

INFOR-Projekt Nr. 118

**Verbesserung der Reproduzierbarkeit genormter
Makro-Stickybestimmungsmethoden
(Makro-Stickybestimmung)**

Schlussbericht

September 2009

Technische Universität Darmstadt
Fachgebiet Papierfabrikation und
Mechanische Verfahrenstechnik
Darmstadt

Papiertechnische Stiftung - PTS
München

Prof. Dr.-Ing. Samuel Schabel
Projektbearbeiter:
Dr.-Ing. Hans-Joachim Putz

Dr. Alois-B. Kerkhoff
Projektbearbeiter:
Dr. Elisabeth Hanecker

INFOR 118

**Verbesserung der Reproduzier-
barkeit genormter Makro-Sticky-
bestimmungsmethoden**

(Makro-Stickybestimmung)

**Fachgebiet Papierfabrikation und
Mechanische Verfahrenstechnik (PMV)
Technische Universität Darmstadt**

Papiertechnische Stiftung (PTS)

Projektbearbeiter:

**Dr.-Ing. Hans-Joachim Putz (PMV)
Dr. Elisabeth Hanecker (PTS)**

September 2009



Projektbegleiter:

Dr.-Ing. Kathrin Berger, Stora Enso Research / Mönchengladbach
Hr. Harm Bergmann-Kramer, Mondi Packaging Paper / Wien
Hr. Johannes Dehm, ehemals Voith Paper / Ravensburg
Hr. von Eichhorn, Papierfabrik Rieger / Trostberg
Dr. Peter Engert, UPM Kymmene Papier / Augsburg
Dr. Wolfram Friesen, ehemals Stora Enso Research / Mönchengladbach
Hr. Harald Heß, Voith Paper / Ravensburg
Hr. Andreas Noss, Papierfabrik Rieger / Trostberg
Dr. Okko Ringena, UPM Kymmene Papier / Augsburg
Hr. Frank Zimmermann, UPM Kymmene / Schongau (Projektsprecher)

Kontakt:

Technische Universität Darmstadt
Fachgebiet Papierfabrikation und
Mechanische Verfahrenstechnik
Prof. Dr.-Ing. Samuel Schabel
Alexanderstr. 8
D-64283 Darmstadt
Telefon: +49 – 61 51 – 16 21 54
Fax: +49 – 61 51 – 16 24 54
E-Mail: Schabel@papier.tu-darmstadt.de

Inhalt

	Zusammenfassung.....	I
1	Einleitung.....	1
2	Zielsetzung.....	2
3	Prinzipielle Vorgehensweise.....	3
3.1	Vergleich der Makro-Stickymessmethoden.....	3
3.2	Güteanforderungen für Schlitzplatten.....	4
3.3	Makro-Stickyvisualisierung mit blauem Farbstoff.....	4
3.4	Rundversuch Makro-Stickymessungen.....	4
4	Eingesetzte Faserstoffe und Sortieraggregate.....	5
4.1	Faserstoffe.....	5
4.2	Verdünnungswasser des Faserstoffs.....	5
4.3	Desintegration.....	6
4.4	Sortieraggregate.....	7
4.4.1	Haindl-Sortierer.....	7
4.4.2	Pulmac MasterScreen.....	8
4.4.3	Somerville Sortieraggregat.....	9
4.5	Schlitzplatten.....	10
4.6	Spezielle Eigenheiten von TAPPI- und INGEDE-Methode.....	12
4.7	Statistische Betrachtungen.....	14
4.7.1	Arithmetischer Mittelwert.....	14
4.7.2	Standardabweichung.....	15
4.7.3	t-Verteilung nach Student.....	15
4.7.4	Normierung.....	15
4.8	Untersuchung der Sortieraggregate und Schlitzplatten.....	16
4.9	Vergleich der INGEDE- und TAPPI-Methode.....	17
4.10	Abstimmungen zur Durchführung des Rundversuchs.....	18
4.10.1	Faserstoffe und Abstimmung zur Versuchsdurchführung.....	18
4.10.2	Probenvorbehandlung und Desintegration.....	18
4.10.3	Sortieraggregate und Bedingungen.....	19
4.10.4	Bildanalytische Auswertung.....	20
5	Ergebnisse.....	21
5.1	Variation der Desintegrationszeit.....	21
5.2	Vergleich der Sortieraggregate und Schlitzplatten.....	24
5.3	INGEDE- und TAPPI-Methode im Vergleich.....	29

5.3.1	Korrelation zwischen den Methoden.....	29
5.3.2	Auffälligkeiten bei der Methodenanwendung.....	34
5.4	Schlitzplattengüte.....	41
5.4.1	Verwendete Schlitzplatten.....	41
5.4.2	Vorschlag zur Qualitätsanforderung von Schlitzplatten.....	42
5.4.3	Erfahrung mit Laser geschnittenen Schlitzplatten für den Haindl-Sortierer.....	43
5.5	Sticknachweis mit blauem Farbstoff.....	49
5.6	Rundversuch zur Verbesserung der Reproduzierbarkeit von Stickymessungen	57
5.6.1	Randbedingungen.....	57
5.6.2	Auswertung des Rundversuchs.....	57
5.6.3	Vergleich der Ergebnisse mit Auswertung an unterschiedlichen Bildanalyse-Systemen.....	67
5.6.4	Schlussfolgerungen.....	70
5.6.5	Messergebnisse.....	71
	Anhang.....	76

Zusammenfassung

Im Rahmen des Forschungsprojektes wurden die kritischen Verfahrensstufen der Makro-Stickybestimmung im Labor nach der TAPPI- und der INGEDE-Methode eingehend untersucht. Zum Einsatz gelangten dabei drei Sortieraggregate: der Haindl-Sortierer, der Pulmac MasterScreen und der Somerville-Sortierer mit Schlitzplatten von 100 µm und 150 µm. Alle Untersuchungen erfolgten an grafischen sowie braunen Altpapierstoffen. Es konnte gezeigt werden, dass TAPPI- und INGEDE-Methode vergleichbare Ergebnisse mit einer tendenziell höheren Makro-Stickybelastung nach der INGEDE-Methode liefern. Von entscheidender Bedeutung für das absolute Messergebnis ist die Güte, d. h. die Maßhaltigkeit, der verwendeten Schlitzplatte. Der breiteste Schlitz auf einer Sortierplatte bestimmt maßgebend den Stickyrückstand und damit Anzahl und Fläche der ausgewerteten Makro-Stickys. Mit zunehmender maximaler Schlitzweite auf einer Platte reduzieren sich Makro-Stickyfläche und -anzahl. Das verwendete Sortieraggregat ist (unter den verwendeten Betriebsbedingungen) bei gleicher maximaler Schlitzweite für die ermittelte Makro-Stickyfläche nicht relevant. Es wurde daher ein Toleranzvorschlag für die Schlitzplattengüte ausgearbeitet und mit den ersten Laser geschnittenen Schlitzplatten für den Haindl-Sortierer Erfahrungen gesammelt.

Mittels eines Rundversuchs mit insgesamt 7 Teilnehmern wurden grafische und Altpapierfaserstoffe nach beiden Methoden (TAPPI und INGEDE) auf allen drei Sortieraggregaten (Pulmac MasterScreen, Haindl- und Somerville-Sortierer) untersucht. In Kenntnis der Bedeutung der Schlitzplattengüte wurden für die Vergleichsuntersuchungen die zu dem jeweiligen Sortieraggregat gehörende Schlitzplatte den teilnehmenden Firmen jeweils zur Verfügung gestellt, so dass pro Sortieraggregat immer die gleiche Platte zum Einsatz kam. Außerdem wurde das eingesetzte Laborpersonal im Vorfeld einer Schulung unterzogen. Insgesamt fiel die Reproduzierbarkeit der INGEDE-Methode besser aus als die der TAPPI-Methode, was möglicherweise auf die überwiegend größere Erfahrung des Personal mit der INGEDE-Methode zurückzuführen ist. Erkennbar war auch der Einfluss der Visualisierung, die bei entsprechender Vereinheitlichung, unabhängig vom eingesetzten Gerät und von den Stoffproben, niedrigere Variationskoeffizienten lieferte. Besondere Bedeutung kommt der bildanalytischen Auswertung zu. Bei einheitlicher Vorgehensweise liegen die Schwankungen trotz Verwendung unterschiedlicher Scanner in einem vertretbaren Rahmen. Werden jedoch hausinterne Methoden angewandt, so können durchaus erhebliche Abweichungen auftreten.

1 Einleitung

Stickys sind eines der größten Problemfelder Altpapier aufbereitender Papierfabriken. Nur zur Bestimmung von Makro-Stickys gibt es derzeit anerkannte, genormte Prüfmethode nach INGEDE, ISO oder TAPPI. Alle Prüfmethode beschreiben für die Bestimmung von Stickys ein komplexes Prüfverfahren mit vielen Verfahrensschritten, bei denen in jeder Methode zahlreiche Freiheitsgrade enthalten sind. Folglich ergeben sich beispielsweise bei Garantiefällen häufig Unterschiede von bis zu 100 % (in Einzelfällen auch mehr), wenn Parallelmessungen in verschiedenen Laboratorien durchgeführt werden. Dieser Zustand schränkt die Vergleichbarkeit und Aussagefähigkeit von Makro-Stickymessergebnissen drastisch ein und muss verbessert werden.

Grundsätzlich handelt es sich bei allen drei Methoden um ein Sortiervverfahren mittels Schlitzplatten, bei denen sich die Makro-Stickys auf einer Schlitzplatte anreichern und dann abfiltriert werden. Die Visualisierung erfolgt bei der TAPPI-Methode mithilfe eines speziell gestrichenen Markierpapiers, durch dessen unzureichende Strichhaftung unter thermischer Einwirkung die klebrigen Stickys mit dem Strich verschmelzen und bei Trennung des Markierpapiers Strichbestandteile herausgerissen werden, so dass die Stickys vor dem schwarzen Hintergrund detektierbar werden. Bei der INGEDE-Methode wird dagegen die Visualisierung mit einem definierten Korundpulver erzielt, das im Überschuss aufgebracht wird und an den Stellen haften bleibt, an denen sich klebrige Partikel befinden. Die ISO-Methode lässt beide Visualisierungsmethoden zu.

Alle genannten Prüfmethode beschreiben demnach für die Bestimmung von Makro-Stickys ein komplexes Prüfverfahren mit vielen Verfahrensschritten, wobei jede Methode zahlreiche Freiheitsgrade bei der Durchführung zulässt. Obwohl bei Einführung der ISO-Methode Vergleichsmessungen zwischen der INGEDE- und der TAPPI-Methode durchgeführt und eine ausreichende Übereinstimmung festgestellt worden war, weisen jüngste Ergebnisse sowohl zwischen beiden Methoden als auch bei den Freiheitsgraden innerhalb einer Methode auf Diskrepanzen hin, die nicht mehr länger tragbar sind.

2 Zielsetzung

Es ist zwingend erforderlich die wesentlichen Einflussgrößen auf die Makro-Stickymesswerte zu kennen und daraus resultierend die Messmethoden präziser zu beschreiben. Dies wird dazu beitragen, die Reproduzierbarkeit der Methoden insgesamt zu steigern. Darüber hinaus wird angestrebt, Konversionsfaktoren zwischen den Makro-Stickybestimmungsmethoden nach INGEDE und TAPPI herauszuarbeiten.

Die experimentellen Untersuchungen beziehen sich auf die genormten Makro-Stickybestimmungsmethoden nach INGEDE und TAPPI. Die ISO-Methode wird im Folgenden nicht weiter berücksichtigt, da sie im Prinzip alle Verfahrensvarianten nach INGEDE und TAPPI beinhaltet. Berücksichtigung finden die Sortieraggregate Haindl, Pulmac MasterScreen, Somerville, die Schlitzweite der verwendeten Schlitzplatten (100 und 150 μm), die Schlitzgüte (Streuung der Schlitzweiten auf den jeweiligen Sortierplatten), die Stoffprobenmenge, die Sortierbedingungen, die Präparatherstellung und die Visualisierungsmethoden. Die Stickymessung mittels Bildanalyse wird im Gegensatz dazu konstant gehalten, da in diesem Bereich separate Aktivitäten der INGEDE und des ZELLCHEMING Fachunterausschusses TECH laufen. Die Erkenntnisse dieses Projektes werden in die Überarbeitung der INGEDE-Methode 4 einfließen.

Aufgrund der großen Unterschiede, die bei Messungen in verschiedenen Laboratorien auftreten können, ist es zwingend erforderlich die Messmethoden zu präzisieren und die Reproduzierbarkeit der Makro-Stickymessungen insgesamt zu steigern. Dies soll durch die Identifikation der Freiheitsgrade und der Schwachstellen in den beiden Methoden (INGEDE, TAPPI) beginnen, um die Wiederholbarkeit der Prüfverfahren innerhalb eines Labors zu verbessern. Der Einfluss der unterschiedlichen Freiheitsgrade wird herausgearbeitet und Vorschläge zur Vereinheitlichung der Messmethodik ausgearbeitet. Darüber hinaus ist zu prüfen, ob ein Konversionsfaktor zwischen den Ergebnissen der Makro-Stickymessergebnissen nach INGEDE- und TAPPI-Methode ermittelt werden kann.

Da die Reproduzierbarkeit von Messverfahren üblicherweise schlechter ausfällt als deren Wiederholbarkeit wird nach Reduzierung der Freiheitsgrade ein praxisbezogener Rundversuch mit den Projektbegleitern durchgeführt. Dadurch soll insgesamt eine Vergleichmäßigung der Prüfergebnisse erzielt werden.

Im Verlauf des Projektes wurde seitens UPM der Vorschlag eingebracht, ein neues Verfahren zur Stickydetektion mittels eines blauen Farbstoffes (Morplas Blue 1300 Powder) der Firma

Sunbelt Corporation in Rock Hill, SC / USA näher zu untersuchen. Daher wurde eine zusätzliche Versuchsreihe mit Morplas Blue durchgeführt, um Möglichkeiten bzw. Vor- und Nachteile dieser Methode zu bewerten.

3 Prinzipielle Vorgehensweise

3.1 Vergleich der Makro-Stickymessmethoden

Alle Untersuchungen zur vergleichenden Bewertung der Makro-Stickymessmethoden wurden am PMV durchgeführt. Die Untersuchungen zu den relevanten Einflussparametern der INGEDE- und TAPPI-Methoden wurden im Rahmen einer Diplomarbeit des PMV von Florian LÖSCH¹ durchgeführt. Erforderliche Nachuntersuchungen erfolgten am PMV und sind in diesen Schlussbericht integriert. Die Untersuchungen wurden mit den drei Sortieraggregaten Haindl, Pulmac MaserScreen und Somerville und beiden Visualisierungsmethoden nach INGEDE und TAPPI durchgeführt. Für die vergleichende Versuchsdurchführung am PMV wurde eine Somerville Sortieraggregat von Voith zur Verfügung gestellt und am PMV betrieben. Die anderen beiden Sortiergeräte waren am PMV vorhanden. Für vergleichende Untersuchungen der Schlitzplatten zu allen drei Geräten wurden von der PTS, Stora Enso Research, UPM Augsburg und Schongau sowie Voith Ravensburg Schlitzplatten zur Verfügung gestellt, die allesamt optisch vermessen wurden und für Sortierversuche eingesetzt wurden. Die weiteren wesentlichen Variationen der Untersuchungen mit Faserstoffen aus verschiedenen Produktionsbereichen beziehen sich auf:

- Stoffvorbehandlung (zusätzliche Zerfaserung bei hohem Stippengehalten),
- Vergleich der Sortieraggregate und Schlitzplatten ,
- Korrelation zwischen INGEDE- und TAPPI-Methode,
- Visualisierung der Stickys (Markierpapier TAPPI bzw. Korundpulver INGEDE).

Zur Untersuchung wurden einerseits Deinkingstoffproben sowie Altpapierstoffproben aus der Aufbereitung „brauner“ Altpapiere mit jeweils hoher und niedriger Stickybeladung herangezogen, um ein möglichst breites Spektrum an Makro-Stickykonzentration in den Proben zu realisieren.

¹ Lösch, F.: Systematische Analyse genormter Makro-Sticky-Bestimmungsmethoden zur Beschreibung der Haupteinflussgrößen und Verbesserung der Wiederholbarkeit von Messergebnissen. Diplomarbeit Nr. 18, Papierfabrikation und Mechanische Verfahrenstechnik, TU Darmstadt, April 2008

3.2 Güteanforderungen für Schlitzplatten

Die Qualität aller bei den Versuchen eingesetzter Schlitzplatten wurde durch eine optische Vermessung der Schlitzweiten ermittelt. Aus den Ergebnissen wurden Güteanforderungen für Schlitzplatten formuliert, damit zukünftig Makro-Stickymessungen vergleichbarer werden. Außerdem sollte geprüft werden, ob für das Haindl-Sortiergerät Platten mit besserer Qualität zur Verfügung gestellt werden können.

3.3 Makro-Stickyvisualisierung mit blauem Farbstoff

Zusätzliche Versuche zur Visualisierung von Makro-Stickys mit dem Farbstoff Morplas Blue 1300 Powder sollten aufzeigen, ob durch dieses Verfahren die Stickymethode insgesamt vereinfacht oder verbessert werden kann. Für diese Versuche wurden Modellstoffe mit Haftklebeetikett (PSA) und ein fertiger Deinkingstoff eingesetzt.

3.4 Rundversuch Makro-Stickymessung

Der Rundversuch zur Bewertung der Reproduzierbarkeit der Makro-Stickymethoden wurde im Anschluss an die Methodenoptimierungen des PMV unter Mitwirkung einiger Projektbegleiter durch die PTS organisiert. Ursprünglich war geplant, dass insgesamt 8 Firmen an dem Rundversuch mit verschiedenen Sortieraggregaten teilnehmen. Allerdings passte bei einem Somerville-Sortierer die gelieferte Schlitzplatte nicht, so dass sich letztendlich nur 7 Firmen an dem Rundversuch beteiligen konnten. In den Rundversuch einbezogen wurden zwei grafische Altpapierstoffe und ein Verpackungsaltpapierstoff, die auf den jeweils vorhandenen Haindl-, Pulmac- und Somerville-Sortieraggregaten mit den mitgelieferten Schlitzplatten untersucht wurden. Verwendet wurde eine einheitliche Schlitzplatte für jedes Gerät, die allen Rundversuchsteilnehmern für den Zeitraum der Versuchsdurchführung zur Verfügung gestellt wurde. Die Schlitzplatten wurden von UPM Schongau (Metall-Schlitzplatte PULMAC), von Stora Enso Research (Metall-Schlitzplatte HAINDL) und von Voith (Metall-Schlitzplatte Somerville) zur Verfügung gestellt.

In den beteiligten Firmen wurden die Altpapierstoffe nach der INGEDE- und der TAPPI-Methode aufbereitet. Bei der Aufbereitung nach der INGEDE-Methode wurde eine Probe vollständig visualisiert und eine zweite Probe ohne Korundierung zur PTS geschickt. Diese zweite Probe wurde an der PTS von einem Laboranten einheitlich durchgeführt. Die nach TAPPI aufzubereitenden Proben wurden ebenfalls nach einer vollständigen Visualisierung an die PTS versandt und ohne finale Wäsche und visuelle Nachbearbeitung einheitlich bei Voith visualisiert.

4 Eingesetzte Faserstoffe und Sortieraggregate

4.1 Faserstoffe

Die in den Versuchsreihen verwendeten Altpapierstoffe stammten grundsätzlich aus der Aufbereitung grafischer und gemischter („brauner“) Altpapiere. Für jede zusammengehörende Versuchsreihe wurde jeweils Altpapierstoff aus einer Probenentnahme verwendet. Die in **Tabelle 4.1-1** gelb unterlegten Altpapierstoffe wurden in den Vorversuchen eingesetzt und die blau unterlegten zur Erweiterung der Datenbasis im zweiten Teil des Projektes. Durch die Auswahl dieser Faserstoffe aus unterschiedlichen Altpapieraufbereitungsstufen sollten unterschiedliche Makro-Stickybelastungen realisiert werden.

Tabelle 4.1-1: Entnahmestellen der eingesetzten Altpapierstoffe

Altpapierstoff	Entnahmestelle
Brauner Faserstoff	Pulperstoff nach 24 mm Lochsortierung
	Maschinenbütte
Grafischer Faserstoff	Nach der Grobsortierung
	Vor der Dispergierung
	Maschinenbütte
Brauner Faserstoff	V1 = Pulperableerbütte
	V2 = Langfaser Multifraktor
	V3 = Zwischenbütte vor Schlitzsortierung
	V4 = Einlauf 2. Stufe Langfaser
Grafischer Faserstoff	G1 = Auslauf vor Lochsortierung
	G2 = Auslauf Pulper

4.2 Verdünnungswasser des Faserstoffs

Zur Verdünnung der Altpapierstoffe kam grundsätzlich Darmstädter Leitungswasser zum Einsatz. Das Leitungswasser ist in **Tabelle 4.2-1** charakterisiert.

Tabelle 4.2-1: Eigenschaften des eingesetzten Leitungswassers

Parameter	
Temperatur	12 °C bis 14 °C
pH-Wert	7,5
Gesamthärte	18,6 °dH; 3,3 mmol/l
Karbonathärte	12,2 °dH; 2,2 mmol/l

4.3 Desintegration

Vor der Sortierung des eingesetzten Altpapierstoffs erfolgte immer eine 5-minütige Desintegration (3.000 Umdrehungen pro Minute). Die Desintegration erfolgte mit einem Aufschlaggerät nach ISO 5263, das in **Abbildung 4.3-1** zu sehen ist. Die Stoffdichte lag während der Desintegration zwischen 1,5 % und 2,5 %.

**Abbildung 4.3-1:** Aufschlaggerät zur Desintegration

Die Desintegration verbessert die Sortierbarkeit des Altpapierstoffs, da Stippen und Faserbündel größtenteils unter die Sortiergrenze zerkleinert werden. Dies erleichtert die spätere Nachbearbeitung der Präparate unter dem Mikroskop, da die Schlitzplatte des Sortieraggregats weniger Störstoffe zurückhält. Der Einfluss der Desintegrationszeit auf die Makro-Stickyfragmentierung wurde in einer separaten Versuchsserie untersucht.

4.4 Sortieraggregate

Ziel der Sortierung ist die Abtrennung der Makro-Stickys von den Fasern. Große Faseranteile würden später auf dem Präparat die Visualisierung der Stickys durch Überlagerung verhindern. Der Sortierrückstand auf der Schlitzplatte setzt sich zusammen aus Makro-Stickys und Störstoffen. Störstoffe sind hauptsächlich nassfeste Papierbestandteile, Stippen, Glasplitter und Sand. Aus dem Sortierrückstand wird nachfolgend durch Filtration das Präparat für die Stickyvisualisierung gebildet.

4.4.1 Haindl-Sortierer

Die Beschreibung des Haindl-Sortieraggregats ist im ZELLCHEMING Merkblatt V/1.4/86, Kapitel 4 nachzulesen. Der Betrieb des Geräts erfolgte gemäß INGEDE-Methode 4 mit einer erhöhten Hubfrequenz von 480 Doppelhuben/Minute. **Abbildung 4.4-1** zeigt das Gerät mit einem selbstgebauten Plexiglasaufsatz der erforderlich ist, damit Stoffmengen von 50 g o.ä. auch ohne Überlaufen der Sortierkammer bzw. Herausspritzen von Suspension sortiert werden können.



Abbildung 4.4-1: Haindl-Sortierer

Das Haindl-Sortieraggregat funktioniert auf Basis einer konstanten Wasserzulaufmenge in den Vorlagebehälter, einen über eine Membran erzeugten Hub unterhalb der Schlitzplatte, der die Stoffsuspension in Bewegung und die Schlitzze vor einem Zusetzen mit Fasern frei hält und der erzeugten Stoffströmung durch die Öffnungen der Schlitzplatte hindurch. Dadurch

werden im Idealfall die Fasern von Makro-Stickys abgetrennt und die im Überlauf angereicherten Stickys bleiben auf der Schlitzplatte zurück. **Tabelle 4.4-1** listet die Betriebsbedingungen der Haindl-Sortierung auf.

Tabelle 4.4-1: Sortierbedingungen des Haindl-Sortierers

Sortierbedingung	Größe und Einheit
Wassermenge	10 l/min
Hubfrequenz	480 Doppelhübe/Minute
Membranhub	18 mm
Sortierdauer (grafisches Altpapier)	10 min
Sortiermenge (grafisches Altpapier)	50 g otro
Probenzugabe (grafisches Altpapier)	Innerhalb der ersten 5 min; diskontinuierlich
Sortierdauer (braunes Altpapier)	5 min
Sortiermenge (braunes Altpapier)	10 g otro
Probenzugabe (braunes Altpapier)	Gesamtmenge bei Sortierbeginn

4.4.2 Pulmac MasterScreen

Die Sortierung mit dem Pulmac MasterScreen (**Abbildung 4.4-2**) erfolgte nach T 274 sp-97. Die Einstellung der Sortierzyklen wurde den Ergebnissen nach den Empfehlungen von WITTMANN² vorgenommen. Das Sortierprinzip des Pulmac MasterScreens basiert auf dem Wasserdurchfluss durch die Schlitzplatte. Ein Verstopfen der senkrecht stehenden Schlitzplatte wird durch den direkt vor der Schlitzplatte rotierenden Rotor, den hinter der Schlitzplatte rotierenden Sprühdüsen und den Spülzyklen verhindert. Der Vorteil des Sortierprinzips liegt in der Unabhängigkeit von der Gravitation. Dadurch haben Dichteunterschiede der Suspensionsstoffe keinen Einfluss und Störstoffe, die spezifisch leichter als Wasser sind, werden auch sortiert. Weitere Vorteile sind der Vorrattank, in den die Altpapierstoffmenge gegeben wird und die automatische Entleerung der Sortierkammer mit anschließender Filtration (Präparatbildung). Die Altpapierstoffprobe wird im Vorlagebehälter des Sortieraggregats automatisch auf unter 1 % Stoffdichte verdünnt. Nach dem Einfüllen arbeitet das

² Wittmann, V.; Götsching, L.: Modifizierung der INGEDE-Methode zur Bestimmung von Makro-Stickys in Deinkingstoffen an die Erfordernisse von braunen Altpapierstoffen. Diplomarbeit Nr. 266, IfP TU Darmstadt, 1998

Gerät bis zum Abfiltrieren des Sortierrückstandes absolut vollautomatisch. Die Sortierbedingungen des Pulmac MasterScreens sind in **Tabelle 4.4-2** zusammengefasst.



Abbildung 4.4-2: Pulmac MasterScreen bei der Sortierung

Tabelle 4.4-2: Sortierbedingungen des Pulmac MasterScreens

Sortierbedingung	Größe und Einheit
Wassermenge	Automatisch zeitgesteuert gemäß PMV-Umbau. Zeitsteuerung für grafisches und braunes AP unterschiedlich.
Sortiermenge (grafisches AP)	50 g otro
Probenzugabe (grafisches AP)	Gesamtmenge in Vorratsbehälter
Sortiermenge (braunes AP)	10 g otro
Probenzugabe (braunes AP)	Gesamtmenge in Vorratsbehälter

4.4.3 Somerville-Sortierer

Abbildung 4.4-3 zeigt das Somerville Sortieraggregat, in dem die nach T 275 sp-02 standardisierten Sortierungen erfolgten. Das Sortierprinzip ist mit der Haindl-Sortierung identisch. Allerdings ist der rechteckige Vorlagebehälter wesentlich größer und die zugehörige Schlitzplatte verfügt über mehr und längere Schlitzte als die Haindl-Platte. In **Tabelle 4.4-3** sind die Sortierbedingungen des Somerville-Sortierers zusammengestellt.



Abbildung 4.4-3: Somerville Sortieraggregat

Tabelle 4.4-3: Sortierbedingungen des Somerville Sortieraggregats

Sortierbedingung	Größe und Einheit
Wassermenge	$8,6 \pm 0,2$ l/min
Wasserdruck der Sprühdüse	124 ± 5 kPa
Hubzahl	700 pro Minute
Membranhub	3,2 mm
Sortierdauer (grafisches Altpapier)	20 min (40 min/100 μ m Schlitzplatte)
Sortierdauer (braunes Altpapier)	20 min
Sortiermenge (grafisches Altpapier)	50 g otro (15 g otro/100 μ m Schlitzplatte)
Sortiermenge (braunes Altpapier)	50 g otro
Probenzugabe (grafisches Altpapier)	Gesamtmenge bei Sortierbeginn
Probenzugabe (braunes Altpapier)	Gesamtmenge bei Sortierbeginn

4.5 Schlitzplatten

Die eingesetzten Schlitzplatten unterscheiden sich in ihrer Bauweise in Abhängigkeit vom Sortieraggregat. Die Toleranz der Schlitzweiten unterliegt sortieraggregatspezifischen Vorgaben, die in den entsprechenden Prüfvorschriften enthalten sind. Notwendig für die spätere Interpretation der Versuche war die präzise Vermessung der Schlitzweiten aller Schlitzplatten. Mit Hilfe des Nikon Profil-Projektors 6C-2 (**Abbildung 4.5-1**) am PMV konnte eine sehr

genaue Vermessung der Schlitzweiten im Durchlicht auf $\pm 1 \mu\text{m}$ durchgeführt werden. Die Messpräzision wurde mit Hilfe eines Objektmikrometers (Skala 1 mm in 100 Teilen) überprüft. **Tabelle 4.5-1** gibt Aufschluss über die Anzahl der vorhandenen Schlitz je Platte des jeweiligen Sortieraggregats sowie der im Durchschnitt jeweils optisch vermessenen Schlitz.



Abbildung 4.5-1: Nikon Profil-Projektor zur Vermessung der Schlitzweite bei Durchlicht
(mittig ist auf dem Bildschirm ein Schlitz der aufliegenden Platte zu erkennen, links daneben, die digitale Messanzeige)

Tabelle 4.5-1: Anzahl aller Schlitz und Anzahl der vermessenen Schlitz

Sortieraggregat	Anzahl der Schlitz je Platte	Mittlere Anzahl der jeweils pro Platte vermessenen Schlitz
Somerville	750	169
Pulmac MasterScreen	108	56
Haindl	ca. 800	239

4.6 Spezielle Eigenheiten von TAPPI- und INGEDE-Methode

Prinzipiell verwenden die TAPPI-Methode T 277 om-07 und die INGEDE-Methode 4 ein identisches Versuchsprozedere. Mithilfe eines Sortieraggregates und einer Schlitzplatte werden die Makro-Stickys aus einer Stoffsuspension heraussortiert und mit zwei unterschiedlichen Methoden visualisiert, bevor in beiden Fällen weiße Stickys vor schwarzem Hintergrund bildanalytisch ausgewertet werden. Nach der TAPPI-Methode wird schwarzes Filterpapier (Whatman 551, Durchmesser 24 cm) und ein speziell gestrichenes Papier (Markierpapier) zur Visualisierung der Stickys benutzt. Nachdem der Sortierrückstand im Rapid-Köthen Blattbildner auf dem schwarzen Filter abgelegt worden ist, wird der nasse Filter mit dem Markierpapier abgedeckt und 10 Minuten im Rapid-Köthen-Trockner getrocknet. Bei dieser Trocknung verkleben die Makro-Stickys mit der Strichfarbe. Nach 10 Minuten Auskühlzeit kann das Markierpapier vom Präparat abgezogen werden. Der Strich klebt nun an den Stellen, an denen sich die Makro-Stickys auf dem Filter befinden. Daneben befinden sich auf dem Filterpapier aber u. U. auch noch Schmutzpartikel, Stippen, Kunststoffpartikel oder Fasern und nicht anhaftende oder überstehende Strichreste. Daher muss das so gewonnene Präparat mit einer speziellen Wascheinrichtung (**Abbildung 4.6-1**) gewaschen werden, um nicht klebrige Stickybestandteile von dem Präparat zu entfernen, die bei der bildanalytischen Bewertung trotzdem einen Kontrast zum schwarzen Hintergrund liefern könnten. Es folgt eine weitere Trocknung, bei der das Präparat wieder mit Silikonpapier abgedeckt wird. Nach dieser Trocknung ist das Präparat unter dem Mikroskop nachzubearbeiten und mit einem Bildanalyse-System auszuwerten. Das zur Visualisierung genutzte Markierpapier soll gemäß Vorschrift eine Spaltfestigkeit von $2,5 \text{ kN/m} \pm 0,3 \text{ kN/m}$ aufweisen. Im Rahmen der Untersuchungen wurde die Spaltfestigkeit des Striches mit dem Internal Bond Test nach TAPPI-Methode T 541 mit dem Prüfgerät von Zwick ermittelt. **Tabelle 4.6-1** zeigt, dass die Prüfergebnisse des gestrichenen Papiers aus drei Produktionschargen im Rahmen der in der TAPPI-Methode festgelegten Toleranz liegen.

Tabelle 4.6-1: Spaltfestigkeit des Striches von Markierpapier aus drei Produktionschargen

Produktionsjahr	Spaltfestigkeit in kN/m
1999	2,3
2004	2,4
2007	2,7



Abbildung 4.6-1: Waschvorrichtung der TAPPI-Methode (Wasserstrahl hat nicht den erforderlichen Betriebsdruck)

Nach der INGEDE-Methode wird der Sortierrückstand auf einem weißen Filterpapier (Rundfilter, Durchmesser 24 cm, MN617) im Rapid-Köthen Blattbildner abgelegt und mit einem Silikonpapier im Rapid-Köthen-Trockner 10 Minuten getrocknet. Danach erfolgen die Einfärbung des Präparats mit schwarzer Tinte (Pelikan, Nr. 4001), die Abdeckung mit Silikonpapier und die nochmalige Trocknung im Rapid-Köthen-Trockner (10 Minuten). Nach der Trocknung wird das Präparat mit einer deckenden Schicht Korundpulver bestreut und erneut 10 Minuten getrocknet. Die Vakuumpumpe des Rapid-Köthen-Trockners benötigt bei dieser Trocknung einen Filter zum Schutz vor angesaugtem Korundpulver. Sofort nach der Trocknung wird das nicht an Makro-Stickys haftende Korundpulver mit einem weichen Kosmetikpinsel vorsichtig vom senkrecht gehaltenen Präparat entfernt. Danach muss das Präparat für die bildanalytische Vermessung ebenfalls unter dem Mikroskop nachbearbeitet werden (**Abbildung 4.6-2**).

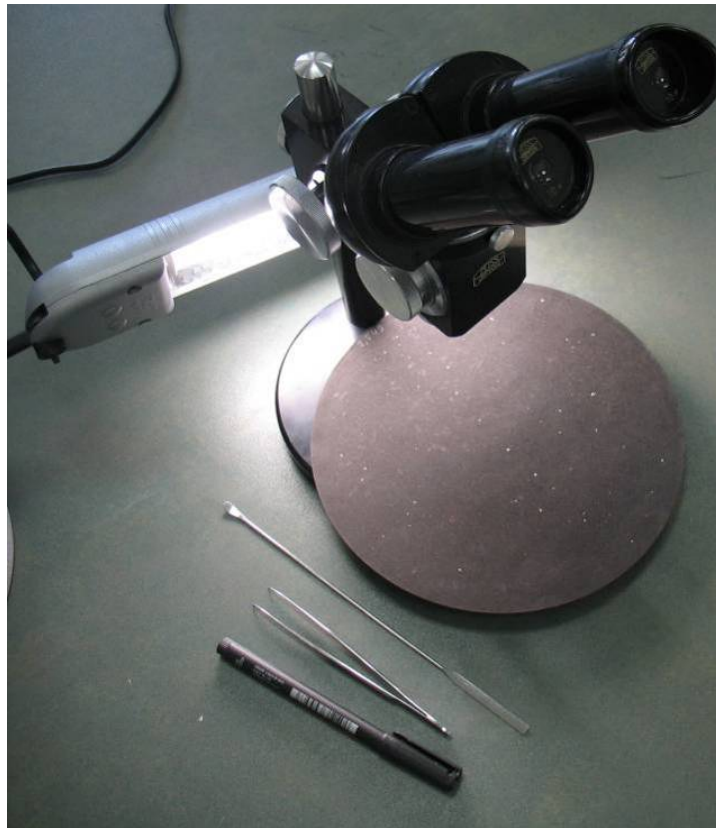


Abbildung 4.6-2: Schwarzes Präparat zur Nachbearbeitung unter dem Mikroskop

4.7 Statistische Betrachtungen

Die Aussagekraft einzelner Messwerte ist jeweils begrenzt, sofern nicht ein bestimmter Erwartungswert vorliegt z. B. im Rahmen von Produktionskennzahlen. Bei unbekannten Proben kann eine statistische Auswertung helfen, die Messwerte einzuordnen. Als Hilfsmittel dienen der Mittelwert, die Standardabweichung, der Variationskoeffizient und die t-Verteilung nach Student. Für eine statistisch gesicherte Aussage muss bei dem Messergebnis auch die Makro-Stickyanzahl beachtet werden. Ab einer Makro-Stickyanzahl von etwa 200 pro Ergebnis (oder je Klasse) kann es als statistisch sicher gelten.³

4.7.1 *Arithmetischer Mittelwert*

Der arithmetische Mittelwert $\bar{x}$ beschreibt das Mittel aller gemessenen Werte. Gebildet wird er, indem alle Werte addiert und anschließend durch deren Anzahl dividiert.

$$\bar{x} = \frac{\sum x_i}{n} = \frac{1}{n} * (x_1 + x_2 + \dots + x_n)$$

Das arithmetische Mittel stellt nicht den wahren Mittelwert da.

³ N.N.: Macro Stickies Content in Pulp: the “pick-up” Method. In: TAPPI Methode T 277 om-07, TAPPI, Atlanta, 2007

4.7.2 Standardabweichung

Die Standardabweichung s einer Messreihe beschreibt die Streuung aller Einzelwerte x_i um den arithmetischen Mittelwert $\bar{x}$. Sie sagt aus, dass 68,3 %⁴ aller Messwerte einer normalverteilten Größe innerhalb dieser Grenzen um den arithmetischen Mittelwert liegen ($\bar{x} \pm s$).

$$s = \sqrt{\frac{1}{n-1} * \sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2}$$

Die Standardabweichung gibt die Streuung um den arithmetischen Mittelwert an, der nicht dem wahren Mittelwert entspricht. Dieser Mangel kann durch die t-Verteilung behoben werden.

4.7.3 t-Verteilung nach Student

Die t-Verteilung⁴ gibt den Vertrauensbereich an, in dem der wahre Mittelwert μ liegt.

$$\mu = \bar{x} \pm \Delta x = \bar{x} \pm t * \frac{s}{\sqrt{n}}$$

Die Messunsicherheit Δx wurde mit einer Wahrscheinlichkeit $P = \gamma = 90\%$ festgelegt. Der wahre Mittelwert liegt demnach mit der Wahrscheinlichkeit von 90 % in diesem Bereich um den arithmetischen Mittelwert. Bei der Auswertung wurde eine Irrtumswahrscheinlichkeit von $\alpha = 10\%$ zugrunde gelegt.

$$\gamma = 100 - \alpha$$

4.7.4 Normierung

Die ermittelten Makro-Stickyflächen bzw. deren Anzahl verteilt sich auf verschiedene Klassen. Die gewählten Klasseneinteilungen stehen in **Tabelle 4.7-1**.

Tabelle 4.7-1: DOMAS Einteilung der Makro-Stickys in Größenklassen

DOMAS-Klassen der Makro-Stickydurchmesser in μm									
Bereich der Klasse	100-200	200-400	400-600	600-1.000	1.000-2.000	2.000-3.000	3.000-10.000	10.000-20.000	20.000-200.000
Klassenbreite	100	200	200	400	1.000	1.000	7.000	10.000	180.000
Klassenmitte	150	300	500	800	1.500	2.500	6.500	15.000	110.000

⁴ Papula, L.: Mathematik für Ingenieure und Naturwissenschaftler. Band 3. Wiesbaden: Vieweg Friedr. + Sohn Verlag, 1999. ISBN-10: 3834802255

Da die Klassenbreiten unterschiedlich sind, würde beim Vergleich der Klassen in einer nicht normierten Darstellung die breitere Klasse im Vergleich zu einer Klasse mit geringerer Breite einen zu hohen Messwert liefern. Die in verschiedenen Abbildungen gewählte normierte Darstellung wurde ermittelt, in dem jeweils der Messwert einer Klasse durch die Klassenbreite dividiert wurde. Die Klassenbreiten ergeben sich wiederum aus der Differenz von oberer und unterer Klassengrenze.

$$\text{Normierte Makro – Stickyfläche} = \frac{\text{Makro – Stickyfläche}}{\text{Klassenbreite}}$$

$$\text{Normierte Makro – Stickyanzahl} = \frac{\text{Makro – Stickyanzahl}}{\text{Klassenbreite}}$$

4.8 Untersuchung der Sortieraggregate und Schlitzplatten

Bei den Untersuchungen der Sortieraggregate und deren Schlitzplatten fanden die Sortieraggregate Somerville (T 275 sp-02), Pulmac MasterScreen (T 274 sp-97) und Haindl (ZELLCHEMING Merkblatt V/1.4/86) Anwendung. Die eingesetzten Sortierplatten hatten Schlitzweiten von 100 µm und 150 µm.

Tabelle 4.8-1 zeigt, wie viele Schlitzplatten in den Sortieraggregaten mit welchen Altpapierstoffen untersucht wurden. Lediglich bei braunem Altpapier wurden keine 100 µm Somerville Schlitzplatten eingesetzt, da mit dieser Platte der Faserstoff nicht sortierbar war.

Tabelle 4.8-1: Eingesetzte Stoffproben, Anzahl der Schlitzplatten je Messreihe und eingesetzte Faserstoffmenge

Stoffproben	Anzahl der Schlitzplatten Haindl-Sortierer	Anzahl der Schlitzplatten Somerville-Sortierer	Anzahl der Schlitzplatten Pulmac MasterScreen
Grafisches Altpapier	3 * 100 µm; 50 g otro 3 * 150 µm; 50 g otro	3 * 100 µm; 15 g otro 3 * 150 µm; 50 g otro	3 * 100 µm; 25 g otro 3 * 150 µm; 50 g otro
Braunes Altpapier	3 * 100 µm; 10 g otro 3 * 150 µm; 10 g otro	3 * 150 µm; 10 g otro	3 * 100 µm; 10 g otro 4 * 150 µm; 10 g otro

Für kurze Zeit stand eine weitere Pulmac MasterScreen 150 µm Schlitzplatte zur Verfügung. Deshalb konnte der braune Faserstoff mit vier verschiedenen 150 µm Schlitzplatten auf dem Pulmac MasterScreen sortiert werden.

Abweichend von T 275 sp-02 musste bei den Sortierungen mit grafischem Altpapier und den 100 µm Schlitzplatten die Faserstoffmenge auf 15 g otro reduziert und die Sortierzeit auf 40 Minuten erhöht werden. Erst durch diese Veränderungen konnte eine faserrückstandsfreie Sortierung erzielt werden.

4.9 Vergleich der INGEDE- und TAPPI-Methode

Diese Versuchsreihe diente dem Vergleich von TAPPI- und der INGEDE-Methode anhand der gesamten Makro-Stickyflächen und der einzelnen normierten Klassen. Ein Faktor zur Umrechnung zwischen beiden Methoden würde es ermöglichen, die Ergebnisse beider Methoden zu vergleichen. Die verwendeten Faserstoffe sind in **Tabelle 4.9-1** aufgelistet, ebenso die Anzahl der Präparate und die Einwaage des Faserstoffs pro Präparat.

Tabelle 4.9-2: Eingesetzte Stoffproben, Einwaage Faserstoff und Anzahl der ausgewerteten Präparate für den Vergleich beider Methoden

Entnahmestelle des Faserstoffs	Einwaage in g otro (Haindl-Sortierung)	Anzahl der Präparate
Braunes Altpapier Maschinenbütte	10	58
Braunes Altpapier nach Pulper	10	60
Grafisches Altpapier Maschinenbütte	50	18
Grafisches Altpapier nach Grobsortierung	50	10

Als Voraussetzung für den Vergleich der Methoden müssen die Rahmenbedingungen konstant bleiben. Aus diesem Grund wurde auch bei der INGEDE-Methode 5 Minuten desintegriert, so wie es die TAPPI-Methode vorschreibt. Nach der Desintegration folgte eine Haindl-Sortierung. Es wurde die PMV 100 µm Schlitzplatte mit der Seriennummer 147184 verwendet. Die Einstellungen entsprachen den stoffspezifischen Vorgaben. Braunes Altpapier wurde 5 Minuten sortiert, grafisches 10 Minuten. Nach der Sortierung wurde der Sortierrückstand im Rapid-Köthen-Blattbildner abfiltriert.

Die Weiterbearbeitung der jeweiligen Präparate erfolgte wie in der TAPPI-Methode 277 om-07 und INGEDE-Methode 4 beschrieben. Je Sortierung betrug die Anzahl der Präparate 5, um eine möglichst statistisch gesicherte Interpretation zu ermöglichen.

4.10 Abstimmungen zur Durchführung des Rundversuchs

4.10.1 Faserstoffe und Abstimmung zur Versuchsdurchführung

Die für den Rundversuch eingesetzten Faserstoffe stammten aus der Aufbereitung grafischer und gemischter („brauner“) Altpapiere. Die Faserstoffe wurden von der PTS organisiert und in eingedicktem Zustand an alle Beteiligten geschickt. Dort wurde der Faserstoff nach einem gemeinsamen Prozedere verarbeitet, das in einem Meeting im Vorfeld abgestimmt worden war. Die Versuchsdurchführung erfolgte in einem definierten Zeitplan. Die in diesem Meeting gemeinsam erarbeitete Vorgehensweise ist als **Anhang** diesem Schlussbericht beigelegt.

Tabelle 4.10.1-1: Entnahmestellen der eingesetzten Altpapierstoffe

Altpapierstoff	Entnahmestelle
Grafische Altpapierstoffe	Nach der Grobsortierung
	Vor der Dispergierung (Einlauf)
Brauner Altpapierstoff	Maschinenbütte

4.10.2 Probenvorbehandlung und Desintegration

Die Stoffproben wurden in filtriertem Zustand portioniert in jeweiliger Stoffmenge an die Teilnehmer versandt. Nach Probeneingang bei den Teilnehmern wurden diese eingefroren (portioniert in jeweiliger Stoffmenge) und bis zur Bestimmung gelagert. Die zu untersuchenden Stoffproben wurden am Tag vor der Analyse entnommen und über Nacht aufgetaut. Die Proben wurden nach Verdünnung auf 2 l mit Leitungswasser (Temperatur unter 20 °C) 30 min eingeweicht und 5 min im Standarddesintegrator desintegriert (15 000 Umdrehungen). Vor der Sortierung wurden die Stoffproben auf 3 bzw. 4 l mit Leitungswasser aufgefüllt.

Tabelle 4.10.2-1: Zur Stoffsortierung eingesetzte Stoffmengen

Probe	Stoff [g otro]	Volumen vor Sortierung [l]
Nach Grobsortierung	25	3
Vor Disperger	50	4
Maschinenbütte	25	3

4.10.3 Sortieraggregate und Bedingungen

Die Sortierung erfolgte mit den jeweils vorhandenen Haindl-, Pulmac- und Somerville-Sortieraggregaten mit den gelieferten Schlitzplatten.

Tabelle 4.10.3-1: Sortierbedingungen

Aggregat	Schlitzweite Platte	Durchmesser Filterblatt	Überführung Stickys auf Filterblatt
	[µm]	[mm]	
Haindl	150	240	Blattbildner
Somerville	150	240	Blattbildner
Pulmac	150	200	Direkt

Aggregat	Wassermenge	Extras	Betriebsdauer Stoffeintrag + Sortierung
	[l/min]		[min]
Haindl	10	480 Doppelhübe/min	2 bzw. 3 + 8 bzw. 7 = 10
Somerville	9	Standardhub	bis 2 + ab 18 = 20
Pulmac	Automatisch	Abgestimmt	12

Der Stoffeintrag beim Haindl-Fraktionator erfolgte in 3 bzw. 4 Teilen nach 0, 1, 2 und ggf. 3 min. Die Betriebsdauer (Stoffeintrag + Sortierung) betrug insgesamt 10 min.

Die verdünnten Proben wurden in den Somerville-Laborsortierer kontinuierlich eingetragen (Eintragszeit ca. 2 min). Nach einer Auswaschzeit von 20 min (inklusive Eintragszeit) und bei einer Waschwassermenge von 9 l/min (Standardeinstellung) wurde das Fraktioniergerät abgeschaltet.

Im Pulmac MasterScreen läuft diese „Spülsequenz“ automatisch ab. Die Taktzeiten wurden zwischen den Teilnehmern abgestimmt.

4.10.4 Bildanalytische Auswertung

Die bildanalytischen Bewertungen erfolgten auf einem Domas-Bildanalysesystem bei der PTS in München mit der PTS-Schwellwertdatei.

Nach Rücksendung der Präparate an die beteiligten Firmen wurden diese auch an den Bildanalysesystemen der Firmen vermessen, wobei allerdings nicht alle Präparate einbezogen wurden. Bei einer Firma wurde die Messung mit der PTS-Schwellwertdatei vorgenommen, die anderen verwendeten die hausinternen Messbedingungen.

5 Ergebnisse

5.1 Variation Desintegrationszeit

Diese Versuchsreihe diente dazu, den möglichen Einfluss einer zusätzlichen Zerfaserung von Stoffproben im Standard-Desintegrator auf die Makro-Stickyfläche, -anzahl und -durchmesser zu ermitteln. Es sollte festgestellt werden, ob mit zunehmender Desintegrationszeit Veränderungen eintreten. Parallel erfolgte die Ermittlung der Masse des Sortierrückstandes, die Aufschluss darüber gibt, wie effektiv Stippen zerkleinert worden sind, die das Stickymessergebnis durch Überlagerungen beeinflussen können.

Bei diesen Messreihen wurde die INGEDE-Methode 4 und der Haindl-Sortierer mit der 100 µm Schlitzplatte des PMV (Nr. 147184) verwendet. Als Faserstoffe wurden grafischer Altpapierstoff nach der Grobsortierung und vor dem Disperger sowie brauner Altpapierstoff aus der Maschinenbütte ausgewählt. Die Stoffe wurden jeweils vor der Sortierung mit kaltem Wasser (12 – 14 °C) auf 1,5 % bzw. 2,5 % Stoffdichte verdünnt und zwischen 5 und 60 min im Standard-Desintegrator zerfasert, bevor jeweils 50 g otro bzw. 10 g otro sortiert wurden.

Abbildung 5.1-1 zeigt beispielhaft für den grafischen Altpapierstoff nach der Grobsortierung, dass sich die Masse des Sortierrückstandes zwischen 0 und 20 min Desintegrationszeit vom 22 auf 9 mg verringert, während sowohl die Makro-Stickyfläche zwischen rund 2.700 und 3.300 mm²/kg als auch die Makro-Stickyanzahl zwischen rund 45.900 und 51.500 #/kg ohne erkennbaren Trend variieren. Die dazugehörigen mittleren Partikeldurchmesser liegen für die fünf Desintegrationen ebenfalls ohne Tendenz zwischen 840 und 946 µm flächengleichem Kreisdurchmesser. **Abbildung 5.1-2** zeigt die normierte Makro-Stickyflächenverteilung für die fünf Desintegrationszeiten und die sechs Größenklassen. Es ist augenfällig, dass keine Verschiebung im Größenpartikelspektrum der Makro-Stickys auftritt. Ähnliche Ergebnisse haben sich auch bei der Desintegration eines grafischen Altpapierstoffs am Dispergereinlauf ergeben.

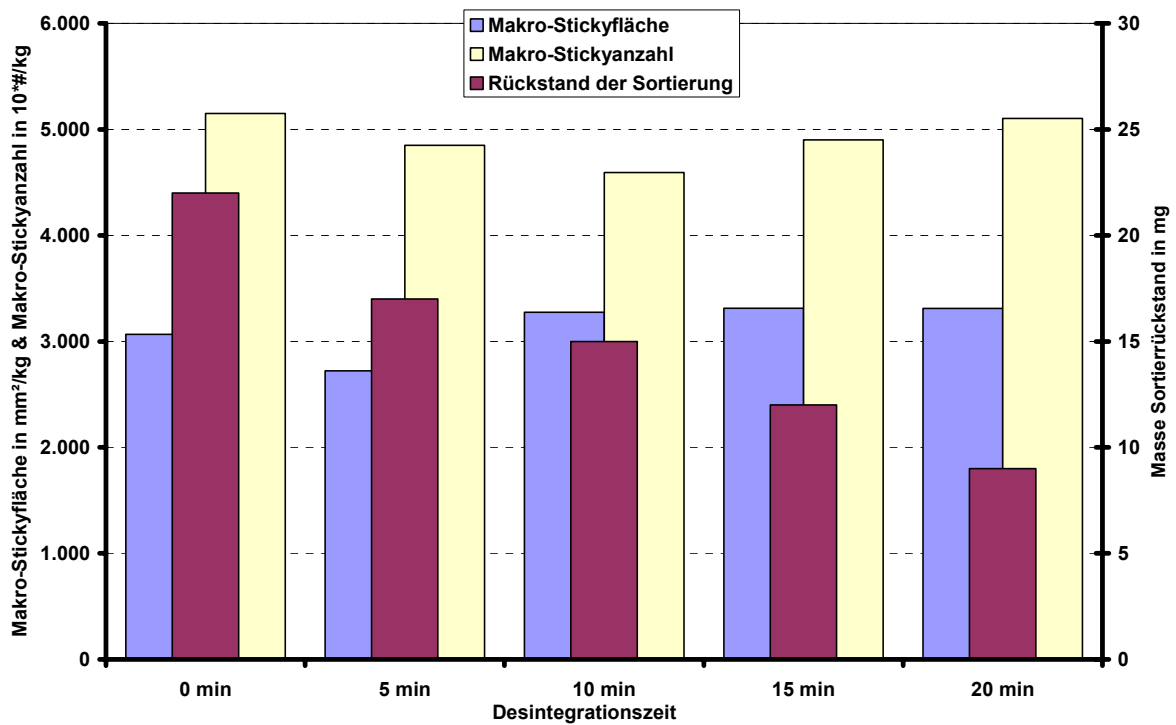


Abbildung 5.1-1: Makro-Stickyfläche und -anzahl sowie Sortierrückstand von grafischem Altpapierstoff nach der Grobsortierung und bei unterschiedlichen Desintegrationszeiten

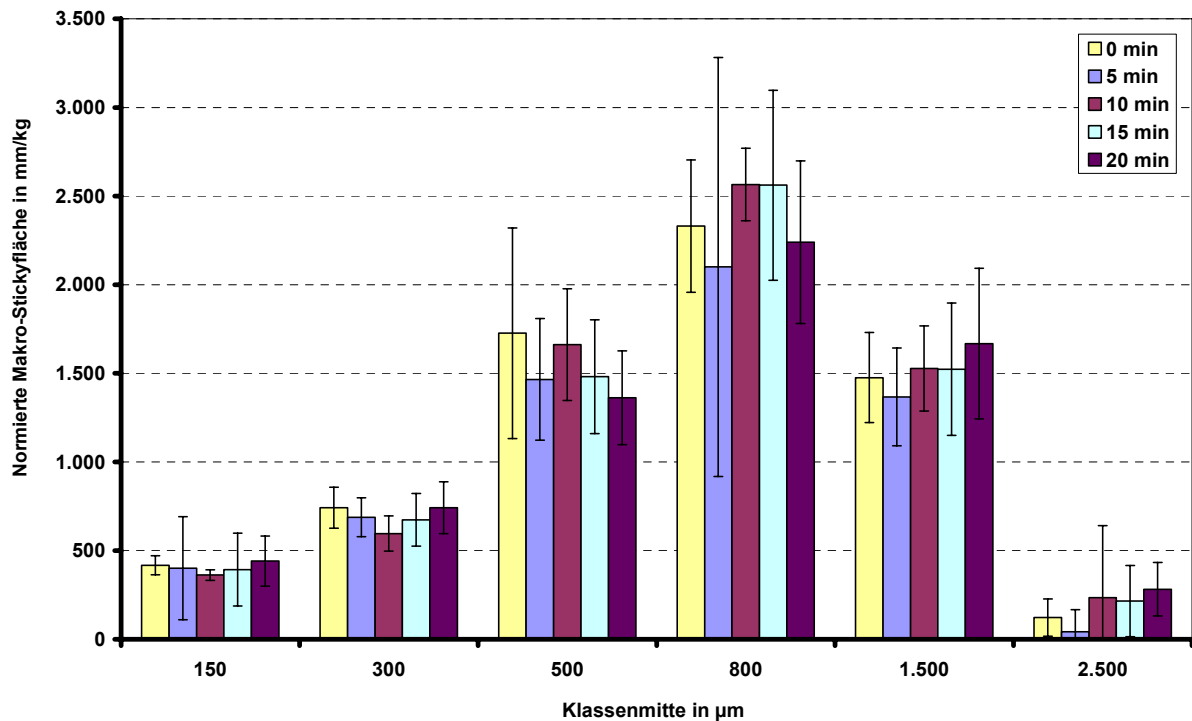


Abbildung 5.1-2: Normierte Makro-Stickyflächenverteilung von grafischem Altpapierstoff nach der Grobsortierung und bei unterschiedlichen Desintegrationszeiten

Abbildung 5.1-3 macht deutlich, dass diese Zusammenhänge bezüglich der Makro-Stickyfläche auch für braunen Altpapierstoff aus der Maschinenbütte gelten und im Rahmen der eingezeichneten Fehlerbalken selbst bei Desintegrationszeiten von bis zu 60 min keine signifikante Stickyflächenänderung eintritt. Gleiches gilt auch für die Makro-Stickyanzahl und den mittleren Partikeldurchmesser sowie die Flächenverteilung. Bei dieser Stoffprobe ist keine Reduktion des Sortierrückstandes mit zunehmender Desintegrationszeit festzustellen, was sich mit der Verwendung von Fertigstoff, der auch keine zerkleinerbaren Stippen mehr enthält, erklären lässt.

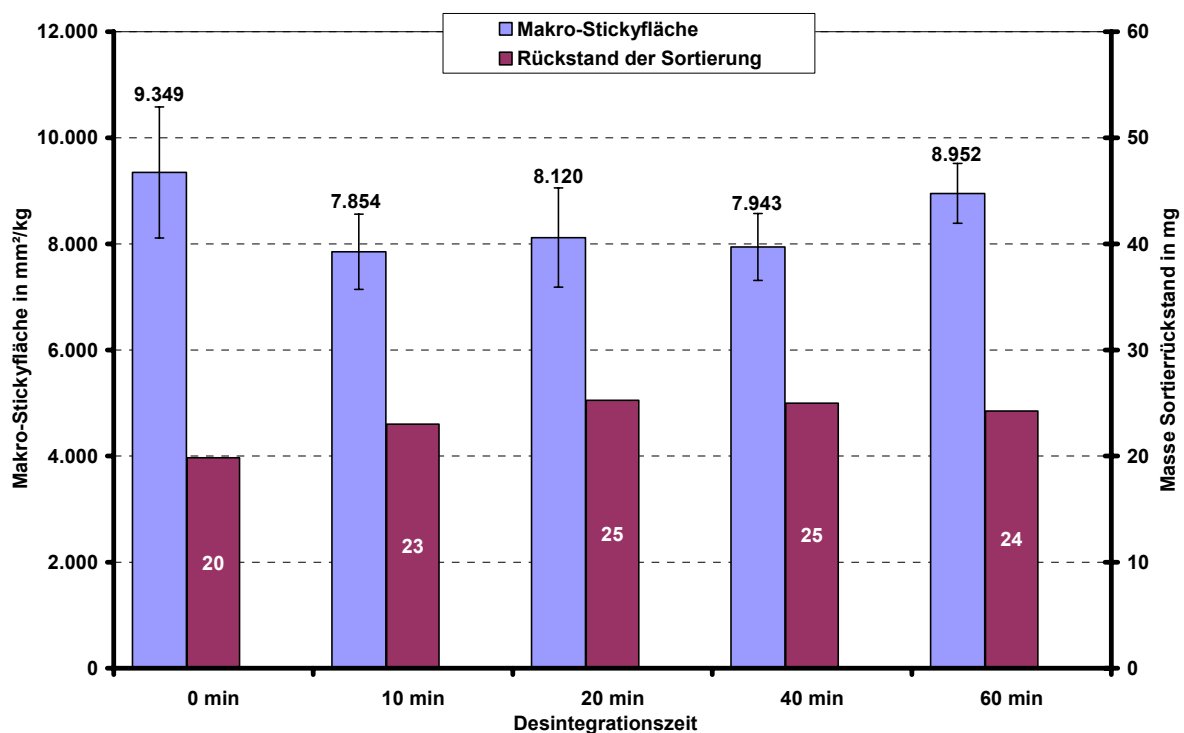


Abbildung 5.1-3: Makro-Stickyfläche sowie Sortierrückstand von braunem Altpapierstoff aus der Maschinenbütte und bei unterschiedlichen Desintegrationszeiten

Aus den Ergebnissen ist der Schluss zu ziehen, dass die Standard-Desintegration mit kaltem Wasser und Desintegrationszeiten von bis zu maximal 60 min keine wesentlichen Veränderungen in der Geometrie und damit der Menge (Anzahl, Fläche, Durchmesser) der nachweisbaren Makro-Stickys zur Folge hat. Stippenhaltige Faserstoffe, wie sie zu Beginn einer Altpapieraufbereitungsanlage anzutreffen sind, werden durch die Behandlungsmaßnahme allerdings deutlich von Stippen befreit und verursachen dadurch bei der Vorbereitung zur bildanalytischen Messung einen wesentlich geringeren Arbeitsaufwand. Außerdem werden durch die Verringerung der Überlagerungsmöglichkeit von Stickys durch Stippen Fehlmessungen minimiert.

5.2 Vergleich der Sortieraggregate und Schlitzplatten

Für eine erfolgreiche Untersuchung der Sortieraggregate und Schlitzplatten war die optische Vermessung aller Schlitzplatten erforderlich. Nachfolgende **Tabelle 5.2-1** erläutert die Abkürzung für die verwendeten Schlitzplatten. Es kamen sowohl 100 µm als auch 150 µm Schlitzplatten in allen Sortieraggregaten (Haindl, Somerville und Pulmac MasterScreen) zum Einsatz.

Tabelle 5.2-1: Abkürzungen der Schlitzplatten

	Schlitzweite		Sortieraggregat			Firma
Kriterium	100 µm	150 µm	Haindl	Somerville	Pulmac MasterScreen	Platten-code
Abkürzung	1	5	H	S	P	A; B; C
Bsp.: 1HA	1		H			A

Aus den Werten der visuellen Vermessung der Schlitzweiten mit dem Profilprojektor berechnen sich der Mittelwert (MW), die Abweichung (Δx) vom wahren Mittelwert, die Standardabweichung (s) und der Variationskoeffizient (V). Weitere in **Tabelle 5.2-2** angegebene Werte sind die maximale Schlitzweite und die Anzahl der vermessenen Schlitzte. Teilweise unterscheidet sich die Anzahl der vermessenen Schlitzte bei gleichen Sortieraggregaten. Bei allen Schlitzplatten wurden zur Überprüfung auffälliger Stellen teilweise mehr Schlitzte untersucht. Auch eine stichprobenartige Überprüfung der Schlitzweite eines Schlitzes an unterschiedlichen Stellen fand statt, um den Werkzeugeinfluss an Anfang und Ende der Schlitzlänge zu überprüfen. Es konnte teilweise eine Veränderung der Schlitzweite über der gesamten Schlitzlänge festgestellt werden. Die Abweichungen waren allerdings sehr gering. Die Haindl-Schlitzplatten unterscheiden sich aufgrund unterschiedlicher Hersteller teilweise in ihren Schlitzabständen und somit auch in der Gesamtanzahl der Schlitzte auf der Platte. Die Vermessung erfolgte in 10 Reihen mit jeweils 5 cm Breite, die versetzt angeordnet waren, um möglichst jeden Werkzeugeinfluss bei der Vermessung zu berücksichtigen. Bei den Somerville-Schlitzplatten wurde eine der sechs vorhandenen Schlitzreihen und bei den Pulmac MasterScreen Platten wurde mindestens die Hälfte aller Schlitzte vermessen.

In den nachfolgenden Diagrammen ist die Rangfolge der Schlitzplatten aufsteigend nach maximaler Schlitzweite sortiert. Vergleichend ist in der **Abbildung 5.2-1** neben der maximalen Schlitzweite auch die mittlere Schlitzweite grafisch dargestellt. Es ist zu erkennen, dass die Streuung der mittleren Schlitzweite bei den 100 µm Platten von 90 bis 114 µm insgesamt geringer ist als bei den 150 µm Schlitzplatten, deren Spannweite des Mittelwerts von 110 bis

155 μm reicht. Im Vergleich dazu ist der Spannweitenbereich der maximalen Schlitzweitenunterschiede sowohl bei den 100 μm als auch den 150 μm Platten mit 45 μm bzw. 51 μm ähnlich groß. Auffällig ist auch, dass die Pulmac-Schlitzplatten offensichtlich aufgrund ihrer laserbedingten Fertigung für beide Soll-Schlitzweiten am genauesten die Maßvorgaben einhalten und bezüglich der Schlitzweite den niedrigsten Variationskoeffizienten aufweisen.

Tabelle 5.2-2: Messergebnisse der verwendeten Schlitzplatten

Schlitzplatte	MW Schlitzweite in μm	Max. Schlitzweite in μm	Δx in μm	s in μm	V in %	Anzahl n
1HA	90	136	1,3	13,2	14,7	284
1HB	107	147	1,4	12,8	12,0	226
1HC	99	127	1,0	8,9	9,0	230
1PA	96	109	1,0	5,0	5,2	72
1PB	92	102	1,0	4,5	4,9	54
1PC	101	109	1,0	4,4	4,4	54
1SA	91	104	0,9	6,3	6,9	125
1SB	93	144	1,3	11,8	12,6	229
1SC	114	133	0,9	9,0	7,9	283
5HA	150	176	0,9	8,8	5,9	269
5HB	134	173	2,1	14,9	11,1	144
5HC	110	178	2,4	24,2	22,1	283
5PA	145	156	1,2	5,2	3,6	52
5PB	153	167	1,4	6,0	3,9	54
5PC	143	154	1,0	4,3	3,0	54
5PD	142	150	0,9	3,8	2,7	54
5SA	155	201	2,1	13,8	8,9	125
5SB	143	162	1,1	7,2	5,1	125
5SC	155	191	1,5	10,4	6,7	125

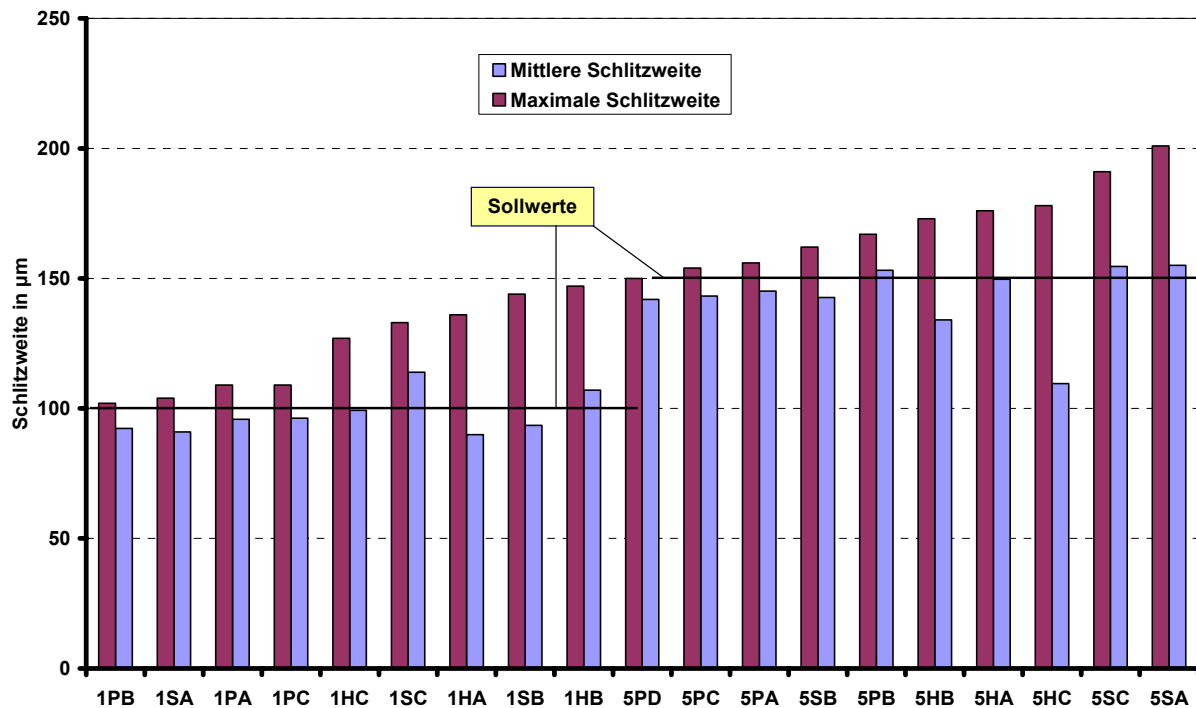


Abbildung 5.2-1: Mittlere und maximale Schlitzweite der eingesetzten Schlitzplatten

Die **Abbildungen 5.2-2 und 5.2-3** zeigen die Makro-Stickyergebnisse für grafisches Altpapier vom Dispergereinlauf und für braunen Altpapierstoff aus der Maschinenbütte, jeweils aufsteigend nach maximaler Schlitzweite sortiert. Es wird deutlich, dass in beiden Fällen mit zunehmender Schlitzweite die Fläche der mittels Sortierung abtrennbaren Stickys abnimmt. Die Korrelationsrechnungen zwischen Makro-Stickyfläche und Schlitzweite zeigen für beide Altpapierstoffe eine wesentlich engere Korrelation zur maximalen Schlitzweite als zur mittleren Schlitzweite, wie beispielhaft für den grafischen Altpapierstoff in **Abbildung 5.2-4** gezeigt ist. Hieraus wird ersichtlich, dass die maximale Schlitzweite die bestimmende Größe für die ermittelte Makro-Stickyfläche ist und ebenso für die Makro-Stickyanzahl wie die Korrelation zwischen den beiden Kenngrößen in **Abbildung 5.2-5** für grafischen Altpapierstoff dokumentiert. Aus dieser Abbildung wird auch deutlich, dass die Makro-Stickyergebnisse praktisch unabhängig vom eingesetzten Sortieraggregat sind. Dies wird auch in **Abbildung 5.2-6** deutlich, in der die Ergebnisse des braunen Altpapierfertigstoffs in Abhängigkeit von der maximalen Schlitzweite und den drei verwendeten Sortieraggregaten dargestellt sind.

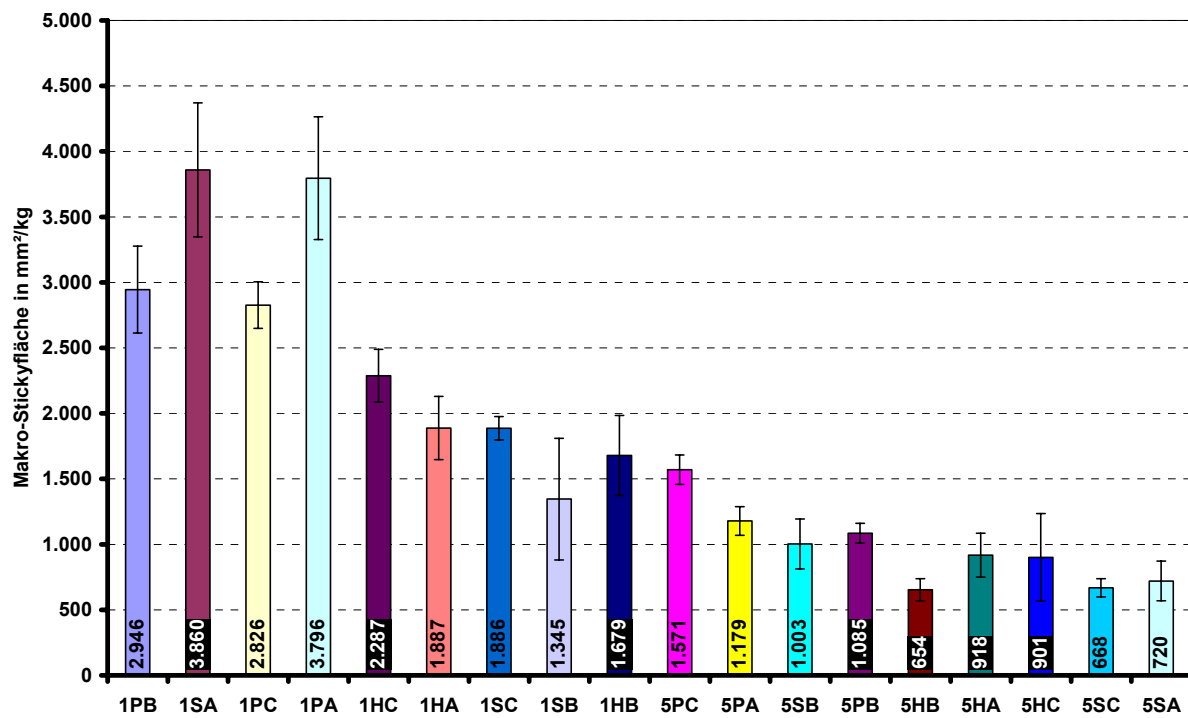


Abbildung 5.2-2: Makro-Stickyfläche von grafischem Altpapierstoff (aufsteigend sortiert nach maximaler Schlitzweite)

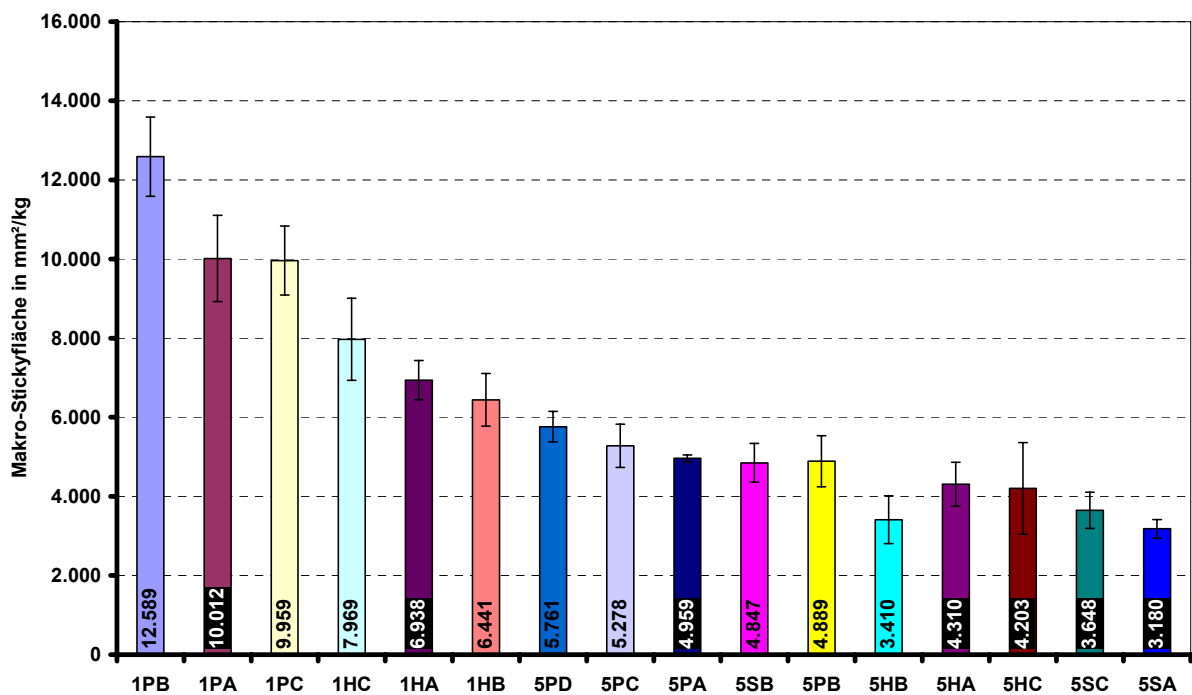


Abbildung 5.2-3: Makro-Stickyfläche von braunem Altpapierstoff (aufsteigend sortiert nach maximaler Schlitzweite)

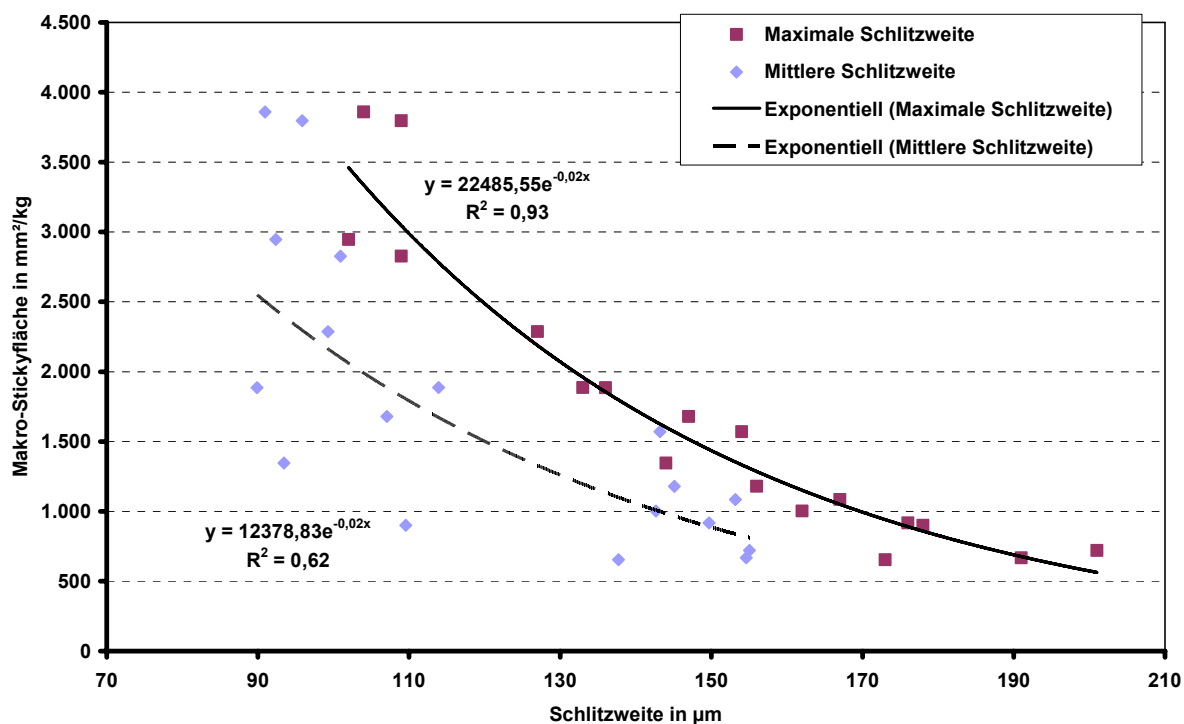


Abbildung 5.2-4: Korrelation zwischen Makro-Stickyfläche und mittlerer sowie maximaler Schlitzweite von grafischem Altpapierstoff (Dispergereinlauf)

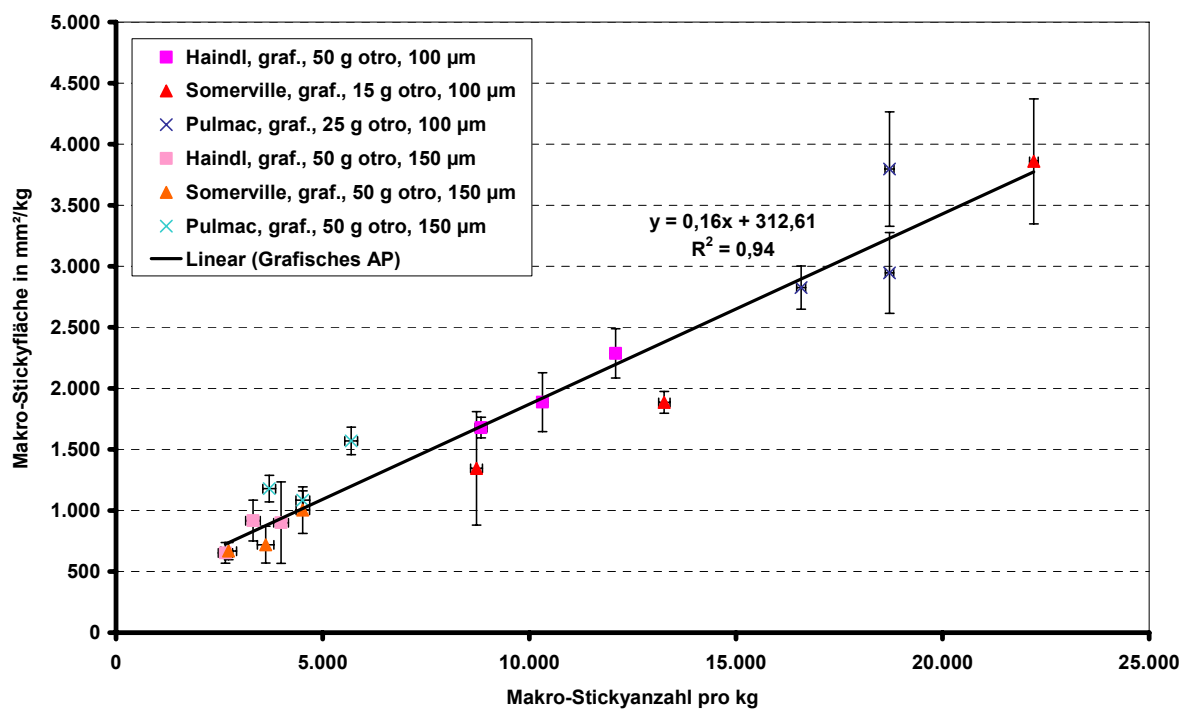


Abbildung 5.2-5: Korrelation zwischen Makro-Stickyfläche und Makro-Stickyanzahl von grafischem Altpapierstoff (Dispergereinlauf)

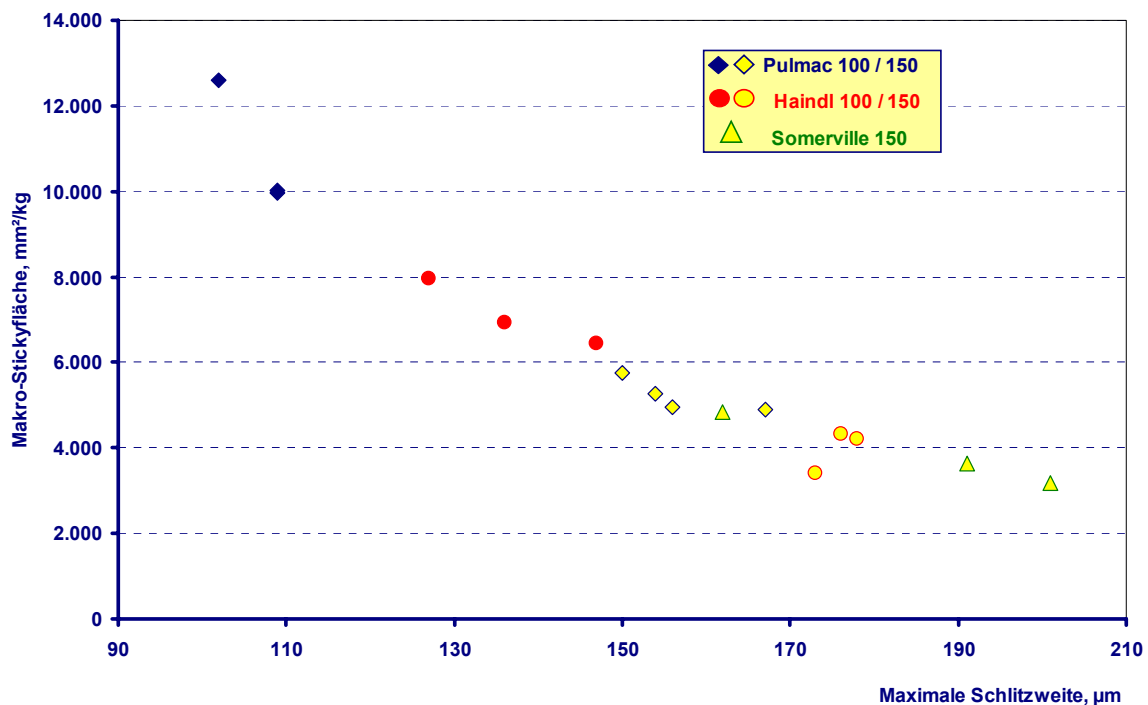


Abbildung 5.2-6: Zusammenhang zwischen Makro-Stickyfläche und maximaler Schlitzweite von braunem Altpapierfertigstoff (Maschinenbütte) für verschiedene Sortieraggregate

5.3 INGEDE- und TAPPI-Methode im Vergleich

5.3.1 Korrelation zwischen den Methoden

Im Rahmen der Diplomarbeit von LÖSCH wurden diverse grafische und braune Altpapierstoffe sowohl nach der INGEDE- als auch der TAPPI-Methode analysiert. In Nacharbeiten im Rahmen dieses Projektes wurden weitere Altpapierstoffe aus beiden Produktionsbereichen zur Erweiterung des Stickyspektrums gezogen und ebenfalls nach beiden Methoden auf untersucht. **Abbildung 5.3-1** macht deutlich über den Gesamtbereich von etwa 1.000 bis 250.000 mm² Makro-Stickys/kg eine sehr gute Korrelation zwischen INGEDE- und TAPPI-Methode besteht, die allerdings durch einen einzelnen Extremwert begünstigt ist. Der Zusammenhang besteht unabhängig von der Herkunft der Stoffproben (grafisch oder braun) und weist mit der INGEDE-Methode immer eine etwas größere Stickyfläche nach als mit der TAPPI-Methode. Eliminiert man den einzelnen Extremwert, so bleibt die Korrelation nahezu unverändert, wie **Abbildung 5.3-2** zeigt.

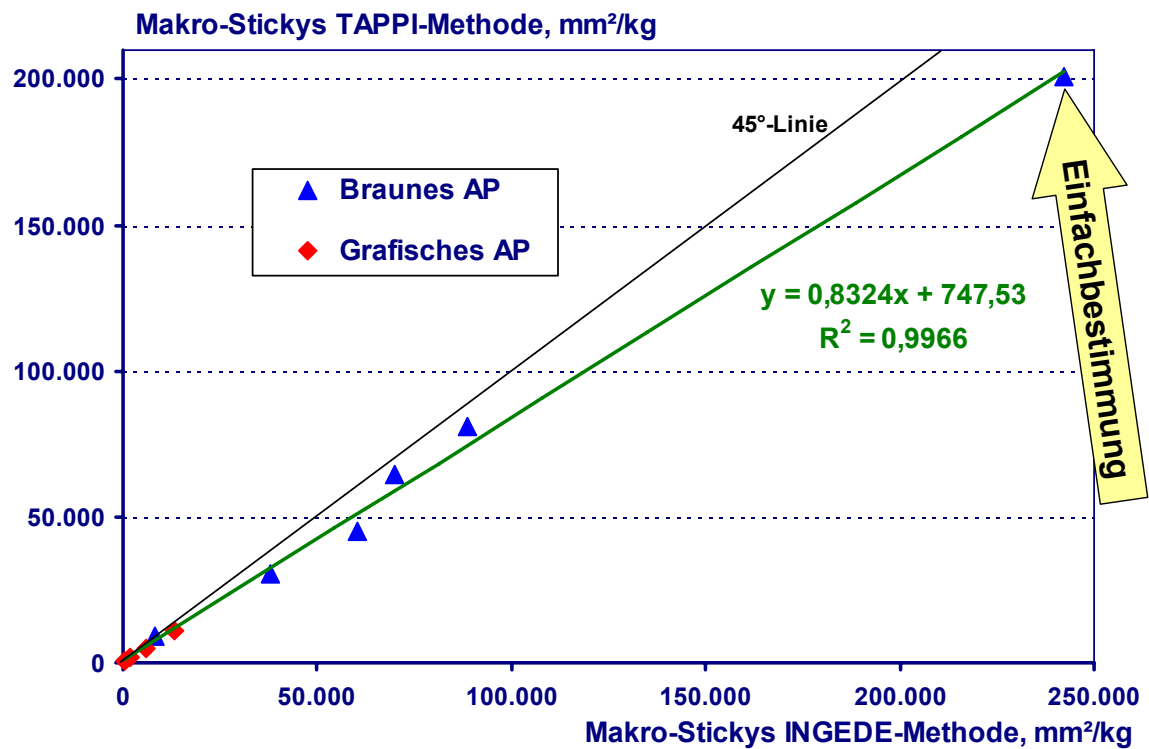


Abbildung 5.3-1: Korrelation der nach INGEDE- und TAPPI-Methode ermittelten Makro-Stickyflächen (alle Messwerte)

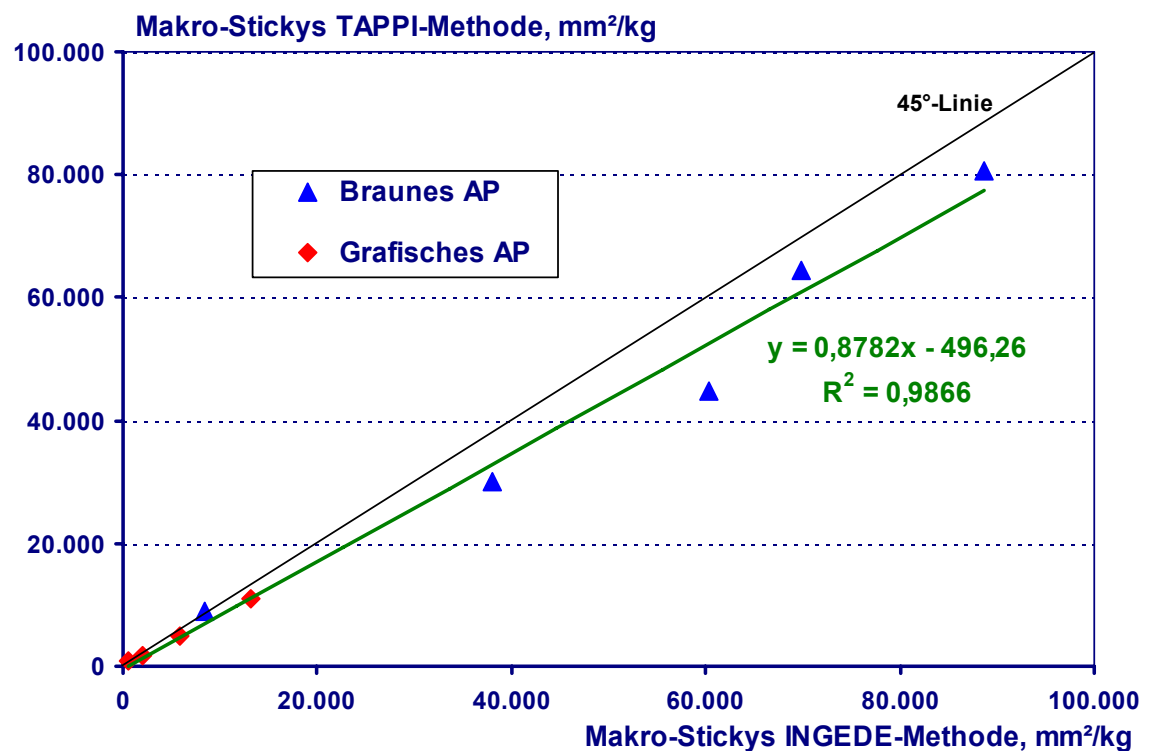


Abbildung 5.3-2: Korrelation der nach INGEDE- und TAPPI-Methode ermittelten Makro-Stickyflächen (ohne singulären Extremwert)

Analysiert man die Unterschiede zwischen den Makro-Stickyanalysen nach INGEDE- und TAPPI-Methode im Detail, dann wird augenfällig, dass die gemessenen Stickyflächen nach TAPPI (T-M) stets niedriger als nach INGEDE (I-M) ausfallen (**Abbildung 5.3-3**). Andererseits wird deutlich, dass eine nach TAPPI behandelte, d. h. gewaschene Probe, die mit dem Korundpulver aus der INGEDE-Methode visualisiert wurde (R-T I-M), üblicherweise Ergebnisse liefert, die über den TAPPI-Werten und in der Größenordnung der INGEDE-Messungen liegt. Daraus ist der Schluss zu ziehen, dass durch den Waschvorgang in der TAPPI-Methode nicht besonders viele Stickys abgewaschen werden. Dies wird auch durch das nach der INGEDE-Methode visualisierte aufgefangene Waschwasser deutlich (W-T I-M), das keine großen Stickyflächen aufweist. Die in der Abbildung dargestellten Probematerialien und Untersuchungsvarianten sind in **Tabelle 5.3-1** aufgeschlüsselt.

Tabelle 5.3-1: Probematerialien und Abkürzungen der Methodenvarianten

Probematerialien

G1 = Grafischer AP-Stoff: Auslauf vor Lochsortierung

G2 = Grafischer AP-Stoff: Auslauf Pulper

V1 = Verpackungs-AP-Stoff: Pulperableerbütte

V2 = Verpackungs-AP-Stoff: Langfaser Multifraktor

V3 = Verpackungs-AP-Stoff: Zwischenbütte vor Schlitzsortierung

V4 = Verpackungs-AP-Stoff: Einlauf 2. Stufe Langfaser

Abkürzungen

T-M = TAPPI-Methode

I-M = INGEDE-Methode

R-T = Rückstand TAPPI-Methode

R-T I-M = Rückstand nach Trocknung (ohne Markierpapier) und Wäsche gemäß TAPPI-Methode, Probe nach INGEDE-Methode mit Korundpulver visualisiert

W-T = Waschwasser TAPPI-Methode

W-T I-M = Waschwasser nach Trocknung (ohne Markierpapier) und Wäsche gemäß TAPPI-Methode, Probe nach INGEDE-Methode mit Korundpulver visualisiert

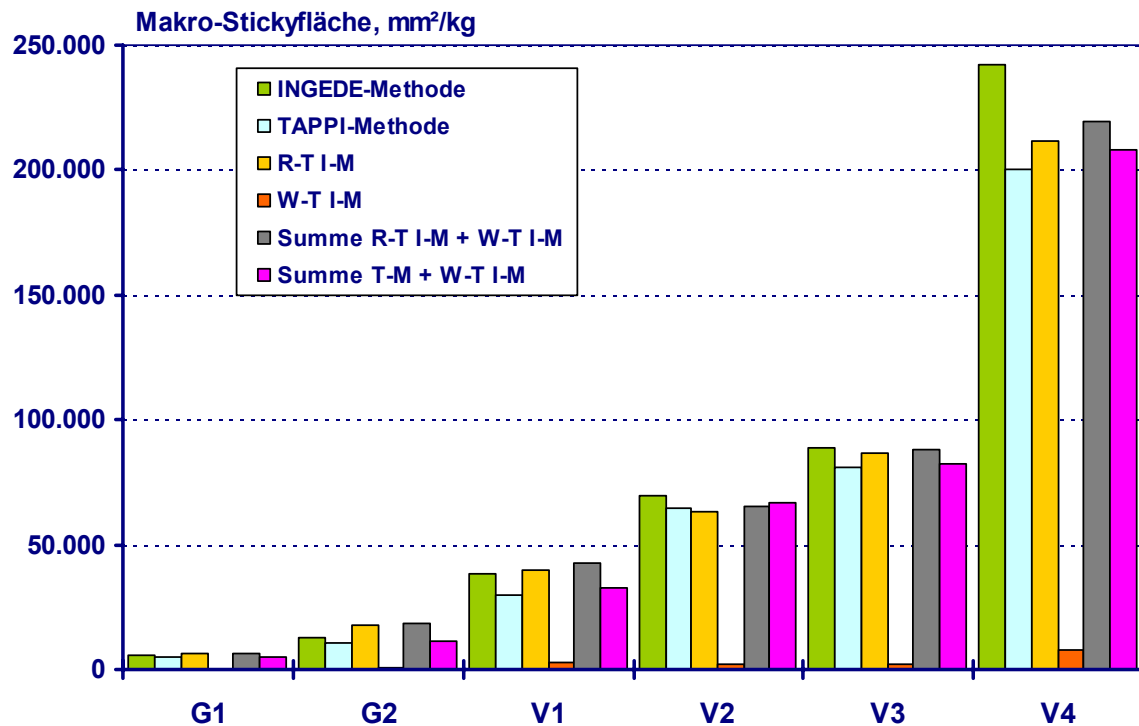


Abbildung 5.3-3: Ergebnis der Makro-Stickyflächenbewertung nach INGEDE- und TAPPI-Methode für verschiedene Altpapierstoffe und Methodenvarianten

Betrachtet man sich die Unterschiede zwischen INGEDE- und TAPPI-Methode in Abhängigkeit vom Stickypartikelgrößenspektrum, dann wird deutlich, dass die eklatanten Unterschiede im Bereich der großen Stickypartikelabmessungen auftreten. Als Beispiele sind einerseits Verpackungsaltpapierstoff nach der Pulperableerbütte (V1) und grafischer Altpapierstoff vom Zulauf der Lochsortierung (G1) in den **Abbildungen 5.3-4 und 5.3-5** wiedergegeben. Ab etwa 1.500 µm flächengleichem Kreisdurchmesser liegen die Makro-Stickymessergebnisse nach der INGEDE-Methode stets über denen der TAPPI-Methode, während das Waschwasser aus der TAPPI-Methode kaum Makro-Stickys aufweist.

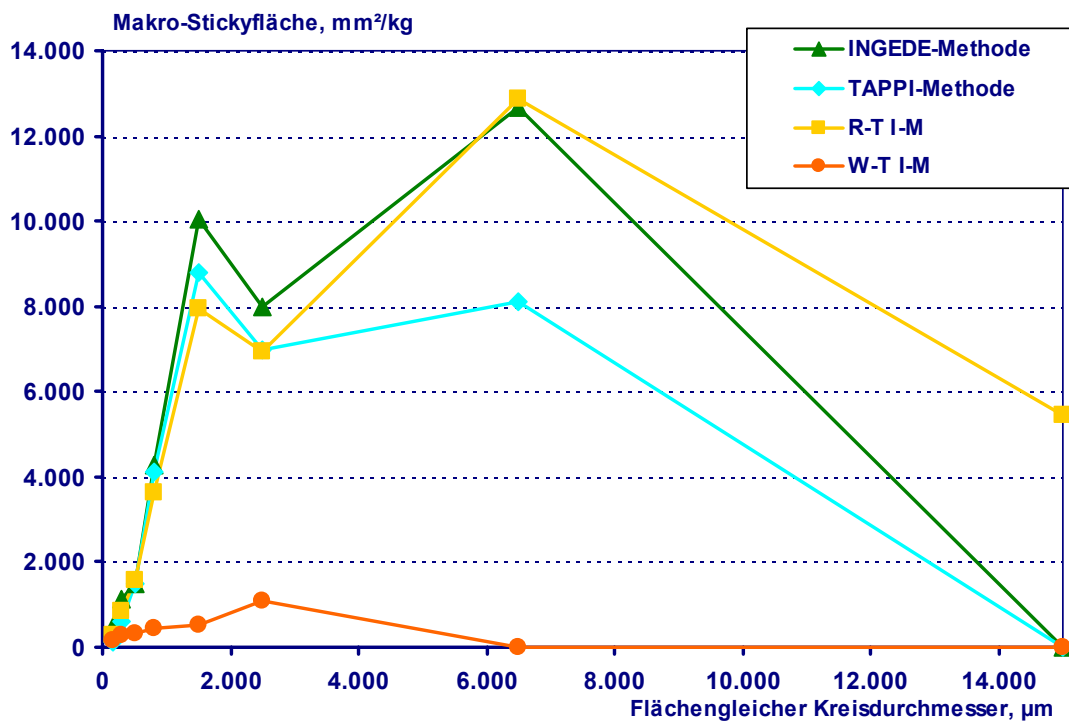


Abbildung 5.3-4: Ergebnis der Makro-Stickyflächenbewertung nach INGEDE- und TAPPI-Methode für Verpackungsaltpapierstoffe aus Pulperableerbütte und Methodenvarianten

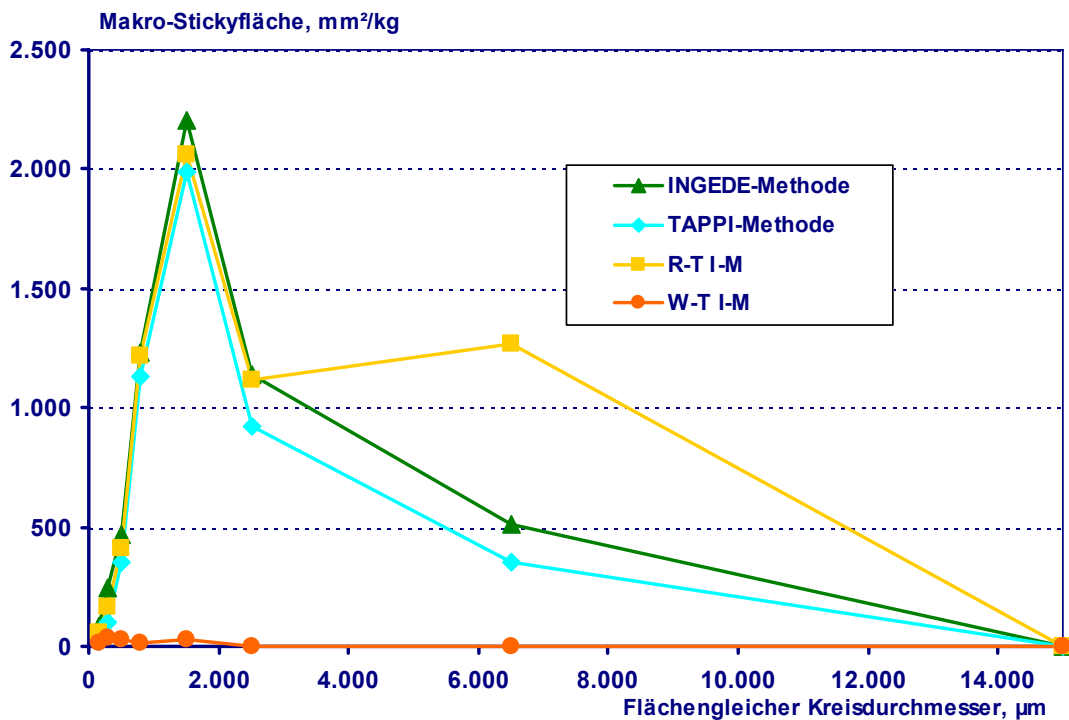


Abbildung 5.3-5: Ergebnis der Makro-Stickyflächenbewertung nach INGEDE- und TAPPI-Methode für grafischen Altpapierstoff (Einlauf Lochsortierung) und Methodenvarianten

5.3.2 Auffälligkeiten bei der Methoden Anwendung

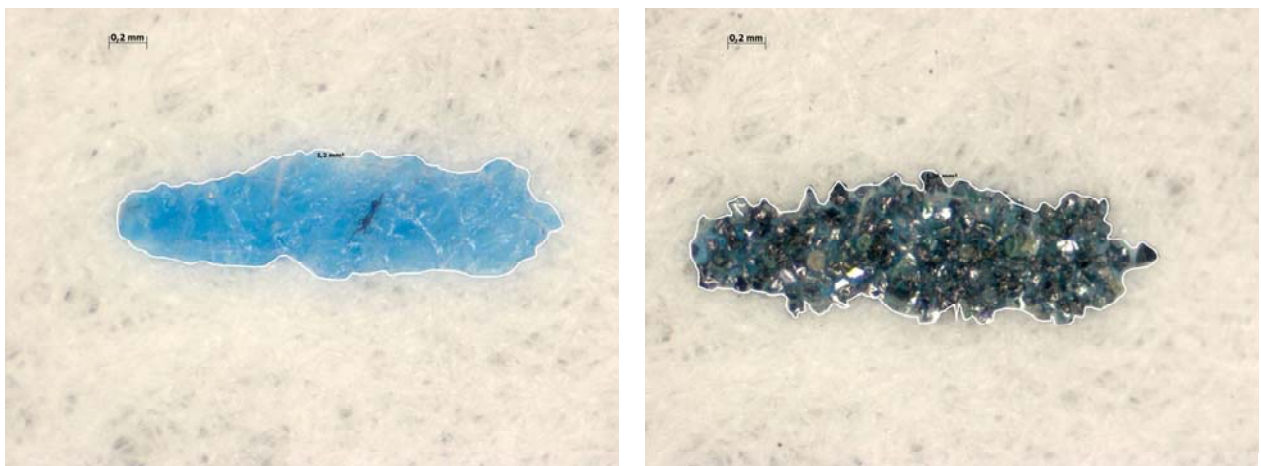
Im Rahmen der Projektarbeiten wurde versucht aufzuzeigen, welche Bearbeitungsschritte bei der Makro-Stickybewertung nach INGEDE- bzw. TAPPI-Methode besonderen Einfluss auf das Messergebnis haben. Bei der INGEDE-Methode ist besonders wichtig, dass einerseits ein reichhaltiges Überangebot an Korundpulver auf die Probe aufgetragen wird. Andererseits ist die Probe nach dem Verschmelzen des Korundpulvers auf den Stickys (Trocknungsvorgang) von überschüssigem Korundpulver vorsichtig zu befreien. Auf keinen Fall darf die Probe dabei mit einer Bürste oder einem Borstenpinsel, flach liegend auf einem Labortisch, behandelt werden. Es hat sich für diesen Vorgang als zweckmäßig erwiesen die Probe mit einer Hand senkrecht zu halten wodurch bereits ein großer Teil des Korundpulvers abfällt. Danach kann durch „Ansnippen“ der immer noch senkrecht gehaltenen Probenrückseite ein weiterer Teil des Korundpulvers entfernt werden, bevor mit einem großen Kosmetikpinsel (Haarlänge und Pinseldurchmesser jeweils ca. 4 cm) mit leichten Streichbewegungen (**Abbildung 5.3-6**) das restliche nicht haftende Korundpulver abgepinselt wird.



Abbildung 5.3-6: Abpinseln von Korundpulver nach der INGEDE-Methode

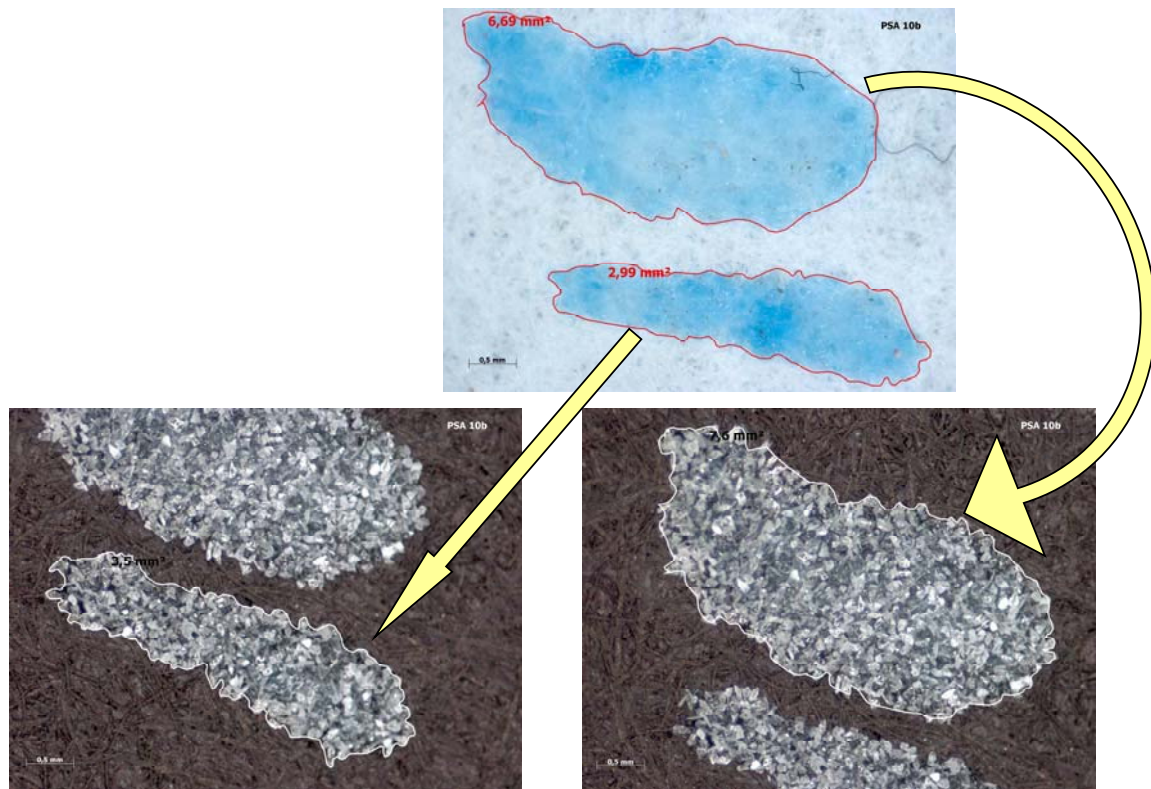
Aufgrund des Größenpartikelspektrums des Korundpulvers mit einem mittleren Partikeldurchmesser von ca. 75 μm (gemessen mit Coulter Counter LS 200) wird der INGEDE-

Methode häufig eine Überbewertung der Stickyflächen nachgesagt. Durch Einfärben von Modellstickys mit einem blauen Farbstoff (s. Kapitel 5.5) und bildanalytischer Vermessung wurde die „Ausgangsgröße“ von Stickys bestimmt. Durch nachträgliches Visualisieren der gleichen Stickys mit schwarzem Siliziumkarbid bzw. schwarzer Einfärbung des gesamten Präparats mit schwarzer Tinte und Korundpulverapplikation sowie einer zweiten bildanalytischen Vermessung wurden die über eine Partikelbelegung detektierten Stickyflächen ermittelt. Die **Abbildungen 5.3-7 und 5.3-8** zeigen zwei Beispiele der mit Siliziumkarbid bzw. Korundpulver ermittelten Stickyflächen im Vergleich zur „Ausgangsgröße“. Es wird deutlich, dass die durch das Korundpulver hervorgerufene „Stickypartikelvergrößerung“ im Bereich von 13 % bis 17 % liegt.



**Sticky blau vermessen und nachträglich mit schwarzem Siliziumkarbid markiert
- Überstand ($1,36 \text{ mm}^2/1,20 \text{ mm}^2$) ca. +13,3 % -**

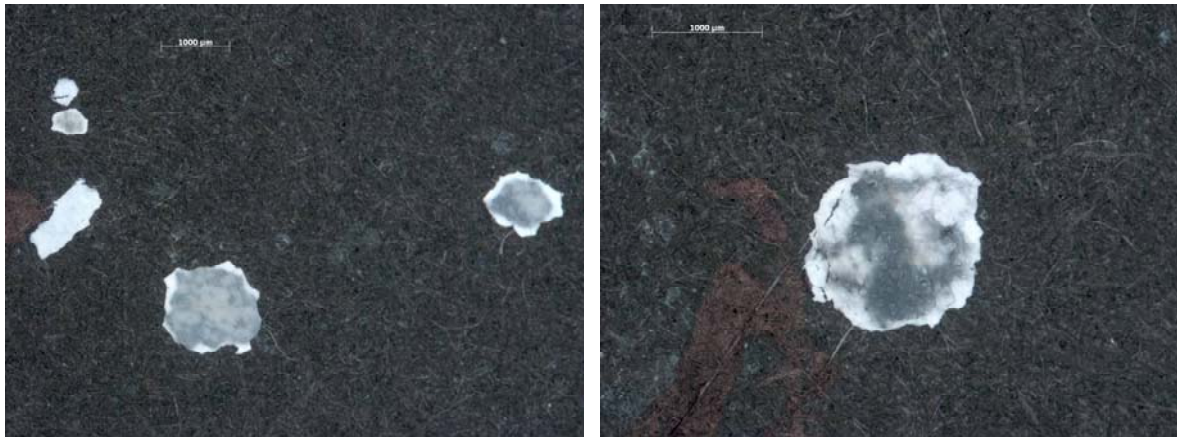
Abbildung 5.3-7: Stickyvergleichsmessungen mit Siliziumkarbid



Sticky blau vermessen und nachträglich mit Korund markiert
 - Überstand großes Partikel ($7,60 \text{ mm}^2/6,69 \text{ mm}^2$) ca. +13,6 % -
 - Überstand kleines Partikel ($3,50 \text{ mm}^2/2,99 \text{ mm}^2$) ca. +17,1 % -

Abbildung 5.3-8: Stickyvergleichsmessungen mit Korundpulver

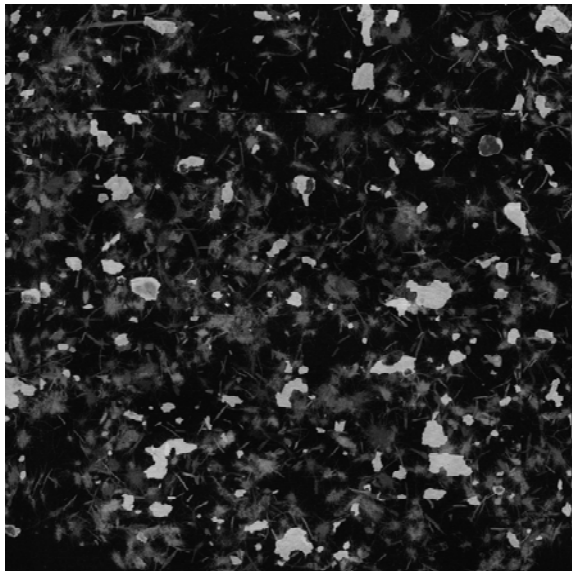
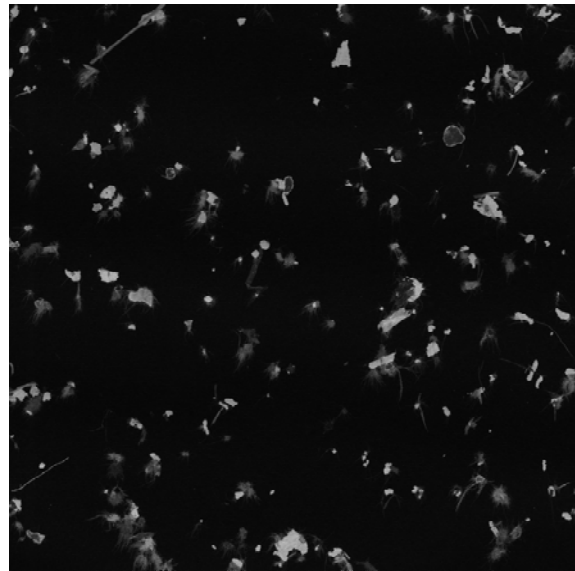
Bei Stickymessungen nach der TAPPI-Methode werden ebenfalls weiß markierte Stickypartikel vor schwarzem Hintergrund vermessen. Allerdings wird hierbei direkt ein schwarzes Papierfilter eingesetzt und die klebrigen Stickypartikel mit einem sog. Markierpapier, dessen Strich eine schwache z-Haftung aufweist, detektiert. Betrachtet man markierte Stickys unter dem Mikroskop, so fällt häufig eine unregelmäßige Helligkeit der Partikel auf, die ebenfalls auf einen Überstand des Markierstriches über die Stickyumrandung hinweisen könnte (**Abbildung 5.3-9**). Ein tatsächlicher Überstand durch das Markierpapier konnte allerdings messtechnisch nicht nachgewiesen werden.



**TAPPI-Präparat mit unterschiedlich heller
Abdeckung von markierten Flächen
- Überstand Markierpapier? -**

Abbildung 5.3-9: Markierte Stickypartikel gemäß TAPPI-Methode

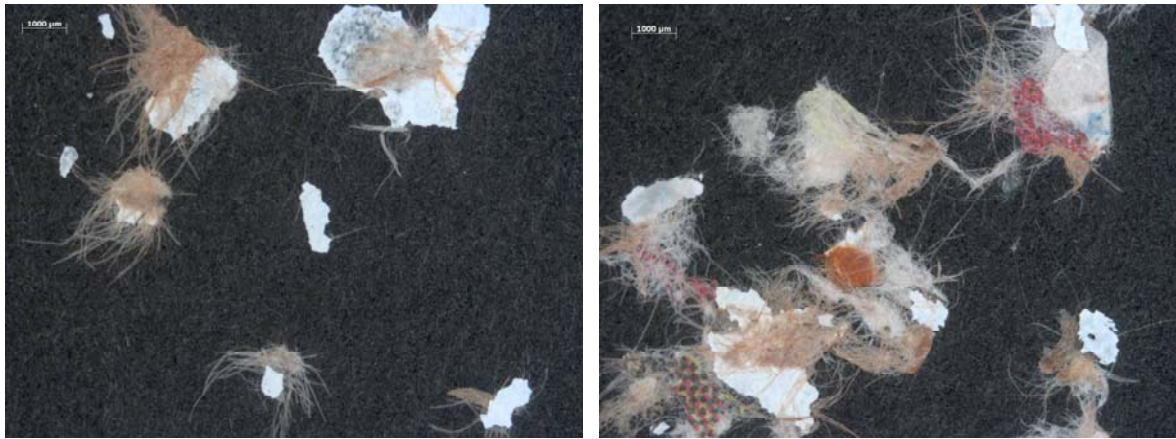
Eine Wäsche des Präparates ist aber nicht nur zur Minimierung eines möglichen Überstandes des Markierstriches erforderlich, sondern vielmehr auch zur Verbesserung des Bildhintergrundes, der durch Faserbruchstücke, Stippen, Farb- bzw. Lacksplitter oder Verunreinigungen einen Kontrast zum Bildhintergrund liefern kann und so das bildanalytische Messergebnis verfälschen würde. **Abbildung 5.3-10** zeigt eine stark belastete braune Altpapierstoffprobe vor und nach der Waschbehandlung nach TAPPI. Es wird einerseits deutlich, dass etliche nicht oder nicht ausreichend klebende Teilchen bei dem Waschvorgang vom Filterpapier heruntergespült werden. Andererseits werden als Stickys detektierte Partikel durch die Wäsche in ihrer Flächenausdehnung deutlich kleiner. Da allerdings im Waschwasser wenig klebende Stickypartikel gefunden wurden, liegt die Vermutung nahe, dass die abgespülten Teilchen überwiegend nicht klebend sind.

**Vor der Wäsche****Nach der Wäsche**

Die Wäsche ist nicht nur wegen des Überstandes notwendig, sondern auch Verbesserung des Hintergrundes

Abbildung 5.3-10: Stickypartikel von braunem Altpapierstoff gemäß TAPPI-Methode vor und nach der Wäsche

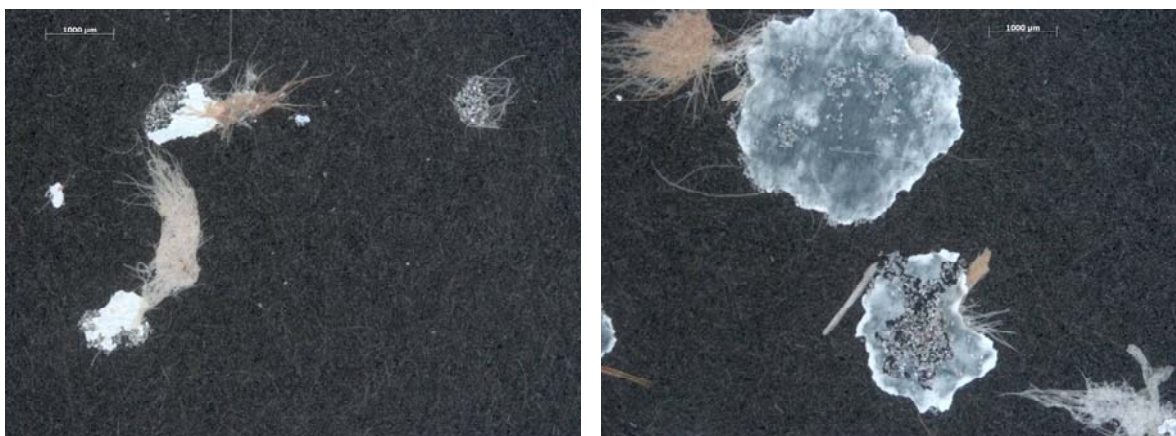
Trotz der hintergrundsverbessernden Wirkung des Waschvorganges ist insbesondere bei stark stickybelasteten Proben eine zeitaufwändige Vorbereitung der Proben für die bildanalytische Messung notwendig. **Abbildung 5.3-11** zeigt eine Altpapierstoffprobe mit Faserstippen, Stickyteilchen und Druckfarbenpartikeln. In diesem Bildausschnitt müssten braune Fasern vor dem schwarzen Filterpapier mit einem Eddingstift schwarz eingefärbt werden, so dass sie keinen Kontrast zum Bildhintergrund liefern. Braune Fasern vor einem weißen Stickyteilchen müssten dagegen weiß gemacht werden, damit sie bei der bildanalytischen Bewertung zu keiner Stickyflächenreduktion beitragen. Und dies alles muss so geschehen, dass die bereits mit Markierpapier weiß detektierten Stickyflächen nicht verändert werden (kein Ausfließen der Filzschreiberfarbe).



- Braune Faserstippen erfordern erhebliche Nacharbeit bei der Probenpräparation nach der TAPPI-Methode -

Abbildung 5.3-11: Nachzubearbeitende Stickypartikel von braunem Altpapierstoff gemäß TAPPI-Methode nach Wäsche

Für die Bilder in **Abbildung 5.3-12** wurden TAPPI-Präparate nach Visualisierung mit Markierpapier nachträglich mit Korundpulver bestreut und getrocknet. Es ist deutlich zu erkennen, dass in beiden Abbildungen mehrere klebende Stickystellen nicht von Markierpapier bedeckt waren, dort aber Korundpulver haften blieb. Dies bedeutet, dass nach der TAPPI-Methode visualisierte Stickys Fehlstellen aufweisen. Da diese klebenden Stellen nach TAPPI nicht detektiert werden, muss die Gesamt-Stickyfläche niedriger ausfallen als bei einer Vermessung nach der INGEDE-Methode.



**TAPPI-Präparat nachträglich korundiert
- Ohne Korund werden klebende Stellen nicht erkannt -**

Abbildung 5.3-12: Brauner Altpapierstoff nach TAPPI-Methode visualisiert und nachträglich mit Korundpulver behandelt

Aus den dargelegten Gründen erweist sich die TAPPI-Methode für stark stickybelastete Proben als nicht brauchbar, da der manuelle Arbeitsaufwand für die Probenvorbereitung zur bildanalytischen Messung überproportional steigt. Für den Nachweis der Effektivität der Makro-Stickyabtrennung über eine komplette Altpapieraufbereitungsanlage ist allerdings auch die Bewertung der Stickybelastung des Ausgangsstoffes erforderlich, so dass für derartige Bestandsauf- oder Garantieabnahmen mindestens eine derartige Probe zu bewerten ist. Hier ist die INGEDE-Methode eindeutig im Vorteil, da der vorbereitende Aufwand für stark stickybelastete geringer, dennoch aber nicht zu unterschätzen ist. Als Beispiel sei der Arbeitsaufwand für die am stärksten mit Stickys beladene Probe V4 (brauner Altpapierstoff, Einlauf 2. Stufe Langfasersortierung, Makro-Stickyfläche größer 200.000 mm²/m² nach beiden Methoden) genannt, der für die manuelle Vorbereitung zur bildanalytischen Messung nach TAPPI ca. 4 Stunden und nach INGEDE ca. 1 ¼ Stunde betrug. Bei einer Dreifachbestimmung kommen so Arbeitszeiten von 1,5 Tagen (nach TAPPI) bzw. 0,5 Tagen (nach INGEDE) nur für die manuelle Probenvorbereitung zustande.

Allerdings könnte eine Kombination aus Wäsche und INGEDE-Methode den Zeitaufwand zur Probenvorbereitung bei stark verschmutzten Proben oder bei der Bewertung von Rejekten deutlich verringern. Im Vergleich zur INGEDE-Methode würde der Waschschrift aus der TAPPI-Methode und ein zusätzlicher Trocknungsschritt in das Verfahrensprozedere integriert, das sich dann folgendermaßen darstellen würde:

- Sortierung mit Schlitzplatte,
- Überführung des Sortierrückstandes auf Filterpapier,
- Trocknung Rapid-Köthen (RK),
- Wäsche nach TAPPI,
- Trocknung RK,
- Einfärbung mit schwarzer Tinte,
- Trocknung RK,
- Visualisierung mit Korundpulver,
- Trocknung RK,
- Entfernung des Korundüberschusses,
- Manuelle Vorbereitung des Präparates zur bildanalytischen Vermessung,
- Bildanalytische Bestimmung der Makro-Stickys.

Diese Aufbereitungskombination wurde allerdings im Rahmen dieses Projektes weder empirisch untersucht noch vergleichend zur INGEDE-Methode bewertet.

5.4 Schlitzplattengüte

5.4.1 Verwendete Schlitzplatten

Die im Rahmen dieses Projektes von verschiedenen Teilnehmern für die drei Sortieraggregate zur Verfügung gestellten Schlitzplatten waren von sehr unterschiedlicher Qualität, was die Güte (= Maßhaltigkeit) der Sortierschlitze angeht. Die Toleranzvorgaben, die sich die Hersteller der Sortiergeräte selbst gegeben haben und die in den entsprechenden Normen festgelegt sind, sind in **Tabelle 5.4-1** zusammengefasst. Dabei fällt auf, dass die Toleranzvorgaben für die drei Prüfgeräte einerseits nicht einheitlich sind und andererseits für den in Deutschland am häufigsten verwendeten Haindl-Sortierer gar keine Vorgabe für eine 100 µm Schlitzplatte existiert.

Tabelle 5.4-1: Toleranzvorgaben für die Schlitzweiten von Labor-Sortieraggregaten

Toleranzangaben	Haindl	Somerville	Pulmac MasterScreen
Mittelwert	150 µm ± 10 µm	Soll (+5 / -10) µm	Soll ± 5 µm
Max. Schlitzweite	200 µm		Soll + 15 µm
Standardabweichung	± 10 µm		
	Max. 5 % > 185 µm		
Angaben aus Norm	ZM V/1.4/86	T 275 sp-02	T 274 sp-97

Die Qualität jeder einzelnen im Rahmen dieses Projektes eingesetzten und mit dem Profil-Projektor vermessenen Schlitzplatte ist in **Tabelle 5.4-2** nach Soll-Schlitzweite (100 bzw. 150 µm) und Sortiergerät (Haindl, Pulmac, Somerville) zusammengestellt. Farblich hinterlegt sind je Sortieraggregat jeweils der beste Schlitzweitenmittelwert, die niedrigste maximale Schlitzweite, die geringste Differenz zwischen maximaler und durchschnittlicher Schlitzweite und der niedrigste Variationskoeffizient. Es wird deutlich, dass die Pulmac-Schlitzplatten, deren Schlitze mit einem Laser geschnitten werden, am genauesten gefertigt sind, was an die niedrigsten Variationskoeffizienten von 2,7 – 3,9 % für die 150 µm und 4,4 – 5,2 % für die 100 µm Schlitzplatten zu erkennen ist. Trotzdem werden auch bei diesen Platten nicht alle Gütevorgaben aus der Norm erfüllt. So erfüllen drei der 7 Schlitzplatten wegen zu großer Abweichung des Soll-Mittelwertes (± 5 µm) und eine Platte wegen zu großer maximaler Schlitzweite (Sollwert +15 µm) die Qualitätsanforderungen nicht. Bei den Schlitzplatten des Somerville-Gerätes gibt es nur die Anforderungen bezüglich der Mittelwertsabweichung von +5 µm und -10 µm vom Sollwert. Dies wird von allen 150 µm Schlitzplatten erfüllt und von zwei Drittel der 100 µm Platten. Allerdings sind die maximalen Schlitzweiten teilweise erheblich größer, woraus insgesamt höhere Variationskoeffizienten von 5,1 – 8,9 % für die 150 µm und 6,9 – 12,6 % für die 100 µm Schlitzplatten resultieren. Während die Pulmac-

Platten nur von der Fa. Pulmac geliefert werden, gab es für Schlitzplatten des Haindl-Gerätes in der Vergangenheit mehrere Lieferanten. Dies mag auch ein Grund für die sehr unterschiedliche Qualität der Schlitzplattengüte sein. Zwar sind die Qualitätsanforderungen der 150 µm Platte sehr umfänglich beschrieben (für 100 µm gibt es keine Anforderungen), dennoch hält nur eine von drei Platten die Anforderungen ein. Die Variationskoeffizienten der Haindl-Schlitzplatten sind mit 5,9 – 22,1 % für die 150 µm und 4,0 – 14,7 % für die 100 µm Schlitzplatten sowohl im Mittel als auch bezüglich der Spannweite insgesamt am größten.

Tabelle 5.4-2: Ergebnisse der optischen Vermessung aller eingesetzten Schlitzplatten

	Schlitzplatte	MW µm	Max. Schlitz- weite, µm	Differenz µm	Anzahl n	V %	S µm	
150 µm →	PMV 5HA	150	176	16	269	5,9	8,8	Haindl
	PTSH 5HB	138	173	35	144	9,2	12,7	
	StoraE 5HC	110	178	68	283	22,1	24,2	
	PMV 5PB	153	167	14	54	3,9	6,0	Pulmac
	PTSH 5PC	143	154	11	54	3,0	4,3	
	UPMA 5PD	142	150	8	54	2,7	3,8	
	UPMS 5PA	145	156	11	52	3,6	5,2	Somerville
	UPMA 5SC	155	191	36	125	6,7	10,4	
	UPMS 5SB	143	162	19	125	5,1	7,2	
	Voith 5SA	155	201	46	125	8,9	13,8	
100 µm ←	PMV 1HA	90	136	46	284	14,7	13,2	Haindl
	PTS 1HC	110	127	17	230	4,0	4,4	
	Voith 1HB	107	147	40	226	12,0	12,8	
	PTSH 1PC	101	109	8	54	4,4	4,4	Pulmac
	PMV 1PA	96	109	13	72	5,2	5,0	
	UPMA 1PB	92	102	10	54	4,9	4,5	
	UPMA 1SC	114	133	19	283	7,9	7,9	Somerville
	UPMS 1SA	91	104	13	125	6,9	6,3	
	Voith 1SB	93	144	51	229	12,6	11,8	

Da die bisherigen Ergebnisse gezeigt haben, dass der maximalen Schlitzweite die größte Bedeutung bezüglich des Stickyergebnisses zukommt, ist es daher dringend erforderlich die Qualitätsanforderungen an Sortier-Schlitzplatten besser zu beschreiben. Neben der mit einer Toleranz versehenen Sollwertvorgabe des Mittelwerts muss zumindest die dazu gehörende maximal noch zulässige Schlitzweite festgelegt werden.

5.4.2 Vorschlag zur Qualitätsanforderung von Schlitzplatten

In Gesprächen mit den Projektbegleitern wurden Vorgaben für die Schlitzplattengüte diskutiert und schließlich die in **Tabelle 5.4-3** Toleranzen festgelegt. Sie sind allgemein gehalten und sollten sowohl für 100 µm als auch für 150 µm Schlitzweite Gültigkeit haben. Außerdem ist herauszustellen, dass die Forderung nach der Vermessung aller Schlitze gestellt wird. Lässt man diese Forderung zunächst unberücksichtigt (da bei den wenigsten Platten alle

Schlitze vermessen wurden) und vergleicht trotzdem die neuen Toleranzvorgaben mit den Ergebnissen aus Tabelle 5.4-2, dann wird deutlich, dass von den:

- 7 Pulmac-Platten alle die Kriterien einhalten (100 % der Platten sind OK),
- 6 Somerville-Platten nur 2 die Kriterien einhalten (33 % der Platten sind OK),
- Keine der Haindl-Platten die Kriterien erfüllt (0 % der Platten sind OK).

Tabelle 5.4-3: Toleranzvorschlag zur Güte von Schlitzplatten

Vorschlag	Toleranz für Schlitzweite
Mittelwert	Sollwert $\pm 10 \%$
Max. Schlitzweite	Sollwert $+ 12 \%$
Standardabweichung	$\pm 7 \%$ vom Sollwert
Notwendige Angabe	Max. Schlitzweite
Notwendige Forderung	Alle Schlitze sind zu vermessen

Es besteht also insbesondere bei den Haindl-Schlitzplatten dringend Bedarf, die Schlitzplatten mit gesteigerter Präzision zu fertigen. Nur wenn die mittlere und die maximale Schlitzweite besser eingehalten werden ist damit zu rechnen, dass Stickymessergebnisse vergleichbarer werden.

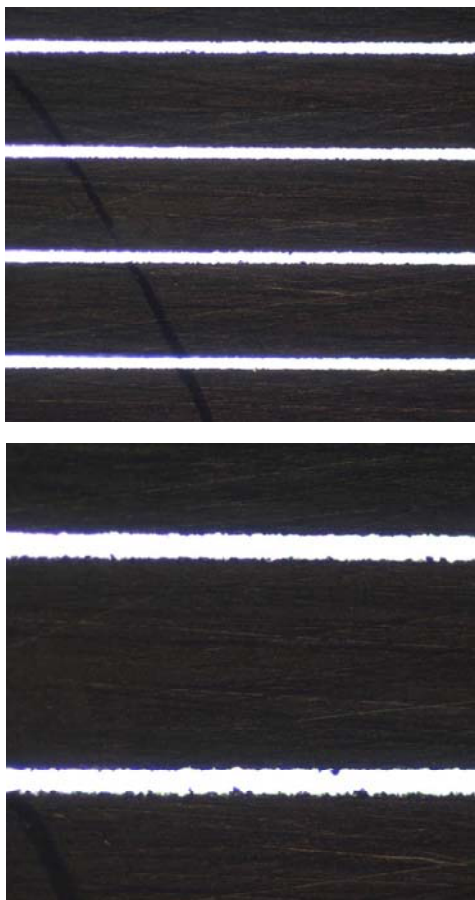
5.4.3 Erfahrung mit Laser geschnittenen Schlitzplatten für den Haindl-Sortierer

Die Vermessung der Pulmac-Schlitzplatten hat gezeigt, dass diese im Vergleich zu allen anderen Schlitzplatten sehr genau gefertigt worden sind. Die Schlitzöffnungen sind nicht wie die anderen Platten gefräst, sondern mittels Laserstrahl geschnitten. Es lag also nahe zu versuchen eine mittels Laser geschnittene Schlitzplatte aufzutreiben. Die Firma LGS hat in einem ersten Anlauf freundlicherweise eine Schlitzplatte zur Verfügung gestellt, die eine mittlere Schlitzweite von $96 \mu\text{m}$, eine maximale Schlitzweite von $116 \mu\text{m}$ und eine Standardabweichung von $\pm 4,5 \mu\text{m}$ aufwies. Leider erwies sich diese erste getestete Platte als unbrauchbar, da bereits Versuchssortierungen mit 50 g otro grafischem Altpapierstoff zu einem Sortierrückstand von 6,7 Masse-% führten (**Abbildung 5.4-1**) im Vergleich zum Rückstand aus dem gleichen Altpapierstoff der mit der gefrästen PMV-Schlitzplatte sortiert wurde und nur 0,05 Masse-% betrug. In diesem stark faserhaltigen Rückstand ist keine Stickyvisualisierung möglich. Als Grund für den großen Sortierrückstand werden die rauen Innenkanten der mit Laser geschnittenen Schlitzplatte angesehen. **Abbildung 5.4-2** zeigt, dass diese im Vergleich zur gefrästen Schlitzplatte deutlich rauer sind und dadurch der Faserstoff nicht ungehindert die Schlitzöffnungen passieren kann.



Abbildung 5.4-1: Sortierrückstand von 50 g otro grafischem Altpapierstoff unter Verwendung einer 100 µm Laser geschnittenen Schlitzplatte

Laserplatte LGS
Raue Innenflächen



Gefräste Platte
Glatte Innenflächen

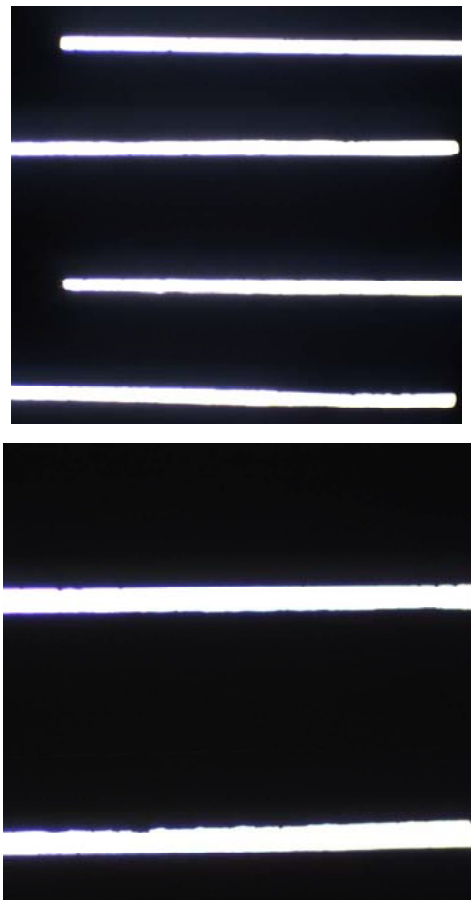


Abbildung 5.4-2: Vergleich von Mikroskopaufnahmen von gefrästen und gelaserten Schlitzten für den Haindl-Sortierer

Der Fa. LGS wurden diese Informationen mitgeteilt und es wurde dem PMV zugesagt die Laser geschnittene Platte nachzubearbeiten. Trotz mehrmaliger Nachfrage wurde allerdings keine weitere Platte mehr zur Verfügung gestellt, weshalb sich das PMV selbst um einen kompetenten Partner für Laserschneidetechnik bemüht hat. Mit diesem Partner ist es im vierten Anlauf gelungen eine Platte herzustellen, die folgende messtechnischen Daten aufweist und in **Abbildung 5.4-3** zu sehen ist:

- Mittlere Schlitzweite: 98 μm
- Maximale Schlitzweite: 110 μm
- Standardabweichung: $\pm 4,5 \mu\text{m}$
- Variationskoeffizient: 4,6 %
- Vermessene Schlitze: 688 Stück (alle).

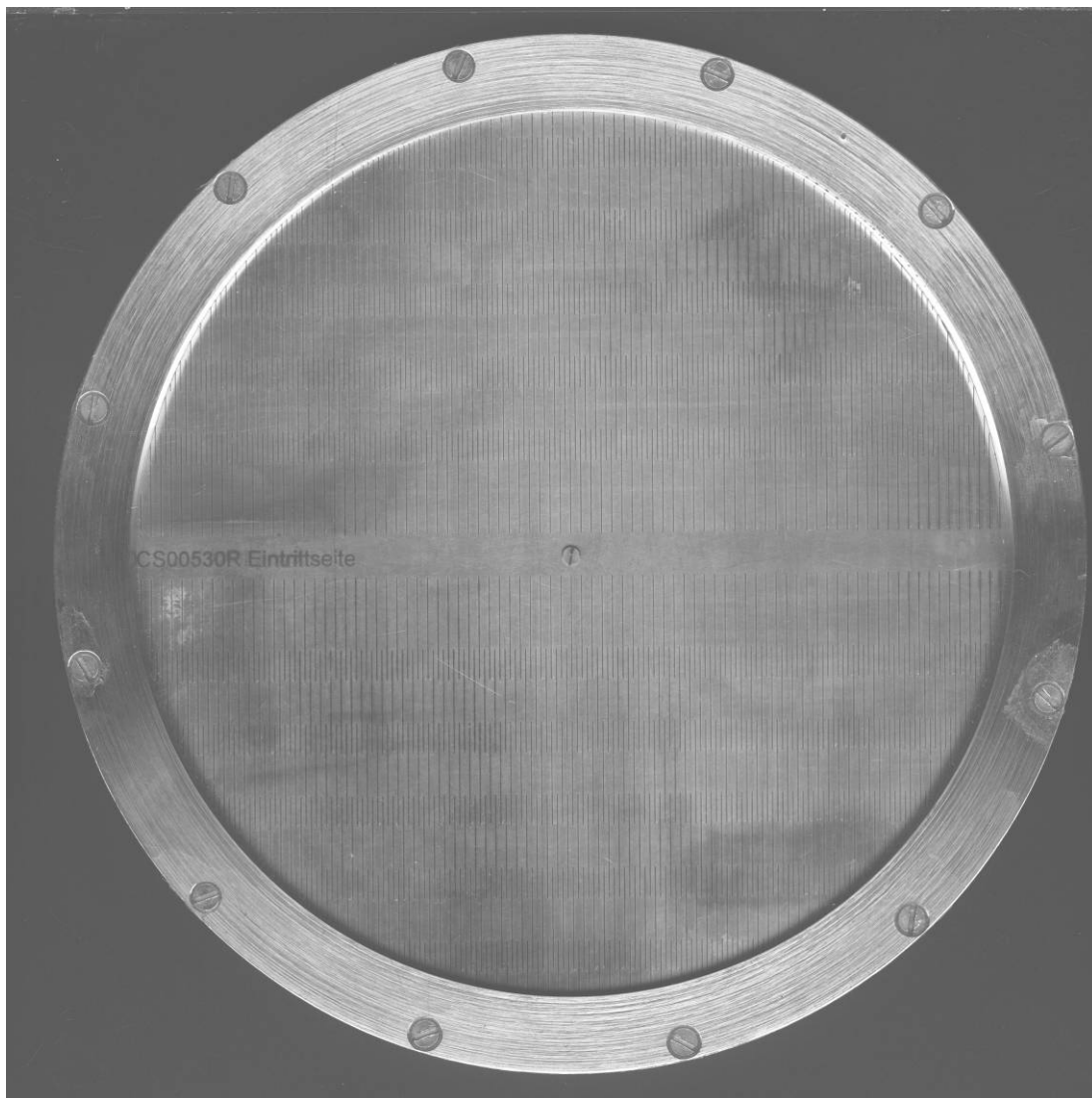


Abbildung 5.4-3: Foto der aktuellen Laser geschnittenen Haindl-Platte (CS00530R) mit dem in der Mitte nicht gefrästen Steg und Schraubverbindung zur Versteifung

Die äußerst enge Verteilung der Laser geschnittenen Schlitzte im Vergleich zur gefrästen 100 µm Haindl-Platte des PMV zeigt **Abbildung 5.4-4**.

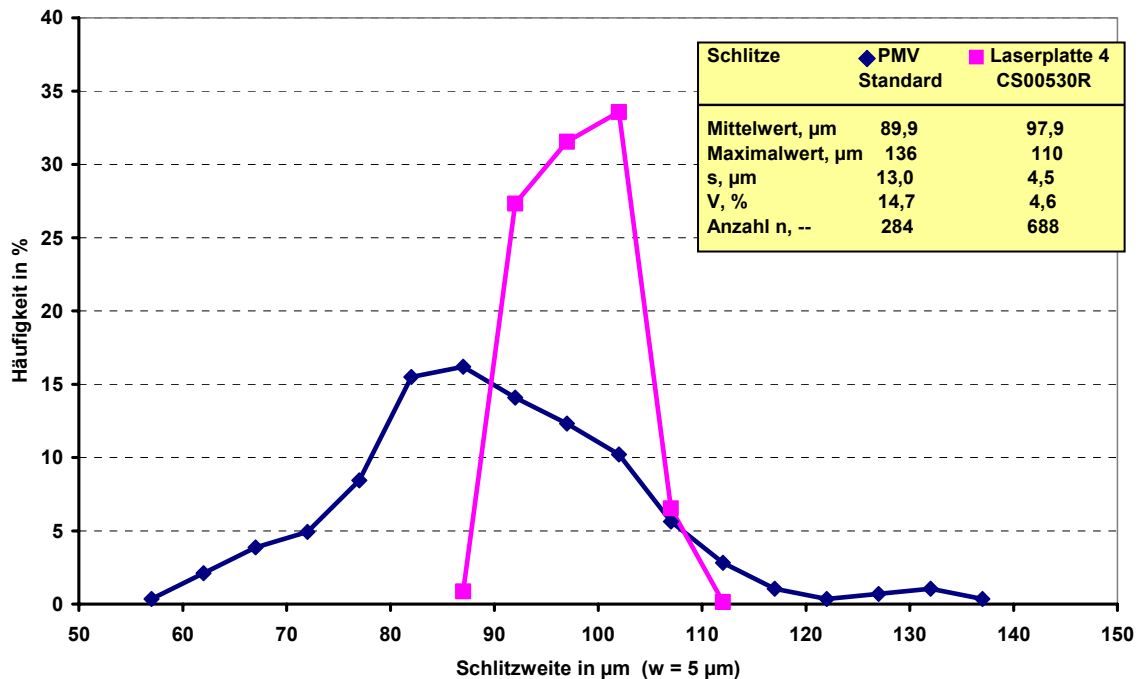


Abbildung 5.4-4: Schlitzweitenverteilung der gefrästen PMV-Schlitzplatte und der 4. Laser geschnittenen Schlitzplatte für den Haindl-Sortierer

Vergleichsmessungen zwischen beiden Platten mit Modellstickys (Haftklebeetiketten) einerseits (**Abbildung 5.4-5**) und industriellem DIP-Fertigstoff (**Abbildung 5.4-6**) zeigen eine ausgesprochen gute Vergleichbarkeit zu den Messergebnissen die mit der alten gefrästen PMV-Schlitzplatte (1HA) erzielt worden sind. Die Analysen des DIP-Stoffes wurden insgesamt 5 Mal durchgeführt und die Ergebnisse gemittelt. Der Ansatz mit Modellstickys wurde je Pulperfüllung (150 g otro) komplett sortiert und die Stickyflächen aufaddiert. Die Abweichungen sowohl in der Gesamtstickyfläche als auch der Stickyflächenverteilung sind für die beiden untersuchten Stoffe sehr gering. Die detaillierten Stickyergebnisse sind **Tabelle 5.4-4** zu entnehmen.

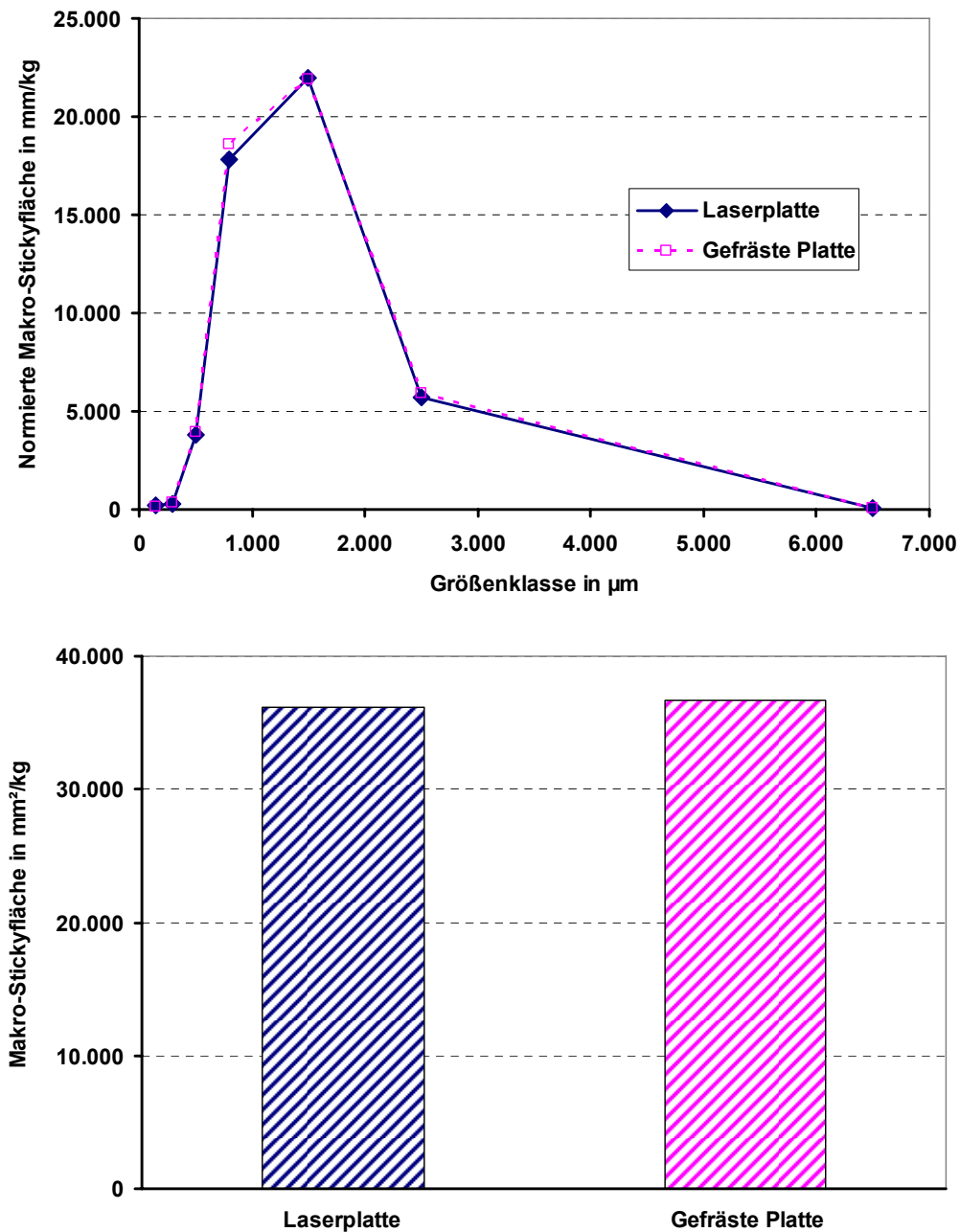


Abbildung 5.4-5: Vergleichsmessung der gefrästen PMV-Schlitzplatte und der 4. Laser geschnittenen Schlitzplatte für den Haindl-Sortierer mit Modellstoff (PSA)

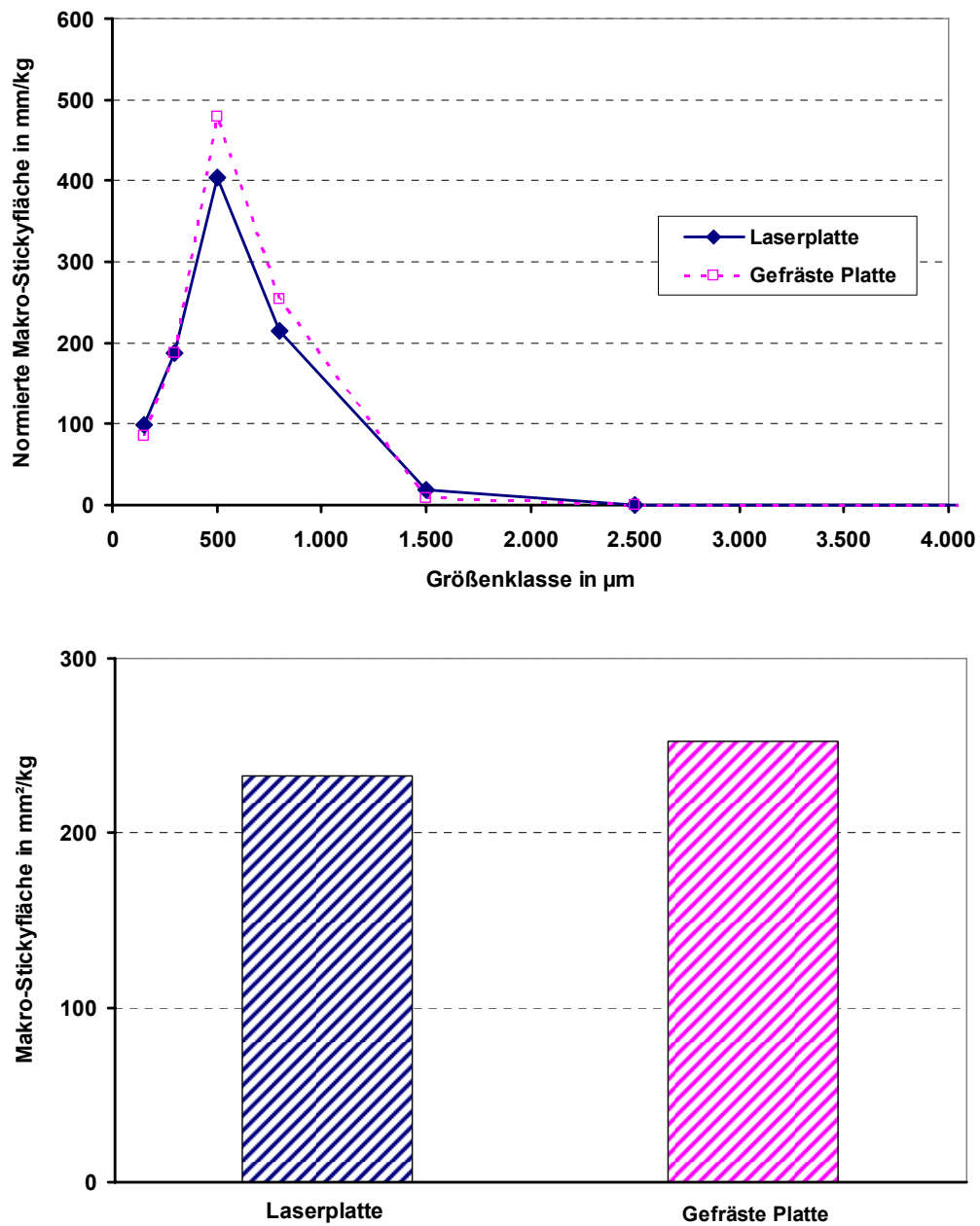


Abbildung 5.4-6: Vergleichsmessung der gefrästen PMV-Schlitzplatte und der 4. Laser geschnittenen Schlitzplatte für den Haindl-Sortierer mit DIP-Fertigstoff

Tabelle 5.4-4: Haindl-Stickyanalysen mit gefräster und gelasierter Schlitzplatte**Makro-Stickyfläche in mm²/kg***

Probenbezeichnung			Flächengleicher Kreisdurchmesser, µm							Gesamtfläche	Mittlere Partikelgröße mm²	Rückstand %
			100-200	200-400	400-600	600-1000	1000-2000	2000-3000	3000-10000			
DIP Maxau	Schlitzplatte neu CS00530R	Mittelwert (n=5)	10	38	81	86	18	0	0	233	0,13	0,031
		s	2	9	24	22	11	0	0	52,4	0,01	0,009
		V, %	16	24	30	25	61	0	0	22,5	7,1	29,6
	Schlitzplatte alt PMV Standard	Mittelwert (n=5)	9	38	96	102	9	0	0	253	0,14	0,046
		s	3	16	31	58	21	0	0	73,9	0,02	0,013
		V, %	30	41	32	57	224	0	0	29,2	13,4	27,0
PSA Herma Modellstickys (100 cm² in 150 g)	Schlitzplatte neu CS00530R	-	21	59	756	7.128	21.986	5.695	534	36.179	1,01	-
	Schlitzplatte alt PMV Standard	-	15	73	792	7.437	21.895	5.912	523	36.647	1,00	-

Makro-Stickyanzahl in #/kg*

Probenbezeichnung			Flächengleicher Kreisdurchmesser, µm							Gesamtanzahl
			100-200	200-400	400-600	600-1000	1000-2000	2000-3000	3000-10000	
DIP Maxau	Schlitzplatte neu CS00530R	Mittelwert (n=5)	692	511	439	220	19	0	0	1.880
		s	74	122	120	57	11	0	0	295,8
		V, %	11	24	27	26	56	0	0	15,7
	Schlitzplatte alt PMV Standard	Mittelwert (n=5)	558	520	506	229	10	0	0	1.823
		s	147	187	157	129	21	0	0	397,0
		V, %	26	36	31	56	224	0	0	21,8
PSA Herma Modellstickys (100 cm² in 150 g)	Schlitzplatte neu CS00530R	-	1.615	708	3.523	13.656	14.889	1.328	64	35.784
	Schlitzplatte alt PMV Standard	-	1.233	851	3.730	14.245	15.184	1.400	64	36.706

*Die Modellstickys wurden **nicht** auf eine definierte Klebstoffmasse normiert, z. B. 0,2 %.

5.5 Stickynachweis mit blauem Farbstoff

Auf Anregung des UPM Research Centers Augsburg wurden Versuche zur Visualisierung von Stickys mit Hilfe eines blauen Farbstoffes – Morplas Blue 1300 Powder – von der Fa. Sunbelt Corporation in Rock Hill, SC / USA durchgeführt. Es sollte geprüft werden inwieweit sich der Farbstoff für eine bildanalytische Auswertung von Stickys nutzen lässt. Eingesetzt wurde PSA (Selbstklebeetiketten) zur Simulation von Modellstickys und DIP-Fertigstoff. Die Anwendung des Farbstoffes erfolgte durch:

1. Verwendung unterschiedlicher Dosiermengen der Farbstofflösung Morplas Blue 1300 in Ethanol (Konzentration 0,1 %) als Zugabe im wässrigen Sortierrückstand. Durch anschließende Entwässerung des Sortierrückstandes auf Filterpapier im Rapid-Köthen-Blattbildner wurden die Präparate erstellt.
2. Untertauchen eines herkömmlichen Sortierpräparats in Farbstofflösungen mit Ethanol und Aceton bei unterschiedlichen Konzentrationen und Benetzungszeiten sowie mit anschließender Wässerung von verschiedener Dauer und Temperatur zur Erzielung optimal auswertbarer Präparate.

Die **Abbildung 5.5-1** zeigt exemplarisch Ergebnisse der Versuchsreihe 1, bei der unter Zugabe des blauen Farbstoffs in die Suspension bzw. in einen wässrigen Sortierrückstand ein bildanalytisch auswertbares Präparat hergestellt werden sollte. Es wird deutlich, dass bei Einfärbung des Sortierrückstandes das Filterpapier so deutlich mit eingefärbt wird, dass eine bildanalytische Auswertung praktisch nicht möglich ist. Wird der wässrige Sortierrückstand eingefärbt und nochmals sortiert oder die Stoffsuspension eingefärbt und nachfolgend sortiert, so ergeben sich brauchbare, bildanalytisch auswertbare Präparate mit blauen Stickys vor weißem Hintergrund, da durch die Sortierung die blauen Fasern aus dem Sortierrückstand entfernt sind.

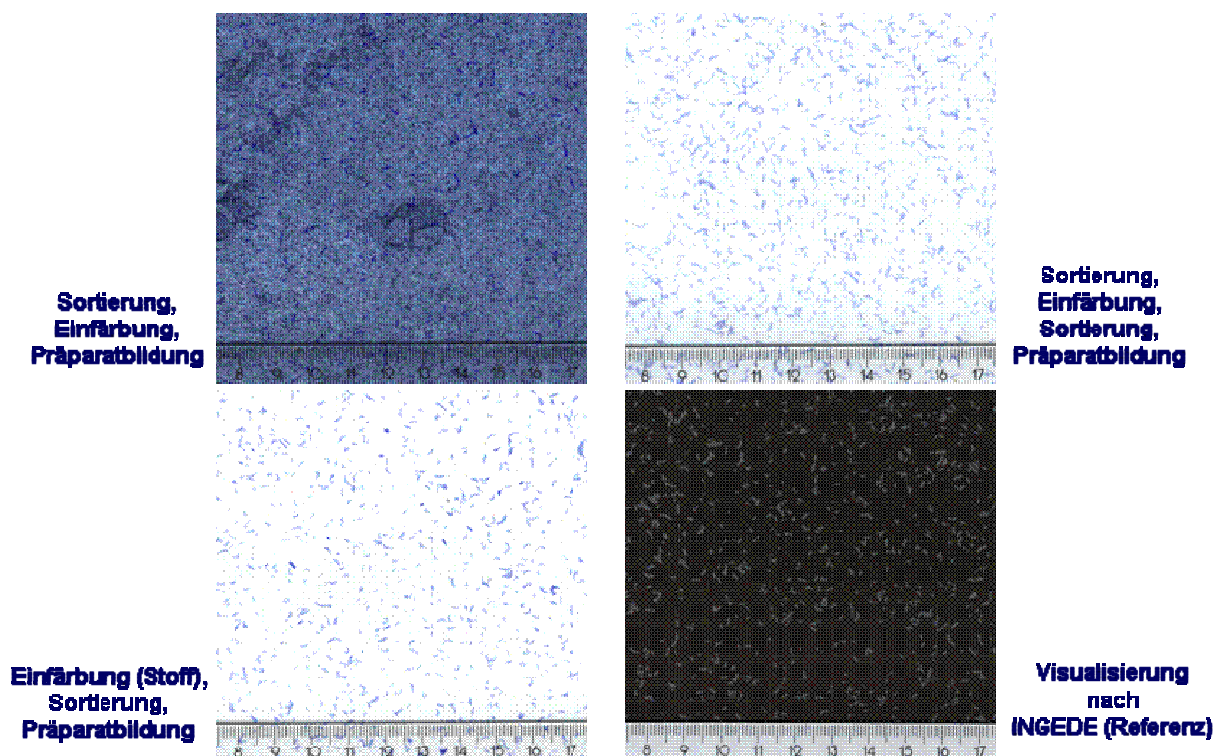


Abbildung 5.5-1: Stickyvisualisierung mit blauem Farbstoff durch Einfärben der Suspension bzw. Sortierrückstandes

Abbildung 5.5-2 zeigt exemplarisch Ergebnisse der Versuchsreihe 2 in der ein herkömmliches Präparat von Stickys auf einem weißen Filterpapier in eine blaue Aceton-Farbstofflösung mit Konzentrationen zwischen 0,01 % und 0,1 % getaucht und nachträglich gewässert wurde. Erfolgt die Trocknung des Acetons durch Verdunstung so ist ein ausgeprägtes „Verlaufen“ (rechtes unteres Bild) des blauen Farbstoffs zu erkennen. Eine Wässerung mit anschließender Rapid-Köthen-Trocknung kann dieses „Verlaufen“ verhindern. Mit steigender Konzentration des blauen Farbstoffs in der Tauchbadlösung wird auch der Bildhintergrund stärker blau eingefärbt. Daraus ist abzuleiten, dass der Farbstoff nicht nur Stickys anfärbt, sondern auch

den Faserstoff des Filterpapierträgermaterials. Für die bildanalytische Auswertung scheint eine Konzentration von 0,01 % des Farbstoffs im Tauchbad ausreichend zu sein.

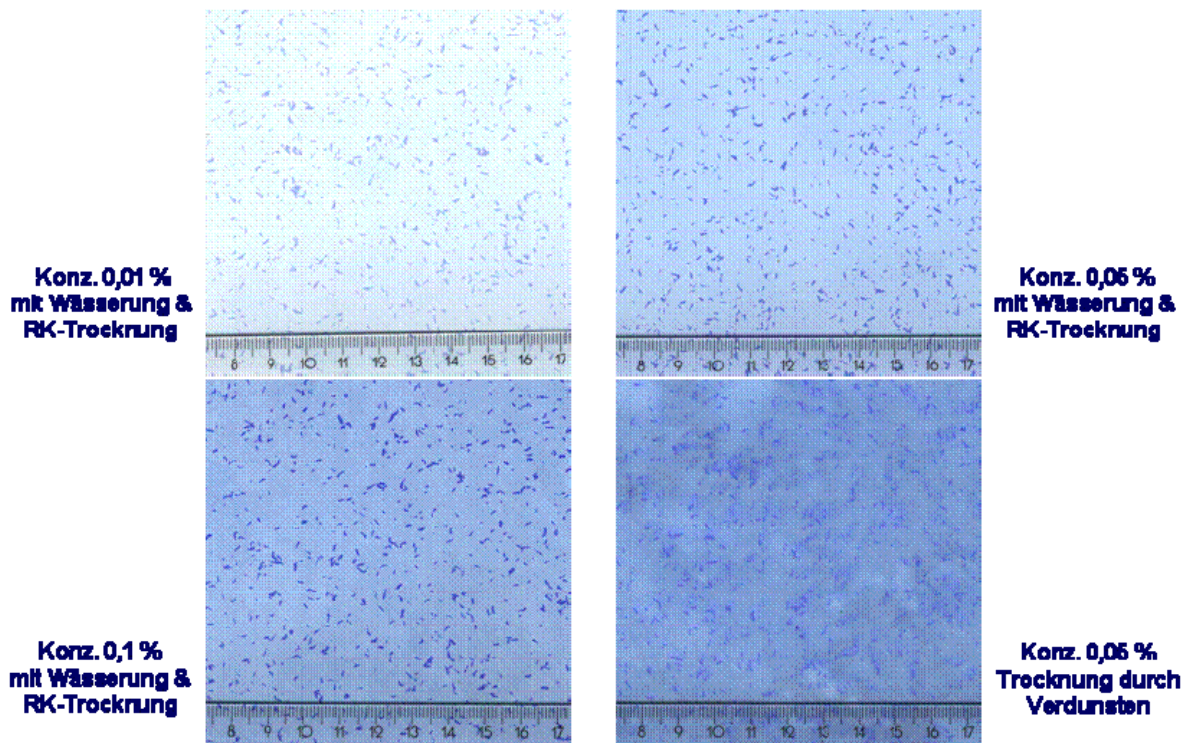


Abbildung 5.5-2: Stickyvisualisierung mit blauem Farbstoff durch Eintauchen und Wässern eines konventionellen Sortierrückstandes

Vergleichsmessungen mit dieser Visualisierungstechnik im Vergleich zur klassischen INGEDE-Methode zeigen für Modellstoffe eine insgesamt um etwa 25 % geringere Gesamt-stickyfläche (**Abbildung 5.5-3**), wenn die Farbstofflösung in die Suspension gegeben und diese dann sortiert wird. Bei einer konventionellen Präparatherstellung die dann in die blaue Farbstofflösung getaucht und gewässert wird ist die Gesamt-Stickyfläche im Vergleich zur INGEDE-Methode noch etwas niedriger (ca. 40 %).

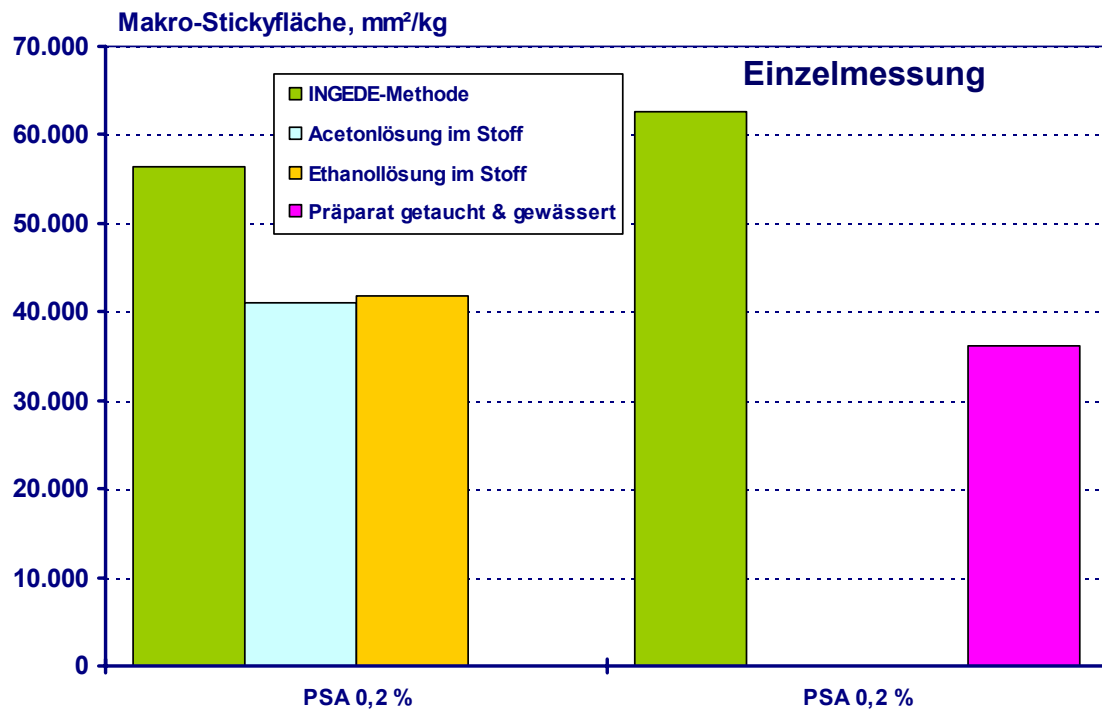


Abbildung 5.5-3: Ergebnisse der Stickyvisualisierung von PSA-Modellstoffen mit blauem Farbstoff im Vergleich zur INGEDE-Methode (Stickyfläche)

Mit Blick auf die Stickyanzahl wird in **Abbildung 5.5-4** deutlich, dass bei Stoffanfärbung eine größere Stickyanzahl detektiert wird als nach der INGEDE-Methode und sich beim Tauchen des Präparats etwa die gleiche Stickyanzahl wie bei der INGEDE-Methode einstellt. Daraus ist der Schluss zu ziehen dass mit der blauen Anfärbemethode der durchschnittliche Stickypartikeldurchmesser kleiner ausfallen muss.

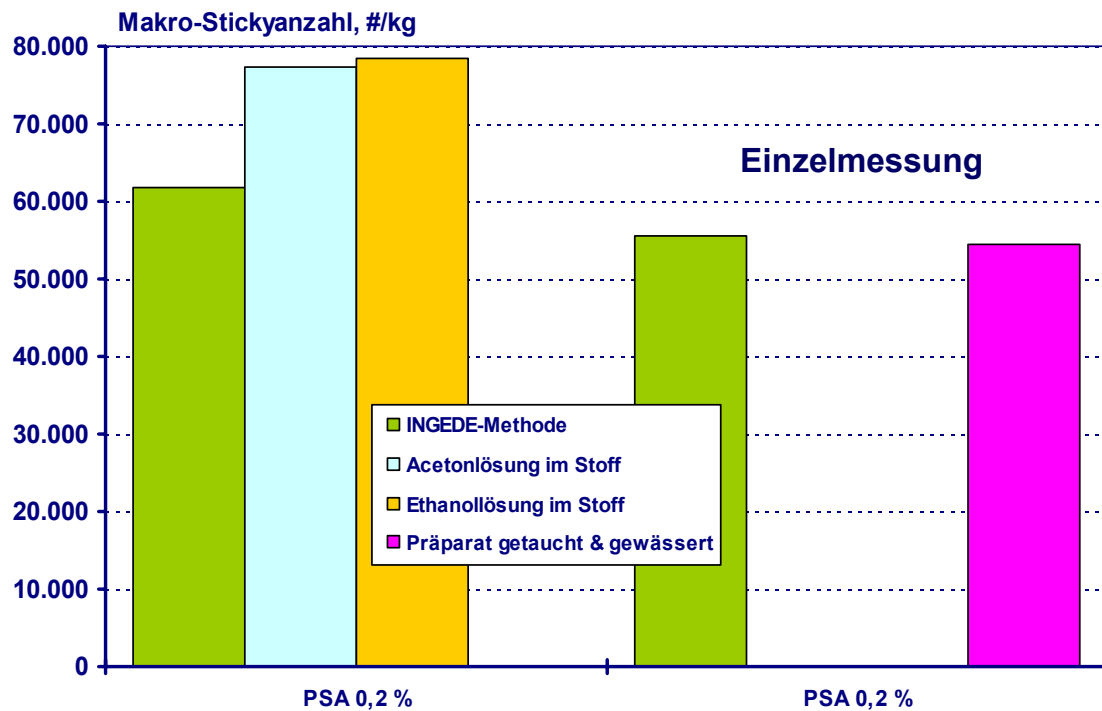


Abbildung 5.5-4: Ergebnisse der Stickyvisualisierung von PSA-Modellstoffen mit blauem Farbstoff im Vergleich zur INGEDE-Methode (Stickyanzahl)

Auswertungen der Stickygrößenverteilung sind in **Abbildung 5.5-5** dargestellt. Sie zeigen, dass die Unterschiede in den Messungen bei dem verwendeten Modellstoff insbesondere im Größenbereich zwischen 1.000 und 3.000 μm flächengleichem Kreisdurchmesser auftreten, während weiterhin das gesamte Größenspektrum abgebildet wird. Für die Messung der dunkelblauen Stickys vor dem hellblauen Hintergrund wurde bisher das Domas-Schmutzpunktmessprogramm genutzt. Durch Optimierung der bildanalytischen Auswertung kann möglicherweise die Erkennung von Stickys gesteigert werden, so dass man näher an die Ergebnisse nach der INGEDE-Methode herankommt. Durch den bereits nachgewiesenen Korundüberstand von ca. 15 % sollte man mit der Anfärbemethode bei Modellstoffen allerdings im Stickyflächenergebnis immer niedrigere Werte erzielen.

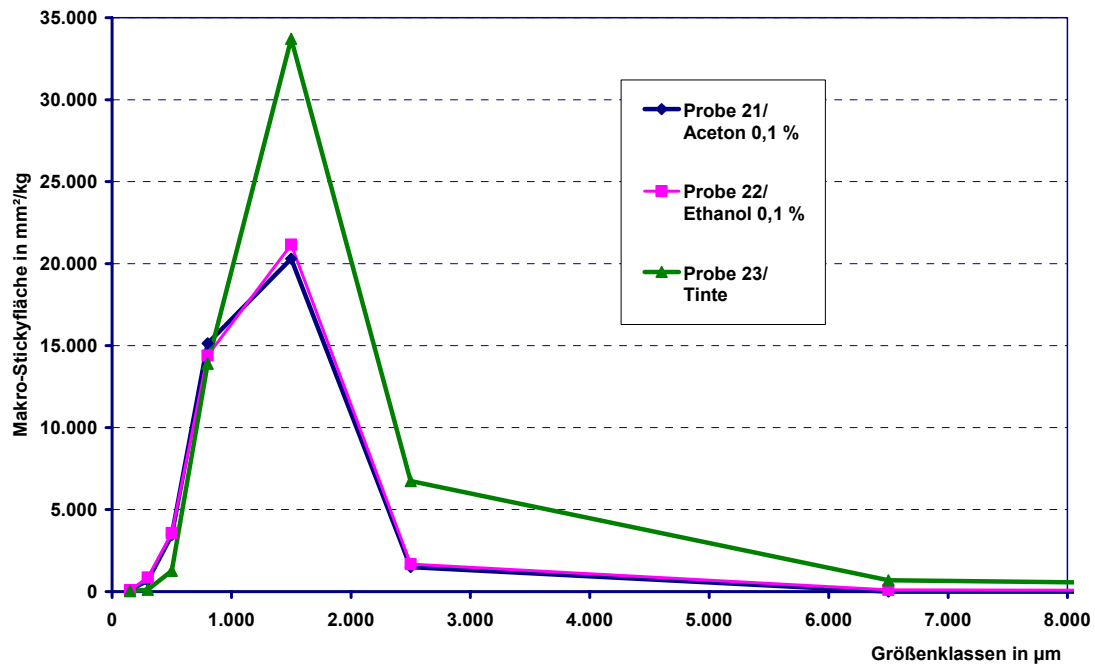


Abbildung 5.5-5: Ergebnisse der Stickygrößenverteilung von PSA-Modellstoffen mit blauem Farbstoff im Vergleich zur INGEDE-Methode

Bei Verwendung von industriellem DIP-Fertigstoff anstelle von Modellstoff kehren sich die Verhältnisse in der Stickyflächenbewertung um. **Abbildung 5.5-6** zeigt, dass sich für den DIP-Stoff mit dem blauen Farbstoff und der „Tauchmethode“ ein ca. 75 % höherer Messwert als mit der INGEDE-Methode einstellt. Das Messergebnis wird auch visuell bestätigt, wie **Abbildung 5.5-7** zeigt. Da der Farbstoff nicht selektiv auf Stickys aufzieht, sondern auch Fasern zumindest bis zu einem gewissen Grade anfärbt, wie in Abbildung 5.5-1 links oben oder 5.5-2 links unten zu erkennen war, legt dieses Ergebnis die Vermutung nahe, dass bei realen Praxisstoffen nicht nur Stickys sondern auch andere Bestandteile im DIP-Stoff blau angefärbt werden und einen Kontrast hervorrufen, die bei der bildanalytischen Auswertung Stickyflächen ausweisen, die eigentlich gar keine sind.

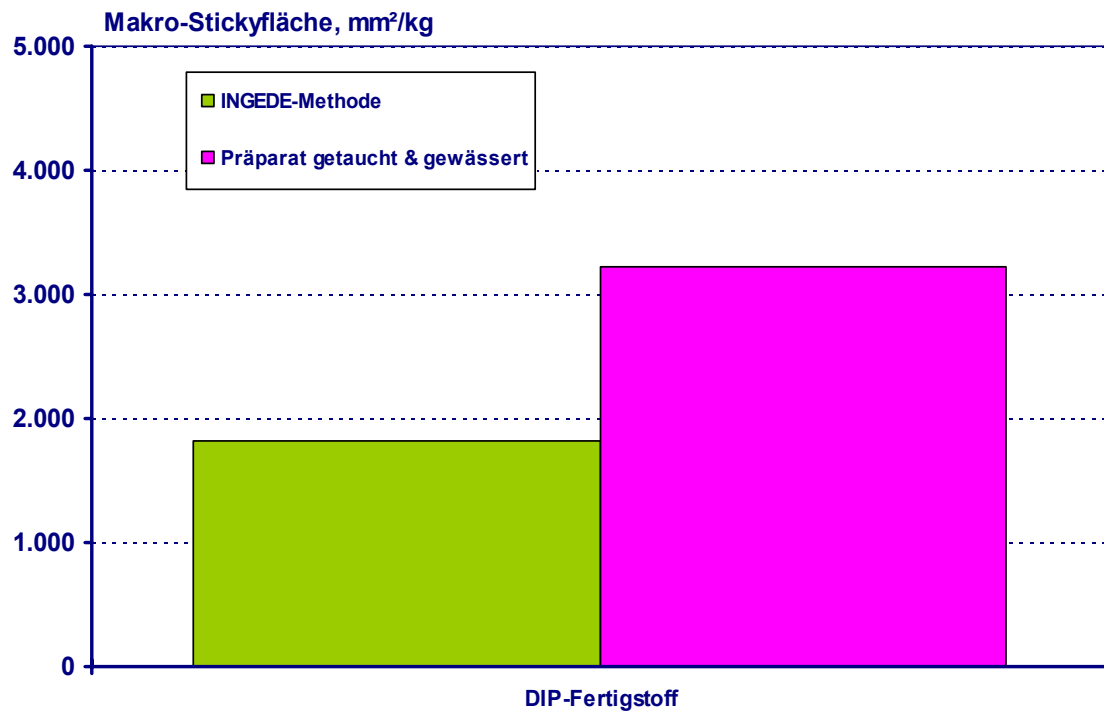
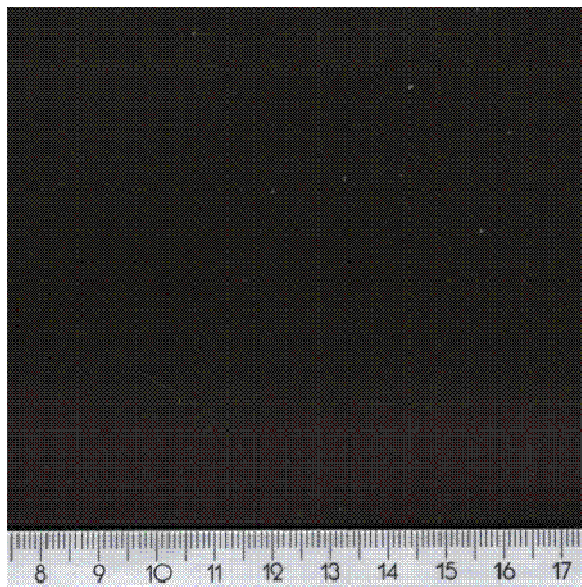
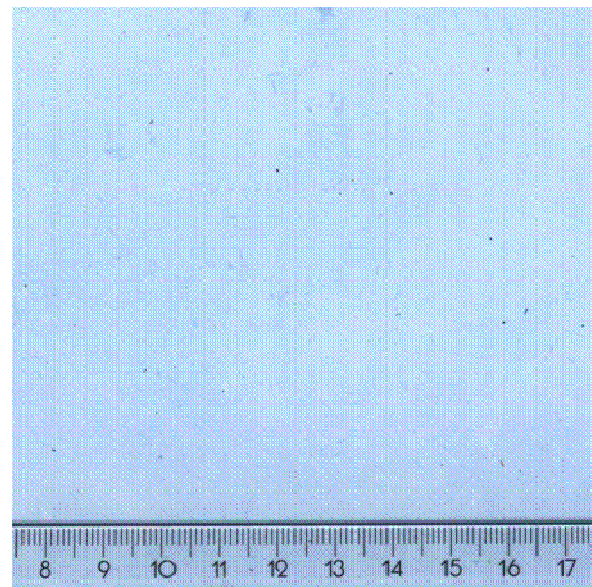


Abbildung 5.5-6: Ergebnisse der Stickyvisualisierung von DIP-Fertigstoff mit blauem Farbstoff im Vergleich zur INGEDE-Methode (Stickyfläche)



Identische Probe schwarz gefärbt und mit Korund visualisiert



DIP Industrieprobe in Farbstofflösung (Aceton) getaucht & gewässert

Abbildung 5.5-7: Fotos der Stickyvisualisierung von DIP-Fertigstoff mit blauem Farbstoff im Vergleich zur INGEDE-Methode (Stickyfläche)

In den Versuchen mit dem blauen Farbstoff Morplas Blue 1300 Powder haben sich mehrere Dinge als problematisch erwiesen. Dies beginnt bereits bei der Herstellung einer Farbstofflösung, da sich bereits bei sorgfältigster Einwaage des Farbpulvers Kleinstmengen um die Analysenwaage herum verteilen und vorsichtig aufgewischt werden müssen. Auch die Farbstofflösung färbt intensiv alle Gebrauchsgegenstände an, unabhängig davon, ob sie aus Glas, Kunststoff oder Metall sind. Es sind daher Gerätschaften anzuschaffen, die nur für die Arbeiten mit dieser Methode genutzt werden können. Außerdem müssen Geräte, die auch mit anderen Faserstoffen genutzt werden (z. B. die Rapid-Köthen-Blattbildungssäule) mit Waschbenzin gereinigt werden. Außerdem muss man sich auch darüber im Klaren sein, dass die Abwässer aus diesen Laborversuchen ebenfalls blau gefärbt sind.

Grundsätzlich färbt der Farbstoff nicht nur Stickys sondern auch anderes organisches Material (u. a. Fasern) an. Eine Visualisierung ist daher stets von einem Unterschied in der Färbungsintensität abhängig, die über die Randbedingungen des Versuchsprozederes (Konzentration, Dauer, Temperatur, etc.) beeinflusst werden. Da die Klebrigkeit der Stickys keinen Einfluss auf das Messergebnis hat und auch Fasern angefärbt werden, kann nicht behauptet werden, dass mit der Methode nur hydrophobe Partikel detektiert werden. Als Stickymessmethode kann das Verfahren nach den ZELLCHEMING-Definitionen nicht bezeichnet werden.

Während das Prüfverfahren für Fertigstoffe ev. noch optimiert werden kann, sind für schmutzigere Faserstoffe schwierigere Herausforderungen zu lösen, da vermutlich auch Stippen und Kunststoffpartikel angefärbt werden und der Farbstoff zu den Materialien unterschiedliche Affinitäten entwickeln wird, die eine bildanalytische Auswertung sehr schwierig erscheinen lassen.

In DIP-Fertigstoffen kommt man für repräsentative Stickyergebnisse wegen der geringen Stickybeladung nicht um eine Sortierung zur Stickyanreicherung herum. Aus diesem Grund stellt sich keine wesentliche Vereinfachung bzw. Zeitersparnis im Vergleich zur Stickybewertung nach der INGEDE-Methode ein.

5.6 Rundversuch zur Verbesserung der Reproduzierbarkeit von Stickymessungen

5.6.1 Randbedingungen

In den Rundversuch einbezogen wurden zwei grafische Altpapierstoffe und ein Verpackungsaltpapierstoff, die auf den jeweils vorhandenen Haindl-, Pulmac- und Somerville-Sortieraggregaten mit den mitgelieferten Schlitzplatten untersucht wurden (**Abbildung 5.6.1-1**).

Die verwendeten Schlitzplatten sollten eine Soll-Schlitzweite von 150 µm aufweisen und hatten jeweils maximale Schlitzweiten von 156 µm bei der Pulmac-Platte, 178 µm bei der Haindl-Platte und 201 µm bei der Somerville-Platte.

Die Altpapierstoffe wurden nach der INGEDE-Methode und TAPPI-Methode aufbereitet. Die Präparateaufbereitung erfolgte sowohl vor Ort (Kurzbezeichnung in Abbildungen: mk bzw. wl) als auch einheitlich in einem Labor (Kurzbezeichnung in Abbildungen: ok bzw. ww).

- Graphische Altpapierstoffe
 - Nach Grobsortierung (4 X 5 Präparate)
 - Vor Disperger (Einlauf) (4 X 3 Präparate)
- Brauner Altpapierstoff
 - Maschinenbütte (4 X 3 Präparate)
- Präparatebildung

	INGEDE	INGEDE	TAPPI	TAPPI
	visualisierte Präparate nach Einfärben, Korundauftrag erfolgte bei PTS	visualisierte Präparate mit Korudentfernung	visualisierte Präparate ohne Wäsche, Wäsche erfolgte bei Voith	visualisierte Präparate mit Wäsche
Kurzbezeichnung in Abbildungen	ok	mk	ww	wl

Abbildung 5.6.1-1: Altpapierstoff und Präparate

5.6.2 Auswertung des Rundversuchs

Die Ergebnisse für den DIP-Stoff nach der Grobsortierung zeigen, dass sowohl nach der INGEDE- als auch nach der TAPPI-Methode Schwankungen im Stickyflächenanteil auftreten (**Abbildung 5.6.2-1 & Abbildung 5.6.2-2**).

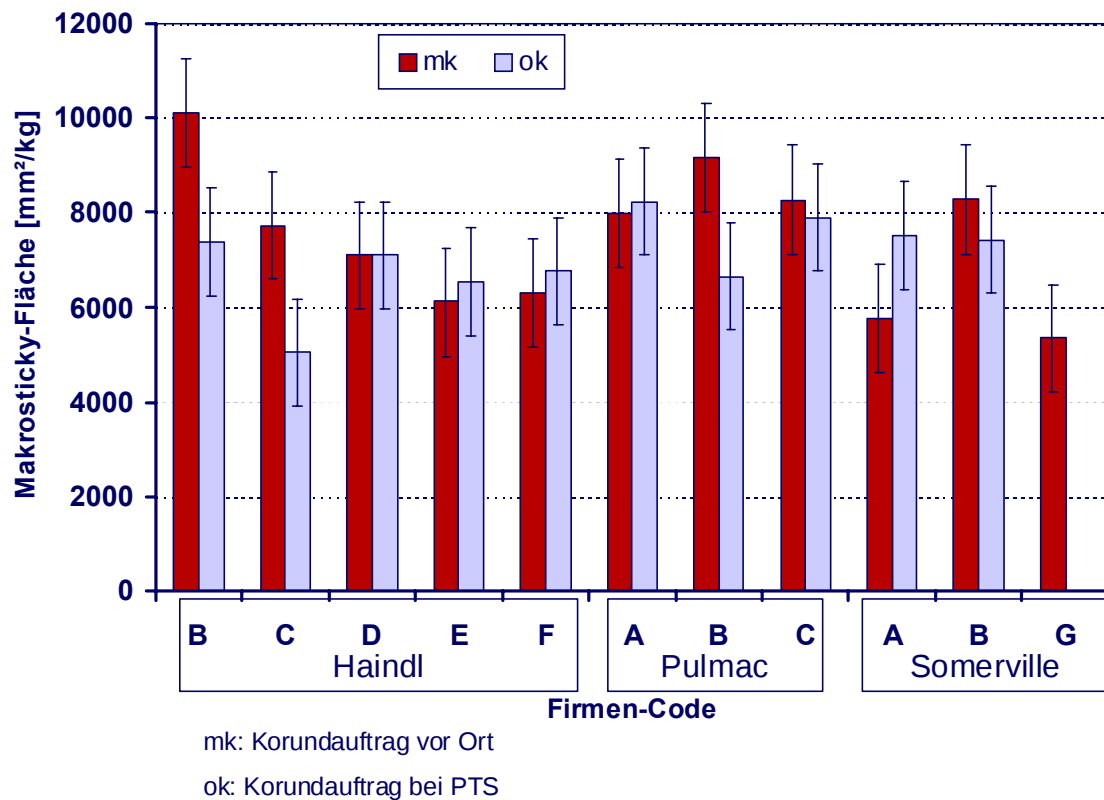


Abbildung 5.6.2-1: Ergebnis der Makro-Stickyflächenbewertung nach INGEDE-Methode für grafischen Altpapierstoff nach der Grobsortierung

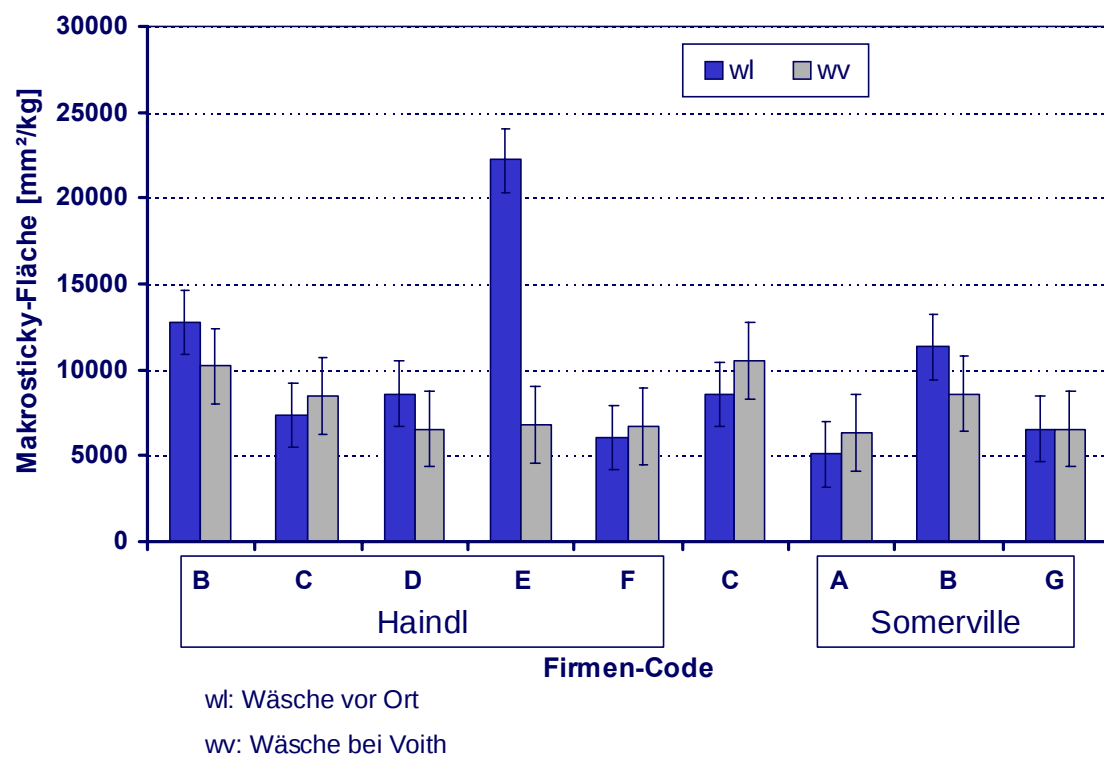


Abbildung 5.6.2-2: Ergebnis der Makro-Stickyflächenbewertung nach TAPPI-Methode für grafischen Altpapierstoff nach der Grobsortierung

Die Standardabweichung ist bei den Messungen nach der INGEDE-Methode mit 1.200 mm²/kg aber nur etwa halb so groß wie nach der TAPPI-Methode (2.041 mm²/kg). Die Mittelwerte der INGEDE-Proben liegen bei firmeneigener Korundierung bei 7.468 mm²/kg (Standardabweichung: 1.421 mm²/kg) und bei einheitlicher Korundierung durch die PTS bei 7.050 mm²/kg (Standardabweichung: 843 mm²/kg), im Gesamtdurchschnitt bei 7.269 mm²/kg.

Bei der Bewertung nach der TAPPI-Methode wurde für die folgenden Mittelwertsberechnungen die Messwerte von Firma E bei Sortierung mit dem Haindl-Gerät und der eigenen Visualisierung als Ausreißer behandelt. Durch alle Stoffproben hindurch sind diese Messwerte im Vergleich zu den anderen Ergebnissen extrem hoch, was offensichtlich auf eine schlechte Probenwäsche bzw. Nachpräparation zurückzuführen ist. Bei eigener Visualisierung ergeben sich Mittelwerte von 8.284 mm²/kg (Standardabweichung: 2461 mm²/kg) und bei einheitlicher Visualisierung durch Voith von 7.856 mm²/kg (Standardabweichung: 1549 mm²/kg). Dieser etwas niedrigere Mittelwert dürfte auf die „verschärften“ Waschbedingungen bei Voith zurückzuführen sein, da in den anderen Labors (mit Ausnahme vom PMV) keine Waschapparatur gemäß TAPPI-Methode zur Verfügung stand. Der Gesamt-Mittelwert nach der TAPPI-Methode liegt bei 8.057 mm²/kg und damit rund 10 % höher als die mit der INGEDE-Methode vermessene Probe. Lässt man den bereits erwähnten Ausreißer unberücksichtigt, dann ist festzustellen, dass Schwankungen in einem vertretbaren Rahmen liegen. Dies wird auch mit Blick auf die Messwertvariationen deutlich, die in einem Labor generiert werden (**Abbildung 5.6.2-3**). Mehrfach erstellte Proben (insgesamt 10) weisen Messwerte von minimal 5.369 mm²/kg und maximal 10.484 mm²/kg auf, bei einem Mittelwert von 7.091 mm²/kg und einem Variationskoeffizienten von knapp 23 %.

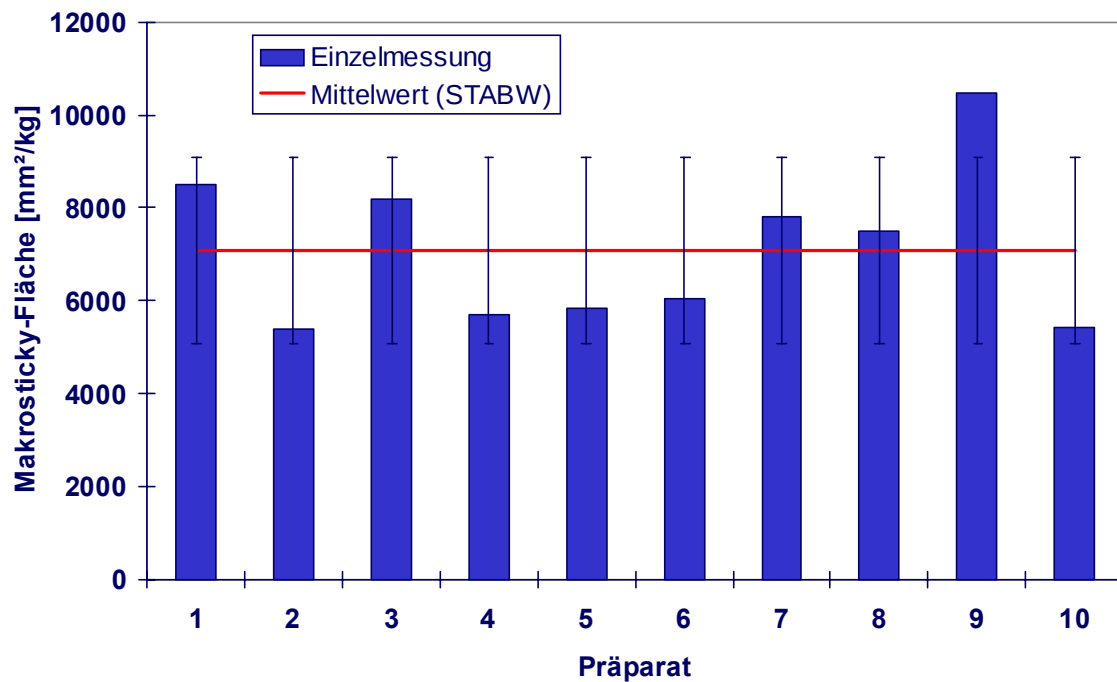


Abbildung 5.6.2-3: Beispiel für Bereich der Messwerte nach der INGEDE-Methode für grafischen Altpapierstoff nach der Grobsortierung

Bei der DIP-Stoffprobe vor dem Disperger ergeben sich ähnliche Resultate (**Abbildung 5.6.2-3 & Abbildung 5.6.2-5**). Die TAPPI-Messwerte mit einem Gesamt-Mittelwert von 1.352 mm²/kg (ohne Ausreißer der Messwerte der Firma E mit eigener Visualisierung) sind generell höher (ca. 7 %) im Vergleich zu den INGEDE-Messwerten mit einem Gesamt-Mittelwert von 1.283 mm²/kg. Die einheitlichen Korundierungen bei der PTS bzw. die einheitliche Visualisierung bei Voith liefert geringere Werte im Vergleich zu den in den jeweils eigenen Laboratorien erzielten Ergebnissen (s. auch **Tabelle 5.6.2-1**). Die Standardabweichung ist bei den Messungen nach der INGEDE-Methode mit 329 mm²/kg ebenfalls niedriger als nach der TAPPI-Methode mit 413 mm²/kg.

Die für diesen Altpapierstoff in einem Labor erstellten Messwertvariationen (insgesamt 6 Proben) weisen einen Bereich von 1.259 mm²/kg bis 1530 mm²/kg auf, mit einem Mittelwert von 1355 mm²/kg und einem Variationskoeffizienten von 6,2 % (**Abbildung 5.6.2-6**).

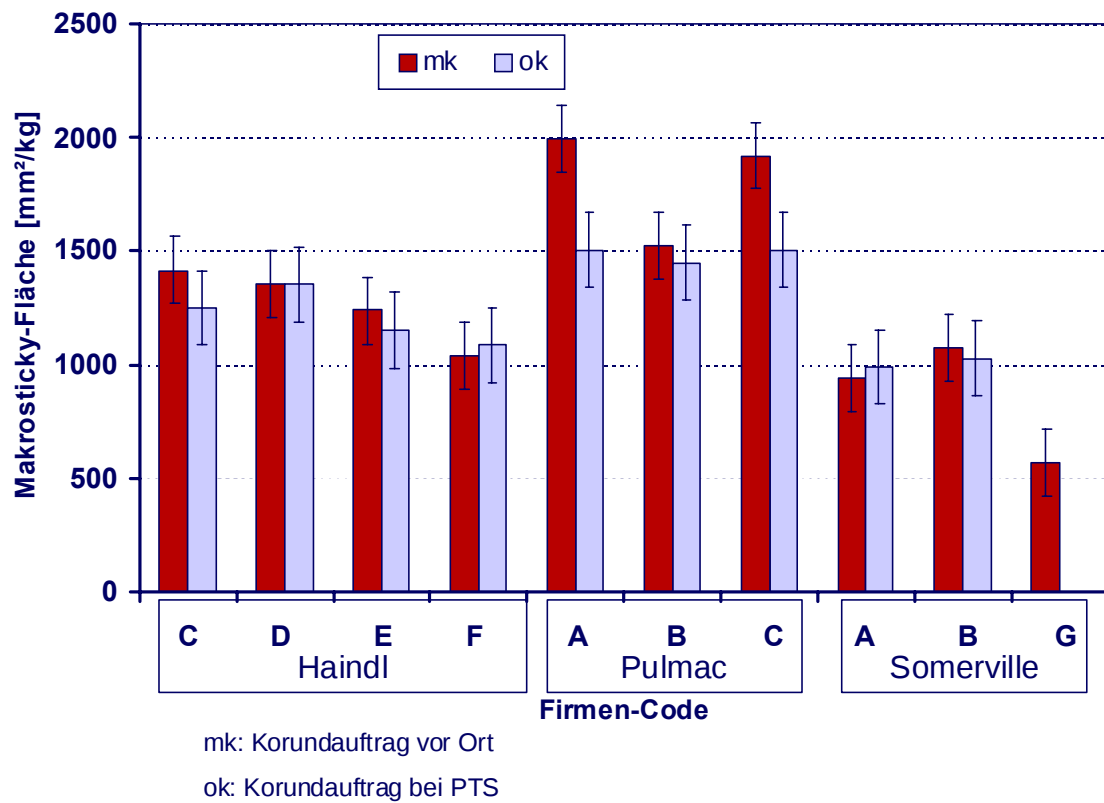


Abbildung 5.6.2-3: Ergebnis der Makro-Stickyflächenbewertung nach INGEDE-Methode für grafischen Altpapierstoff vor der Dispergierung (Einlauf)

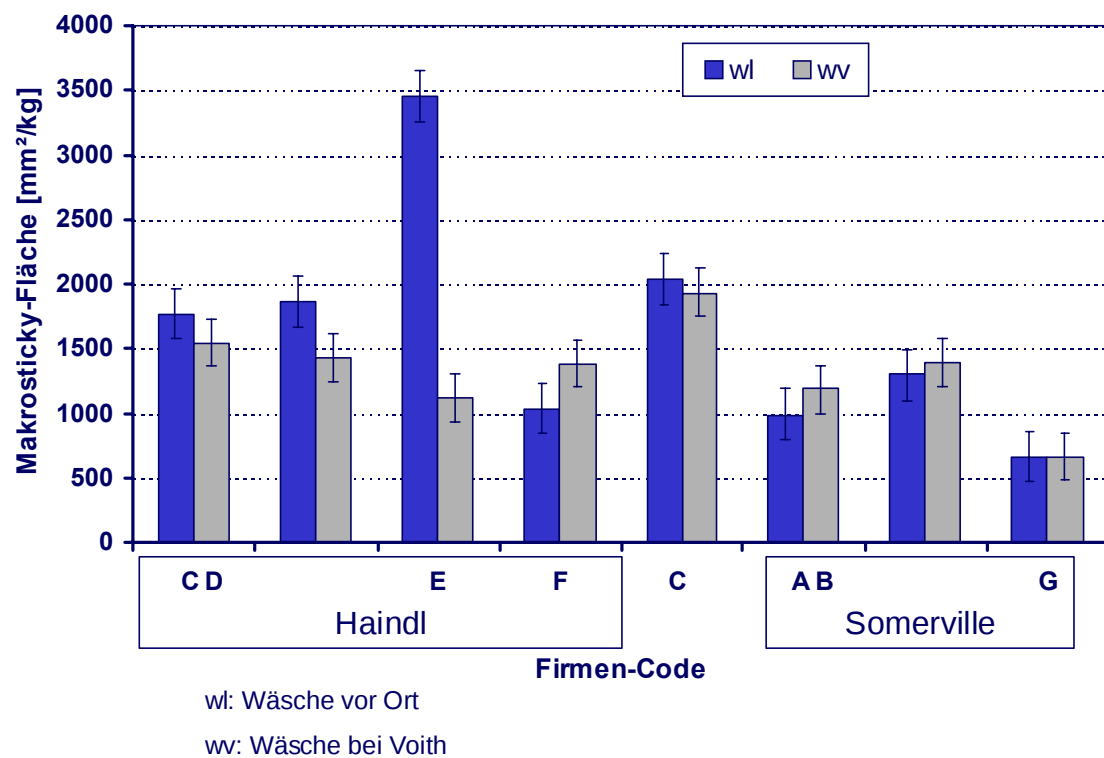


Abbildung 5.6.2-5: Ergebnis der Makro-Stickyflächenbewertung nach TAPPI-Methode für grafischen Altpapierstoff vor der Dispergierung (Einlauf)

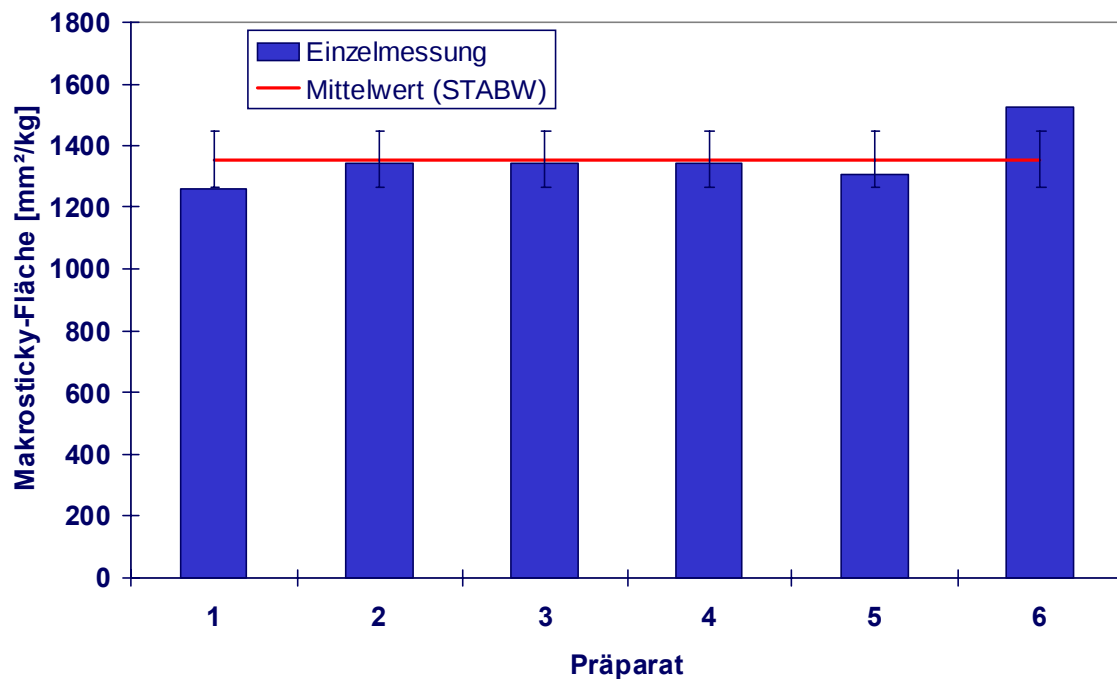


Abbildung 5.6.2-6: Beispiel für Bereich der Messwerte nach der INGEDE-Methode für grafischen Altpapierstoff vor der Dispergierung

Die Probe aus der Maschinenbütte des gemischten Altpapierstoffstroms für Verpackungspapiere war deutlich stärker mit Stickys belastet als die beiden zuvor analysierten Proben (**Abbildung 5.6.2-7** & **Abbildung 5.6.2-8**). Auch hier stellt sich mit der TAPPI-Methode eine größere Gesamt-Stickyfläche von 23.260 mm²/kg ein, als bei Messung nach der INGEDE-Methode (13.757 mm²/kg). Auch zeigt sich, dass die einheitliche Visualisierung (bei PTS bzw. Voith) wieder zu niedrigeren Messergebnissen führt (Tabelle 5.6.2-1).

In **Abbildung 5.6.2-9** ist aufgezeigt, wie jeweils 3 Messergebnisse einer Probe, präpariert in zwei Firmen letztendlich den anzugebenden Mittelwert beeinflussen können, abhängig davon, ob jeweils die ersten drei (MW 1-3) oder die zweiten drei Messwerte (MW 4-6) zur Mittelwertsbildung herangezogen werden. Die Unterschiede, die sich in der jeweiligen Mittelwertsbildung sogar ins Gegenteil verkehren können, gleichen sich in diesem Beispiel aus, so dass die Gesamtmittelwerte über alle 6 Proben mit 15.025 mm²/kg bzw. 15.269 mm²/kg praktisch identisch ausfallen.

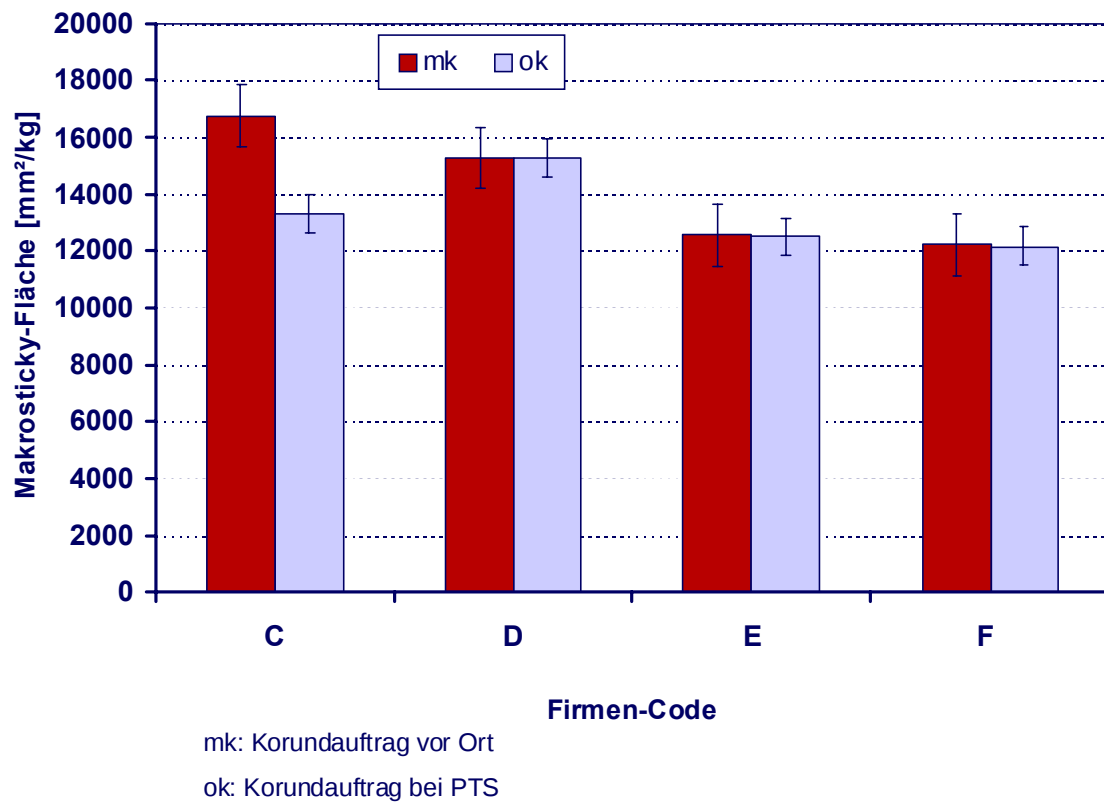


Abbildung 5.6.2-7: Ergebnis der Makro-Stickyflächenbewertung nach INGEDE-Methode für gemischtes Altpapier Maschinenbütte

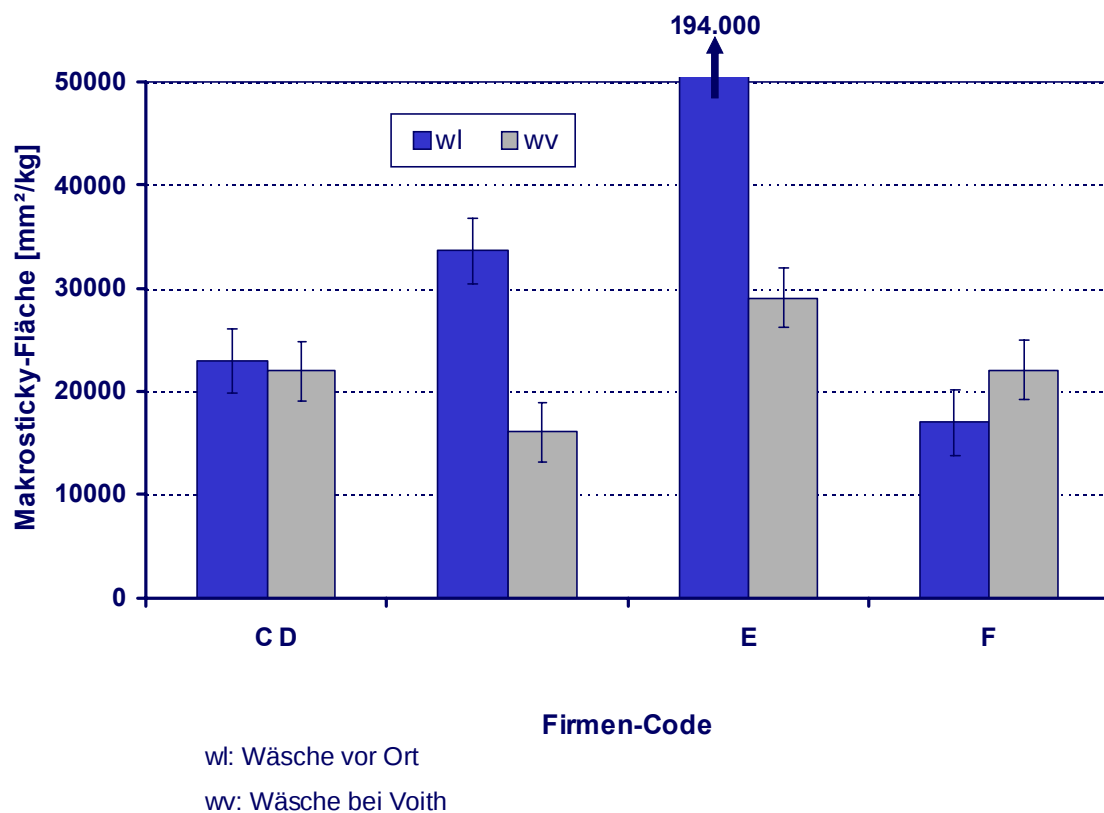


Abbildung 5.6.2-8: Ergebnis der Makro-Stickyflächenbewertung nach TAPPI-Methode für gemischtes Altpapier Maschinenbütte

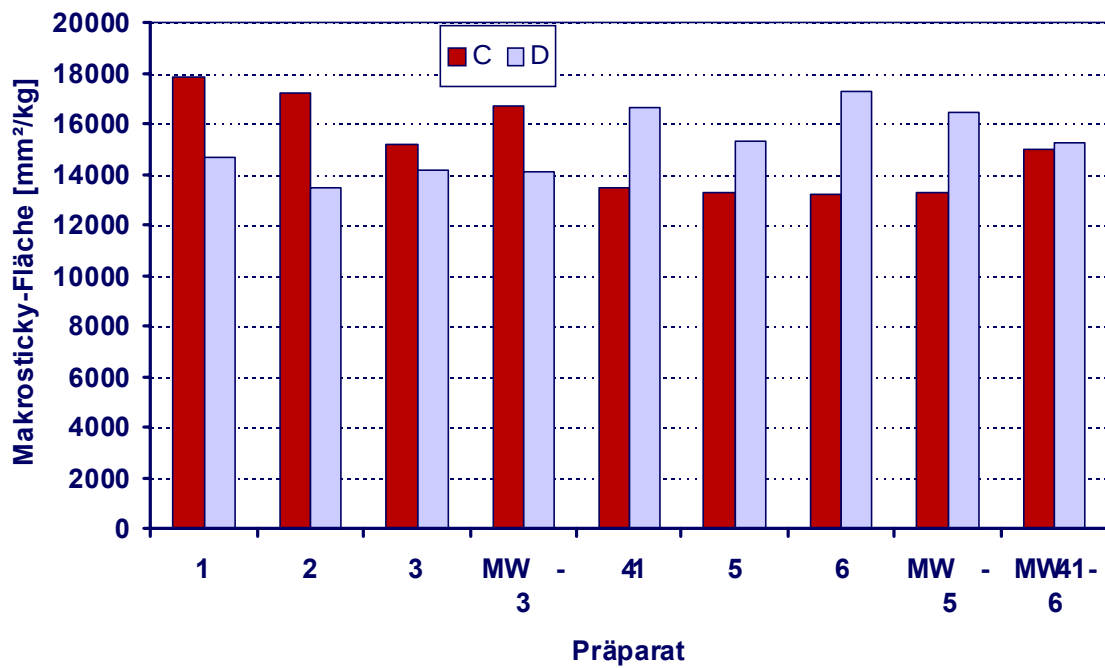


Abbildung 5.6.2-9: Beispiel für Bereich der Messwerte nach der INGEDE-Methode für gemischtes Altpapier Maschinenbütte

Tabelle 5.6.2-1 weist sowohl für die INGEDE- als auch die TAPPI-Methode jeweils die Mittelwerte der unterschiedlichen Visualisierungen (im eigenen Labor und bei der PTS bzw. bei Voith) sowie der Gesamt-Mittelwerte nach Makro-Stickyfläche und den Variationskoeffizienten der Makro-Stickyflächen aus. Sie verdeutlicht nochmals die größeren Makro-Stickyflächenwerte bei der TAPPI-Methode, insbesondere bei Proben mit hoher Stickybeladung – in unserem Fall der gemischte Altpapierstoff aus dem Verpackungsbereich. Bei Proben mit niedriger Stickybeladung rücken die Stickywerte nach INGEDE- und TAPPI-Methode näher zusammen und die Unterschiede im Variationskoeffizienten werden geringer.

Tabelle 5.6.2-1: Mittelwerte der Makro-Stickyflächen und der Variationskoeffizienten bei verschiedenen Methoden und Probenpräparationen

	Makro-Stickyfläche, mm²/kg					
	INGEDE-Methode			TAPPI-Methode		
	mk	ok	Gesamt	wl	Wv	Gesamt
DIP nach Grobsortierung	7.468	7.050	7.269	8.284	7.856	8.057
DIP vor Dispergierung	1.307	1.257	1.283	1.378	1.330	1.352
Gem. Altpapier Maschinenbütte	14.198	13.316	13.757	24.522	22.314	23.260
	Variationskoeffizient Makro-Stickyfläche, mm²/kg					
	INGEDE-Methode			TAPPI-Methode		
	mk	ok	Gesamt	wl	Wv	Gesamt
DIP nach Grobsortierung	19,0	12,0	16,5	29,7	19,7	25,3
DIP vor Dispergierung	31,7	15,3	25,7	34,8	25,8	30,5
Gem. Altpapier Maschinenbütte	13,3	9,0	11,9	28,1	20,7	25,0

Mit Blick auf **Tabelle 5.6.2.-2** wird deutlich, dass für die beiden grafischen Altpapierproben nach der Grobsortierung und vor der Dispergierung mit größer werdender Schlitzweite die durch die Sortierung zurückgehaltene Makro-Stickyfläche kleiner wird, unabhängig vom eingesetzten Sortieraggregat. Damit werden die Erkenntnisse aus den bisherigen Untersuchungen bestätigt.

Die Variationskoeffizienten sind für den eingesetzten Pulmac-Sortierer niedriger als für die beiden anderen Sortieraggregate. Allerdings ist hier zu berücksichtigen, dass die Anzahl der Firmen, die sich mit dem Haindl-Sortierer beteiligten, höher war.

Es bestätigt sich auch wieder, dass die Werte mit einheitlicher Visualisierung meist niedriger sind im Vergleich zu den in den jeweils eigenen Laboratorien erzielten Ergebnissen.

Tabelle 5.6.2-2: Mittelwerte der Makro-Stickyflächen und Variationskoeffizienten für zwei Proben und drei Sortieraggregate sowie zwei verschiedene Methoden

Sortiergerät	Pulmac-Sortierer		Haindl-Sortierer		Somerville-Sortierer	
Max. Schlitzweite	156 µm		178 µm		201 µm	
	Makro-Stickyfläche, mm²/kg					
	Visualisie- rung Labor	Visualisie- rung einheitlich	Visualisie- rung Labor	Visualisie- rung einheitlich	Visualisie- rung Labor	Visualisie- rung einheitlich
INGEDE- Methode nach Grobsortierung	8.473	7.592	7.469	6.558	6.461	7.469*)
TAPPI-Methode nach Grobsortierung	8.543**)	10.496**)	8.691	7.744	7.654	7.162
INGEDE- Methode vor Dispergierung	1.811	1.485	1.262	1.209	862	1.010
TAPPI-Methode vor Dispergierung	2.034	1.933	1.554	1.367	982	1.078
INGEDE- Methode Maschinenbütte			14.198	13.316		
TAPPI-Methode Maschinenbütte			24.522	22.314		
Sortiergerät	Pulmac-Sortierer		Haindl-Sortierer		Somerville-Sortierer	
Max. Schlitzweite	156 µm		178 µm		201 µm	
	Variationskoeffizient Makro-Stickyfläche, %					
INGEDE- Methode nach Grobsortierung	5,9	8,9	19,3	12,4	20,0	0,5
TAPPI-Methode nach Grobsortierung			28,9	18,1	34,8	14,5
INGEDE- Methode vor Dispergierung	11,4	2,0	11,4	8,5	25,0	1,9
TAPPI-Methode vor Dispergierung			23,8	11,4	26,4	28,5
INGEDE- Methode Maschinenbütte			13,3	9,0		
TAPPI-Methode Maschinenbütte			28,1	20,7		

*) nur 2 Messwerte

**) nur 1 Messwert

Nachfolgende **Abbildung 5.6.2-4** zeigt, dass eine Korrelation zwischen den Messergebnissen der INGEDE-Methode und der TAPPI-Methode besteht, die allerdings erwartungsgemäß nicht so gut ausfällt wie bei Durchführung der Versuche in einem einzigen Labor. Bei diesem Rundversuch lagen die nach TAPPI erhaltenen Messergebnisse über den nach INGEDE erhaltenen.

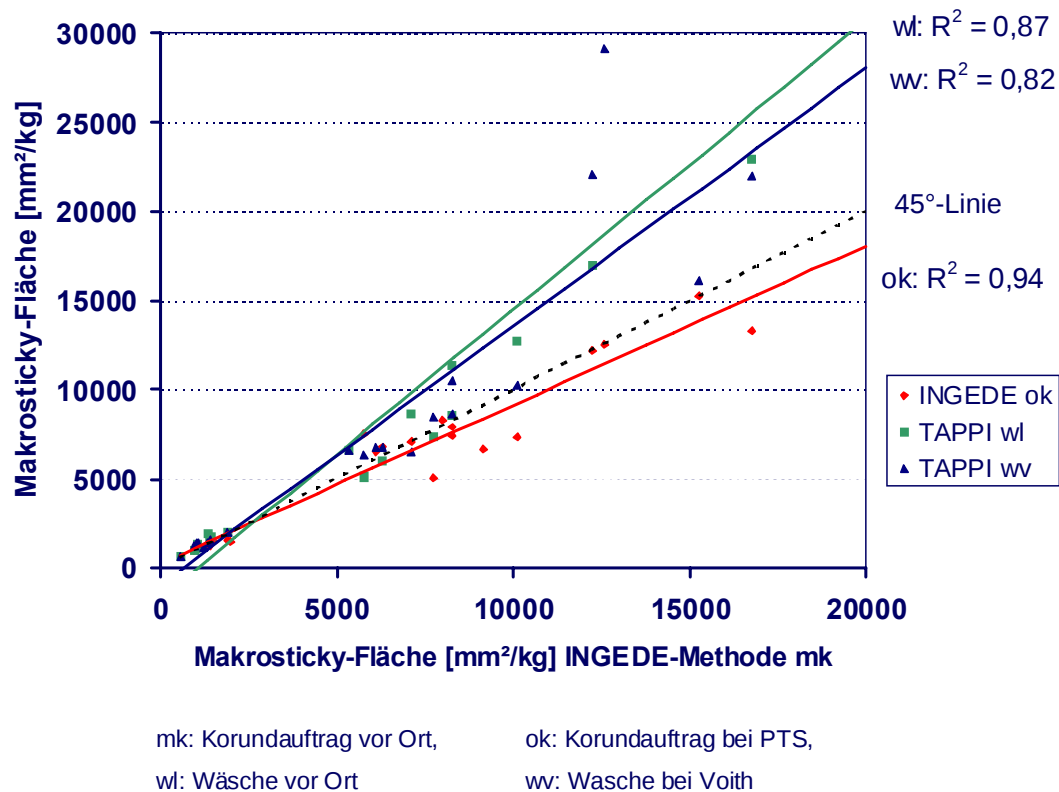


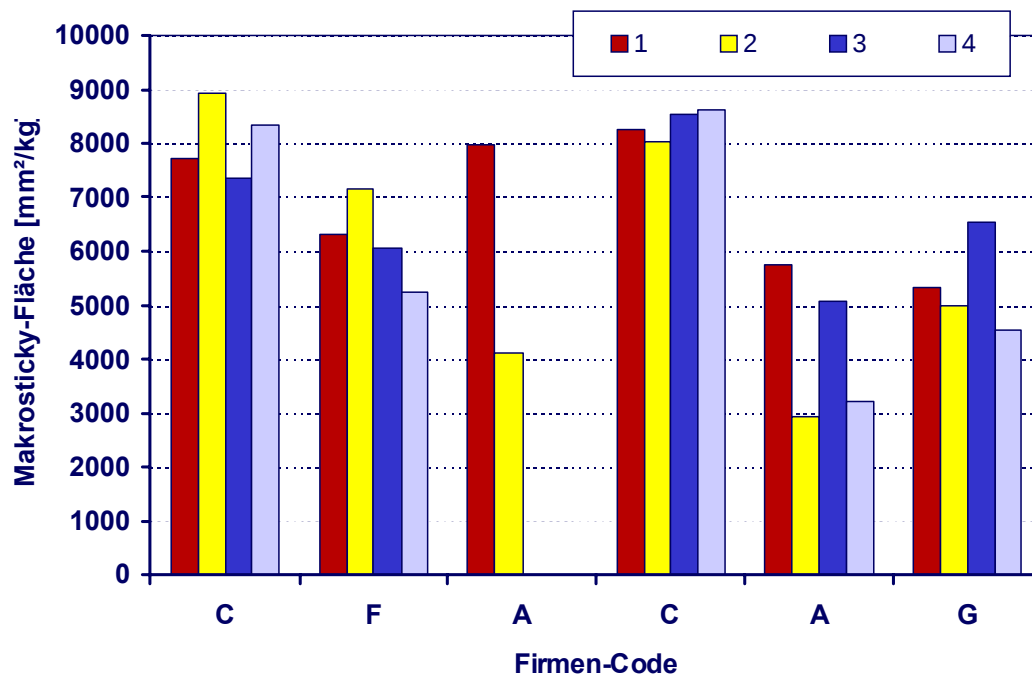
Abbildung 5.6.2-4: Korrelation der nach INGEDE- und TAPPI-Methode ermittelten Makro-Stickyflächen (alle Daten)

5.6.3 Vergleich der Ergebnisse mit Auswertung an unterschiedlichen Bildanalyzesystemen

Die Auswertung der Präparate mit unterschiedlichen Bildanalyzesysteme ist nachfolgend für die grafischen Altpapierstoffe, entnommen nach der Vorsortierung und vor der Dispergierung aufgezeigt (**Abbildung 5.6.3-1**). Herangezogen sind die Ergebnisse nach INGEDE-Methode und TAPPI-Methode jeweils mit Visualisierung vor Ort.

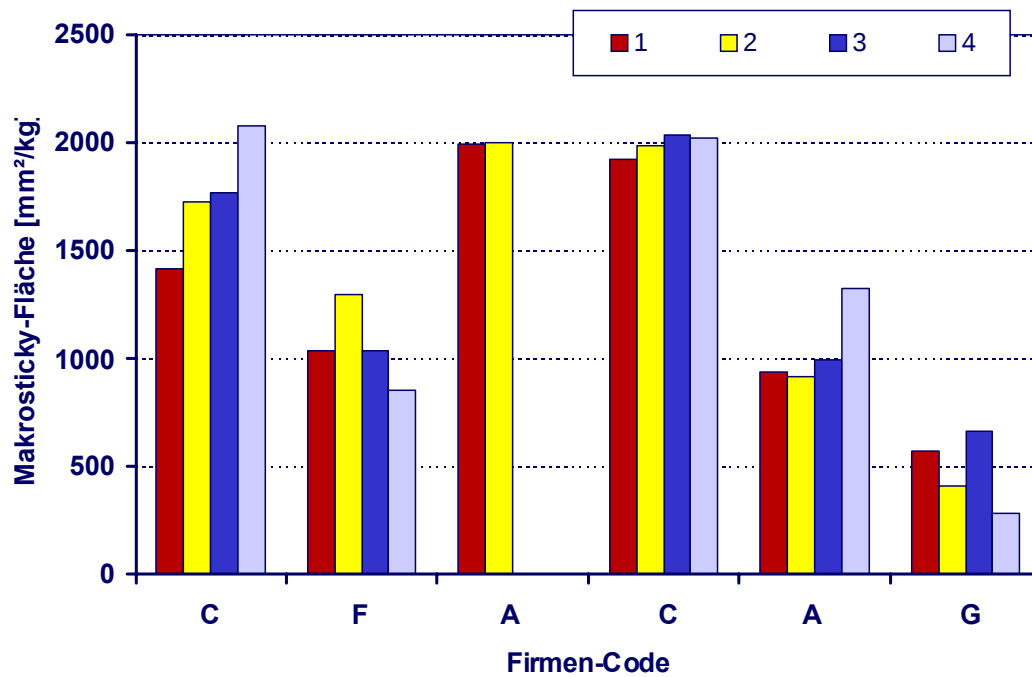
Wie die Abbildungen zeigen, können erhebliche Schwankungen in Abhängigkeit vom verwendeten Bildanalyzesystem auftreten (Beispiel A für Altpapier nach Grobsortierung bzw. Beispiel G für Altpapier vor Dispergierung), die jedoch darauf zurückzuführen sind, dass keine einheitliche Auswertung vorgegeben wurde. Bei Einsatz der gleichen Schwellwertdatei liegen die Schwankungen deutlich niedriger (Beispiel C) und in einem vertretbaren Rahmen.

Werden jedoch hausinterne Methoden für die bildanalytische Auswertung verwendet, können die Variationskoeffizienten zwischen einer einheitlichen Messung an der PTS und firmeneigener Messung zwischen 1 % und 42 % betragen.



- 1: INGEDE-Methode (Korundauftrag vor Ort) Domas-Messung bei PTS
- 2: INGEDE-Methode (Korundauftrag vor Ort) Bildanalytische Bewertung bei Firma
- 3: TAPPI-Methode (Wäsche vor Ort) Domas-Messung bei PTS
- 4: TAPP-Methode (Wäsche vor Ort) Bildanalytische Bewertung bei Firma

Abbildung 5.6.3-1: Ergebnis der Makro-Stickyflächenbewertung nach bildanalytischer Auswertung an der PTS bzw. firmeninterner bildanalytischer Auswertung für grafischen Altpapierstoff nach der Grobsortierung



- 1: INGEDE-Methode (Korundauftrag vor Ort) Domas-Messung bei PTS
 2: INGEDE-Methode (Korundauftrag vor Ort) Bildanalytische Bewertung bei Firma
 3: TAPPI-Methode (Wäsche vor Ort) Domas-Messung bei PTS
 4: TAPP-Methode (Wäsche vor Ort) Bildanalytische Bewertung bei Firma

Abbildung 5.6.3-2: Ergebnis der Makro-Stickyflächenbewertung nach bildanalytischer Auswertung an der PTS bzw. firmeninterner bildanalytischer Auswertung für grafischen Altpapierstoff vor der Dispergierung (Einlauf)

5.6.4 Schlussfolgerungen

- Die Untersuchungen zur Reproduzierbarkeit der beiden Methoden zeigten, dass die Schwankungen in einem vertretbaren Rahmen liegen.
- Bestätigt wurde der Einfluss der Schlitzweite der verwendeten Schlitzplatten.
- Die Reproduzierbarkeit der INGEDE-Methode war unabhängig vom eingesetzten Gerät nach der INGEDE-Methode besser als nach der TAPPI-Methode. Dies kann darauf zurückgeführt werden, dass der Großteil der am Rundversuch Beteiligten überwiegend nach der INGEDE-Methode arbeiten.
- Klar erkennbar wurde auch der Einfluss der Visualisierung. Eine einheitliche Visualisierung lieferte, unabhängig vom eingesetzten Gerät und von den Stoffproben, niedrigere Variationskoeffizienten.
- Besondere Bedeutung kommt der bildanalytischen Auswertung zu. Bei einer einheitlichen Vorgehensweise bei Verwendung unterschiedlicher Scanner liegen die Schwankungen in einem vertretbaren Rahmen. Kommen jedoch hausinterne Methoden zum Einsatz, so können durchaus erhebliche Abweichungen auftreten.

5.6.5 Messergebnisse

Tabelle 5.6.5-1: Zusammenfassung der Messergebnisse für graphischen Altpapierstoff nach der Grobsortierung - INGEDE Methode

Code	Gerät	Einfärbung bzw. Wäsche	Anzahl/kg	StAbw.	V	Fläche	StAbw.	V
			[n/kg]	[n/kg]	[%]	[mm²/kg]	[mm²/kg]	[%]
INGEDE		Vor Ort						
B	HAI	mk	11.424	990	8,7	10.110	1.290	12,8
C	HAI	mk	7.952	1.231	15,5	7.729	999	12,9
D	HAI	mk	8.688	2.188	25,2	7.091	1.607	22,7
E	HAI	mk	7.664	1.346	17,6	6.115	1.286	21,0
F	HAI	mk	.7608	1.043	13,7	6.300	896	14,2
Mittelwert	[n/mm²] bzw. [mm²/kg]		8.667			7.469		
StAbw.	[n/mm²] bzw. [mm²/kg]		1.431			1.441		
Variationsk.	[%]		16,5			19,3		
A	PUL	mk	10.936	1.380	12,6	7.990	1.293	16,2
B	PUL	mk	9.144	1.132	12,4	9.165	1.056	11,5
C	PUL	mk	9.424	597	6,3	8.265	807	9,8
Mittelwert	[n/mm²] bzw. [mm²/kg]		9.835			8.473		
StAbw.	[n/mm²] bzw. [mm²/kg]		787			502		
Variationsk.	[%]		8,0			5,9		
A	SOM	mk	8.376	2.313	27,6	5.763	1.609	27,9
B	SOM	mk	7.360	609	8,3	8.273	910	11,0
G	SOM	mk	5.400	1.899	35,2	5.348	858	16,0
Mittelwert	[n/mm²] bzw. [mm²/kg]		7.045			6.461		
StAbw.	[n/mm²] bzw. [mm²/kg]		1.235			1292		
Variationsk.	[%]		17,5			20,0		
INGEDE		PTS						
B	HAI	ok	9.408	319	3,4	7.364	630	8,6
C	HAI	ok	6.464	728	11,3	5.038	764	15,2
D	HAI	mk	8.688	2.188	25,2	7.091	1.607	22,7
E	HAI	ok	7.864	511	6,5	6.538	766	11,7
F	HAI	ok	9.560	1.299	13,6	6.758	1.424	21,1
Mittelwert	[n/mm²] bzw. [mm²/kg]		8.397			6.558		
StAbw.	[n/mm²] bzw. [mm²/kg]		1.138			810		
Variationsk.	[%]		13,6			12,4		
A	PUL	ok	9.816	368	3,7	8.225	1.265	15,4
B	PUL	ok	8.696	673	7,7	6.649	1.085	16,3
C	PUL	ok	9.456	397	4,2	7.900	1.217	15,4
Mittelwert	[n/mm²] bzw. [mm²/kg]		9.323			7.592		
StAbw.	[n/mm²] bzw. [mm²/kg]		467			679		
Variationsk.	[%]		5,0			8,9		
A	SOM	ok	7.848	784	10,0	7.507	945	12,6
B	SOM	ok	7.736	1.263	16,3	7.432	1.705	22,9
Mittelwert	[n/mm²] bzw. [mm²/kg]		7.792			7.469		
StAbw.	[n/mm²] bzw. [mm²/kg]		56			37		
Variationsk.	[%]		0,7			0,5		

Tabelle 5.6.5-2: Zusammenfassung der Messergebnisse für graphischen Altpapierstoff nach der Grobsortierung - TAPPI Methode

Code	Gerät	Einfärbung bzw. Wäsche	Anzahl/kg	StAbw.	V	Fläche	StAbw.	V
			[n/kg]	[n/kg]	[%]	[mm²/kg]	[mm²/kg]	[%]
TAPPI		Labor						
B	HAI	wl	42.896	13.952	32,5	12.754	2.856	22,4
C	HAI	wl	8.720	2.200	25,2	7.360	3.684	50,1
D	HAI	wl	20.976	3.517	16,8	8.604	815	9,5
F	HAI	wl	8.264	413	5,0	6.046	1.180	19,5
Mittelwert	[n/mm²] bzw. [mm²/kg]		20.214			8.691		
StAbw.	[n/mm²] bzw. [mm²/kg]		14.053			2.514		
Variationsk.	[%]		69,5			28,9		
C	PUL	wl	12.144	2.637	21,7	8.543	2.016	23,6
A	SOM	wl	6.808	1.056	15,5	5.090	784	15,4
B	SOM	wl	32.304	11.224	34,7	11.323	2.858	25,2
G	SOM	wv	14.224	3.271	23,0	6.550	781	11,9
Mittelwert	[n/mm²] bzw. [mm²/kg]		17.779			7.654		
StAbw.	[n/mm²] bzw. [mm²/kg]		10.708			2.662		
Variationsk.	[%]		60,2			34,8		
TAPPI		Voith						
B	HAI	wv	12.056	1.545	12,8	10.177	1.613	15,8
C	HAI	wv	26.760	20.591	76,9	8.486	4.393	51,8
D	HAI	wv	16.216	9.711	59,9	6.532	2.012	30,8
E	HAI	wv	18.000	4.180	23,2	6.809	2.024	29,7
F	HAI	wv	16.680	9.835	59,0	6717	2.721	40,5
Mittelwert	[n/mm²] bzw. [mm²/kg]		17.942			7.744		
StAbw.	[n/mm²] bzw. [mm²/kg]		4.837			1405		
Variationsk.	[%]		27,0			18,1		
C	PUL	wv	36.224	11.664	32,2	10.496	1.631	15,5
A	SOM	wv	18.056	13.520	74,9	6.309	3.155	50,0
B	SOM	wv	9.496	1.894	19,9	8.628	1.649	19,1
G	SOM	wv	14.224	3.271	23,0	6.550	781	11,9
Mittelwert	[n/mm²] bzw. [mm²/kg]		13.925			7.162		
StAbw.	[n/mm²] bzw. [mm²/kg]		3.501			1.041		
Variationsk.	[%]		25,1			14,5		

Tabelle 5.6.5-3: Zusammenfassung der Messergebnisse für graphischen Altpapierstoff vor der Dispergierung – INGEDE Methode

Code	Gerät	Einfärbung bzw. Wäsche	Anzahl/kg	StAbw.	V	Fläche	StAbw.	V
			[n/kg]	[n/kg]	[%]	[mm²/kg]	[mm²/kg]	[%]
INGEDE		Vor Ort						
C	HAI	mk	9.720	695	7,2	1.415	217	15,3
D	HAI	mk	5.447	374	6,9	1.355	84	6,2
E	HAI	mk	5.227	249	4,8	1.239	47	3,8
F	HAI	mk	4.832	981	20,3	1.038	252	24,3
Mittelwert	[n/mm²] bzw. [mm²/kg]		6.306			1.262		
StAbw.	[n/mm²] bzw. [mm²/kg]		1.983			144		
Variationsk.	[%]		31,4			11,4		
A	PUL	mk	7.207	372	5,2	1.993	158	7,9
B	PUL	mk	6.533	563	8,6	1.522	223	14,7
C	PUL	mk	6.240	257	4,1	1.919	93	4,8
Mittelwert	[n/mm²] bzw. [mm²/kg]		6.660			1.811		
StAbw.	[n/mm²] bzw. [mm²/kg]		405			207		
Variationsk.	[%]		6,1			11,4		
A	SOM	mk	3.507	511	14,6	941	230	24,5
B	SOM	mk	3.907	232	5,9	1.076	141	13,1
G	SOM	mk	2.280	173	7,6	567	28	4,9
Mittelwert	[n/mm²] bzw. [mm²/kg]		3.231			862		
StAbw.	[n/mm²] bzw. [mm²/kg]		692			215		
Variationsk.	[%]		21,4			25,0		
INGEDE		PTS						
C	HAI	ok	9.467	702	7,4	1.249	420	33,6
D	HAI	mk	5.447	374	6,9	1.355	84	6,2
E	HAI	ok	5.507	806	14,6	1.149	221	19,2
F	HAI	ok	5.504	561	10,2	1.083	134	12,4
Mittelwert	[n/mm²] bzw. [mm²/kg]		6.481			1.209		
StAbw.	[n/mm²] bzw. [mm²/kg]		1.724			103		
Variationsk.	[%]		26,6			8,5		
A	PUL	ok	6.460	177	2,7	1.502	69	4,6
B	PUL	ok	6.233	684	11,0	1.450	164	11,3
C	PUL	ok	6.060	396	6,5	1.504	86	5,7
Mittelwert	[n/mm²] bzw. [mm²/kg]		6.251			1.485		
StAbw.	[n/mm²] bzw. [mm²/kg]		164			30		
Variationsk.	[%]		2,6			2,0		
A	SOM	ok	3.967	596	15,0	991	153	15,4
B	SOM	ok	3.960	386	9,7	1.029	154	15,0
Mittelwert	[n/mm²] bzw. [mm²/kg]		3.963			1.010		
StAbw.	[n/mm²] bzw. [mm²/kg]		3			19		
Variationsk.	[%]		0,1			1,9		

Tabelle 5.6.5-4: Zusammenfassung der Messergebnisse für graphischen Altpapierstoff vor der Dispergierung – TAPPI Methode

Code	Gerät	Einfärbung bzw. Wäsche	Anzahl/kg	StAbw.	V	Fläche	StAbw.	V
			[n/kg]	[n/kg]	[%]	[mm²/kg]	[mm²/kg]	[%]
TAPPI		Vor Ort						
C	HAI	wl	11.587	1.283	11,1	1.769	64	3,6
D	HAI	wl	11.853	1.231	10,4	1.862	247	13,3
F	HAI	wl	4.747	75	1,6	1.033	67	6,5
Mittelwert	[n/mm²] bzw. [mm²/kg]		9.396			1554		
StAbw.	[n/mm²] bzw. [mm²/kg]		3.289			371		
Variationsk.	[%]		35,0			23,8		
C	PUL	wl	7.193	711	9,9	2.034	315	15,5
A	SOM	wl	2.960	498	16,8	989	240	24,3
B	SOM	wl	4.667	818	17,5	1.296	325	25,1
G	SOM	ww	2.680	275	10,3	660	105	15,8
Mittelwert	[n/mm²] bzw. [mm²/kg]		3.436			982		
StAbw.	[n/mm²] bzw. [mm²/kg]		878			260		
Variationsk.	[%]		25,6			26,4		
TAPPI		Voith						
C	HAI	ww	4.767	170	3,6	1.545	104	6,7
D	HAI	ww	8.893	1.993	22,4	1.425	217	15,2
E	HAI	ww	8.240	1.402	17,0	1.119	164	14,6
F	HAI	ww	7.120	259	3,6	1.380	135	9,7
Mittelwert	[n/mm²] bzw. [mm²/kg]		7.255			1.367		
StAbw.	[n/mm²] bzw. [mm²/kg]		1570			156		
Variationsk.	[%]		21,6			11,4		
C	PUL	ww	7.247	124	1,7	1.933	122	6,3
A	SOM	ww	4.547	515	11,3	1.184	399	33,7
B	SOM	ww	5.680	1.714	30,2	1.389	234	16,8
G	SOM	ww	2.680	275	10,3	660	105	15,8
Mittelwert	[n/mm²] bzw. [mm²/kg]		4.302			1.078		
StAbw.	[n/mm²] bzw. [mm²/kg]		1237			307		
Variationsk.	[%]		28,7			28,5		

Tabelle 5.6.5-5: Zusammenfassung der Messergebnisse für gemischtes Altpapier
Maschinenbütte

Code	Gerät	Einfärbung bzw. Wäsche	Anzahl/kg	StAbw.	V	Fläche	StAbw.	V
			[n/kg]	[n/kg]	[%]	[mm²/kg]	[mm²/kg]	[%]
INGEDE		Vor Ort						
C	HAI	mk	44.733	3.702	8,3	16.738	1.155	6,9
D	HAI	mk	42.213	3.428	8,1	15.269	1.364	8,9
E	HAI	mk	37.667	2.157	5,7	12.566	733	5,8
F	HAI	mk	32.293	2.030	6,3	12.218	1.122	9,2
Mittelwert	[n/mm²] bzw. [mm²/kg]		39.227			14.198		
StAbw.	[n/mm²] bzw. [mm²/kg]		4.737			1.883		
Variationsk.	[%]		12,1			13,3		
INGEDE		PTS						
C	HAI	ok	39.000	1.020	2,6	13.312	97	0,7
D	HAI	mk	42.213	3.428	8,1	15.269	1.364	8,9
E	HAI	ok	40.480	2.975	7,3	12.518	816	6,5
F	HAI	ok	34.520	947	2,7	12.167	380	3,1
Mittelwert	[n/mm²] bzw. [mm²/kg]		39.053			13.316		
StAbw.	[n/mm²] bzw. [mm²/kg]		2.854			1.201		
Variationsk.	[%]		7,3			9,0		
TAPPI		Labor						
C	HAI	wl	64.893	5.289	8,2	22.953	1.608	7,0
D	HAI	wl	94.547	25.059	26,5	33.639	6.828	20,3
F	HAI	wl	45.933	1.332	2,9	16.973	1.014	6,0
Mittelwert	[n/mm²] bzw. [mm²/kg]		68.458			24.522		
StAbw.	[n/mm²] bzw. [mm²/kg]		20.006			6.894		
Variationsk.	[%]		29,2			28,1		
TAPPI		Voith						
C	HAI	wv	33.240	3.365	10,1	21.946	2.553	11,6
D	HAI	wv	70.667	28.583	40,4	16.082	2.947	18,3
E	HAI	wv	120.627	47.847	39,7	29.105	4.591	15,8
F	HAI	wv	63.760	5.004	7,8	22.122	1.431	6,5
Mittelwert	[n/mm²] bzw. [mm²/kg]		72.073			22.314		
StAbw.	[n/mm²] bzw. [mm²/kg]		3.1371			4.613		
Variationsk.	[%]		43,5			20,7		

Anhang

Bestimmung von Makrostickys – INFOR Projekt 118 Rundversuch

Vorlage, erarbeitet während der Vorbesprechung am 06.08.2008.

Zusammenfassung

Zweck der Anleitung	Diese Anleitung dient dazu, subjektive und verfahrensbezogene Einflüsse auf das Messergebnis bei der Makrostickybestimmung zu minimieren. Diese Anleitung gilt als Standard für den Rundversuch.
Inhalt	Die Anleitung enthält: Probenvorbehandlung Sortierung der Proben im Laborsortierer Visualisierung der Stoffproben
Zeitraumen Probenvorbereitung	Probeneingang der eingedickten Proben von Augsburg bei der PTS München am 26./27. August Probeneingang der filtrierten Proben von Mondi bei der PTS München Ende August Versand der portionierten Stoffproben an die Teilnehmer nach Probeneingang
Zeitraumen Bildanalytische Auswertung	Bildanalytische Auswertung der Proben an der PTS München ab 10. November

Probenvorbehandlung

Altpapierstoffproben Grafische Altpapierstoffe
 Nach Grobsortierung
 Einsatzmenge je Sortierung 25 g otro
 Vor Disperger (Einlauf)

 Einsatzmenge je Sortierung 50 g otro
 Brauner Altpapierstoff
 Maschinenbütte:

 Einsatzmenge je Sortierung 25 g otro

Probenversand Die Stoffproben werden in filtriertem Zustand portioniert in jeweiliger Stoffmenge an die Teilnehmer versandt.

Probenlagerung Nach Probeneingang bei den Teilnehmern werden die filtrierten Stoffproben eingefroren (portioniert in jeweiliger Stoffmenge) und bis zur Bestimmung gelagert.

Probenvorbehandlung Die zu untersuchenden Stoffproben werden am Tag vor der Analyse entnommen und über Nacht aufgetaut.

Stoffmenge Zur Stoffsortierung sind die folgenden Stoffmengen (otro) einzusetzen:

Probe	Stoff otro [g]
Nach Grobsortierung	25
Vor Disperger	50
Maschinenbütte	25

Probenvorbehandlung, Verdünnung und Homogenisierung der Stoffproben Die Proben werden nach Verdünnung auf 2 l mit Leitungswasser (Temperatur unter 20 °C) 30 min eingeweicht und 5 min im Standarddesintegrator desintegriert (15 000 Umdrehungen). Vor der Sortierung werden die Stoffproben auf 3 bzw. 4 l mit Leitungswasser aufgefüllt:

Probe	Volumen vor Sortierung [l]
Nach Grobsortierung	3
Vor Disperger	4
Maschinenbütte	3

Sortierung der Proben im Laborsortierer

Überblick grafische Altpapierstoffe	Nach Grobsortierung: Einsatzmenge: 25 g otro Schlitzplatten: 0,15 mm Haindl-Fraktionator: Einfüllen: in 3 Teilen: Einfüllzeit 0, 1, 2 min + Sortierung = 10 min 480 Doppelhübe 10 l/ min Durchfluss Somerville: Einfüllzeit bis 2 min + Sortierzeit = 20 min Durchfluss 9 l/min Standardhub Vor Disperger (Einlauf) Einsatzmenge: 50 g otro Schlitzplatten: 0,15 mm Haindl-Fraktionator: Einfüllen: in 4 Teilen: Einfüllzeit 0, 1, 2, 3 min + Sortierung = 10 min 480 Doppelhübe 10 l/ min Durchfluss Somerville: Einfüllzeit bis 2 min + Sortierzeit = 20 min Durchfluss 9 l/min Standardhub
Überblick brauner Altpapierstoff	Maschinenbütte: Einsatzmenge: 25 g otro Schlitzplatten: 0,15 mm Haindl-Fraktionator: Einfüllen: in 3 Teilen: Einfüllzeit 0, 1, 2 min + Sortierung = 10 min 480 Doppelhübe 10 l/ min Durchfluss Somerville: Einfüllzeit bis 2 min + Sortierzeit = 20 min Durchfluss 9 l/min Standardhub
Schlitzplatten	Eine einheitliche Schlitzplatte, die allen Rundversuchsteilnehmern für den Zeitraum der Versuchsdurchführung zur Verfügung gestellt wird, wird eingesetzt. 150 µm Schlitzplatten Metall-Schlitzplatte Pulmac von UPM Schongau Metall-Schlitzplatte Haindl von Stora Enso Research Metall-Schlitzplatte Somerville von Voith

**Durchführung
Sortierung –
Einstellungen**

Folgende Einstellungen sind vorzunehmen bzw. sind vorgegeben:

Aggregat	Schlitzweite Platte	Durchmesser Filterblatt	Überführung Stickys auf Filterblatt
	[µm]	[mm]	
Haindl	150	240	Blattbildner
Somerville	150	240	Blattbildner
Pulmac	150	200	Direkt

Aggregat	Wassermenge	Extras	Betriebsdauer Stoffeintrag + Sortierung
	[l/min]		[min]
Haindl	10	480 Doppelhübe/min	2 bzw. 3 + 8 bzw. 7 = 10
Somerville	9	Standardhub	bis 2 + ab 18 = 20
Pulmac	Automatisch	Abgestimmt	12

Der Stoffeintrag beim Haindl-Fraktionator erfolgt in 3 bzw. 4 Teilen nach 0, 1, 2 und ggf. 3 min. Betriebsdauer (Stoffeintrag + Sortierung) ist 10 min. Nach Ablauf der Sortierzeit ist zuerst der Hub des Haindl-Fraktionators auszuschalten, anschließend ist das Wasser abzusperren und erst dann wird der Stauring abgelassen. Beim Ablassen des Fraktionators ist die Innenwand mit Wasser abzuspülen um eventuell anhaftende Rückstände mit auf die Schlitzplatte zu bekommen.

Die verdünnten Proben werden in den Somerville-Laborsortierer kontinuierlich eingetragen (Eintragszeit ca. 2 min). Nach einer Auswaschzeit von 20 min (inklusive Eintragszeit) und bei einer Waschwassermenge von 9 l/min (Standardeinstellung) wird das Fraktioniergerät abgeschaltet.

Im Pulmac MasterScreen läuft diese „Spülsequenz“ automatisch ab. Die Taktzeiten werden zwischen Frau Schweighart und Frau Seubert abgestimmt. Die zu verwendende Dichtung wird von Frau Schweighart an die Teilnehmer versandt.

**Filtration des
Sortierrück-
stands**

Der auf der Schlitzplatte befindliche Rückstand wird mit der Pistole in den Eimer gespült und mit der Hand nachgespült.

Der Inhalt des Behälters wird restlos in die Rapid-Köthen-Blattbildungssäule überführt, in die man vorher ein weißes (INGEDE-Methode) bzw. schwarzes (TAPPI-Methode) Filtrierpapier eingelegt hat.

Die Durchführung ist sonst gleich der Standard-Blattbildung nach DIN 54358. Dabei ist darauf zu achten, dass sich auf dem Filter kein Filterkuchen, sondern eine Monoschicht ausbildet, um ein Überdecken der Stickys zu vermeiden.

**Kontrolle des
Sortierrück-
standes**

Das Ergebnis der Stoffsortierung ist wie folgt zu kontrollieren:

- a) Liegen viele einzelne Papierfasern auf dem Filterblatt? Hat sich eventuell sogar eine Fasermatte gebildet, welche die Stickys verdeckt?
 - b) Sind eventuell sind viele Stippen nassfester Papiere auf dem Filterblatt, die Stickys verdecken können?
 - c) Das Filterblatt muss zwischen den Stickys (und Verunreinigungen / Splintern / Stippen) in jedem Fall noch deutlich zu sehen sein.
 - d) Liegen extrem viele Stickys auf dem Filterblatt (Gefahr Überlappung)?
 - e) Tritt a) oder b) beim 1. Teilnehmer am Rundversuch (UPM Schongau bei graphischen Altpapierstoffen und Stora Enso Research bei braunem Altpapierstoff) ein, soll dies Frau Hanecker mitgeteilt werden, die dann die weitere Vorgehensweise mit allen Teilnehmern abstimmt.
-

Visualisierung der Proben

Vorgehensweise Einfärben der Probe nach INGEDE- Methode

1	Filterblatt auf Teller oder in einer Fotoschale vollständig in Tinte eintauchen, abtropfen, dann 10 min auf definiertem Saugpapier (Zellstofftücher: Firma ZetPutz, Art. Nr. 11490-00, Putz- und Polierrolle Multisoft, hochweiß, 4-lagig) abtropfen lassen und dann in Blattbildner trocknen zwischen 2xKarton (Unterseite) und Silikonpapier+Karton (Stickyseite) 10 min bei 95 °C Kontrolle der Filter ev. Anfärbung von Folie mit Schwarzem Stift
2	Stickyseite des Filterblattes komplett mit Korundpulver (immer frisches verwenden) gleichmäßig überschüssig bestreuen (dünne Schicht), in Blattbildner trocknen zwischen Karton (Unterseite) und Silikonpapier (Stickyseite), 10 min bei 95 °C
3	überschüssiges Pulver mit Pinsel entfernen. Filter zwischen 2 Fingern aufhängen und leicht mit dem Pinsel abpinseln (Naturhaarkosmetikpinsel)
4	eventuell nicht eingefärbte Partikel mit Markierungsstift nachträglich schwarz färben

Tinte: Pelikan-Tinte 4001 brillant-schwarz (aus Bürohandel)

Korundpulver: Korundpulver weiß, loses Korn Nr. 2A220 (Korngröße 80 µm)
Dorfnerwerk GmbH, Postfach 1252, 71202-Leonberg

Markierungsstift: jeder wasserfeste schwarze Folienstift möglich

Karton: Deckkarton für Blattbildner

Silikonpapier: wird mit den Proben versandt

**Vorgehens-
weise
Einfärben der
Probe nach
TAPPI
Methode**

Temperatur- und Druckbehandlung:

Nach dem Absaugen wird auf den noch feuchten Filter ein Blatt des gestrichenen Markierpapiere gelegt, so dass sich der Rückstand mit den Stickies zwischen Strich und Filter befindet.

Nach 10minütiger Trocken- und Ausschmelzzeit im Rapid-Köthen-Trockner unter Standardbedingungen hinsichtlich Temperatur (min. 92 °C) und Druck (VPAW: Carver Automatic Press) wird das Präparat aus dem Trockner genommen. Nach einer Aushärtezeit von 10 bis 15 Min. wird das Pick-up – vorsichtig abgehoben. Die Stellen, an denen sich Stickies auf dem Filter befinden, sind dann durch eine weiße Pigmentschicht gekennzeichnet.

Waschen für Rundversuch:

Filter auf Blattbilndersieb unter 45 ° Winkel mit weichem Schlauch mit Wasser (Druck 1 bar) 20 sec abspülen.

Flachstrahldüse wird (wenn gefunden wird) mitgeschickt.

Trocknen:

Der gereinigte Filter wird mit silikonisiertem Papier abgedeckt (verhindert Anhaften der Stickies) und nochmals 10 min im Rapid-Köthen-Trockner getrocknet.

Abdecken von Nicht-Stickies:

Sollten trotz Waschens der schwarzen Filtrierpapiere noch helle Fasern oder andere nicht von Stickies herrührende weiße Rückstände auf der Filteroberfläche zurückgeblieben sein, so werden diese mit einem schwarzen Filzstift überdeckt.

**Präparate-
bildung**

Stoff vor Disperger und Maschinenbütte: 4 X 3 Präparate

Bei Stoff nach Grobsortierung: 4 X 5 Präparate, PTS 1 X 10 Präparate

**Präparate je
Altpapierstoff**

3 bzw. 5 visualisierte Präparate nach INGEDE nach Einfärben, mit Silikonpapier bedeckt, Korundauftrag erfolgt bei PTS

3 bzw. 5 visualisierte Präparate nach TAPPI ohne Wäsche an Herrn Schönherr

3 bzw. 5 visualisierte Präparate nach INGEDE mit Korudentfernung

3 visualisierte Präparate nach TAPPI mit Wäsche

**Vorschlag für
Messung der
Präparate**

Visualisierte Proben nach INGEDE werden an PTS München gesandt.

Visualisierte Proben ohne Wäsche nach TAPPI werden an Voith gesandt
Wäsche bei Voith

Bildanalyse aller Proben erfolgt an der PTS München

**Messung der
Präparate**

Stoffe vor Wäschen an Voith, dort Wäsche, dann zu PTS

Restliche Präparate an PTS

Messung mit DOMAS PTS-Schwellwertdatei

Rücksenden der Proben an Teilnehmer zur Vermessung mit eigenem System