (μm)	bis (μm)
>100	≤ 200
>200	≤ 300
>300	≤ 400
>400	≤ 500
>500	≤ 600
>600	$\leq 1\ 000$
>1 000	$\leq 1\ 500$
>1 500	$\leq 2\ 000$
>2 000	$\leq 3\ 000$
>3 000	$\leq 5\ 000$
>5 000	$\leq 10\ 000$
>10 000	$\leq 20\ 000$
>20 000	$\leq 50\ 000$
>50 000	$\leq 200\ 000$

Für die DOMAS- und Techpap SIMPALAB-Software sind die Größenklassen bereits in den Dateien „ingede4.kls“ bzw. „ingede4.cfg“ festgelegt.

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