

**ZELLCHEMING**VEREIN DER ZELLSTOFF- UND PAPIER-
CHEMIKER UND -INGENIEUREFachausschuss Altpapierverwertung (RECO)
Unterausschuss Recyclingtechnologie (RECO 1)

1 Einführung

Nach einer repräsentativen Probenahme von Stoffproben aus Altpapieraufbereitungsanlagen ist nicht immer eine unverzügliche Probenanalyse möglich. Zwischen Probennahme und Probenanalyse können häufig mehrere Stunden bis zu einigen Tagen liegen, abhängig ob die Proben im eigenen Labor oder gegebenenfalls auch extern analysiert werden. Insbesondere Altpapierstoff-Suspensionsproben können aufgrund mikrobiologischer Aktivitäten zeitlichen Veränderungen unterliegen, die Auswirkung auf die ermittelten Analysenwerte haben.

Die vorliegende Empfehlung zur Lagerung bzw. Konservierung von Altpapierstoffproben basiert auf einem vom INFOR-Forschungsrat finanzierten Forschungsprojekt /1-4/. Die darin untersuchten Zeiträume der Einlagerung der Altpapierstoffproben betragen bis zu 7 Tagen bei Raumtemperatur und im gekühlten Zustand sowie bis zu 8 Monaten im eingefrorenen Zustand. Im Falle der Verwendung von Konservierungsmitteln beruhen die Erfahrungen ebenfalls auf maximalen Lagerdauern von 7 Tagen bei Raumtemperatur. Zum Zeitpunkt der Versuchsdurchführung lag die Raumtemperatur meist in einem Bereich von $+22\text{ °C} \pm 2\text{ °C}$. Alle Erfahrungen basieren auf Versuchen mit Prozesswässern bzw. Altpapierstoff-Suspensionsproben, die mit ca. 1 % und ca. 4 % Stoffdichte aus Aufbereitungsanlagen für gemischtes Altpapier sowie Deinkingware für die Herstellung von Wellpappenrohpa-pieren bzw. grafischen Papieren gezogen wurden.

2 Zweck und Anwendungsbereich

Diese Methode gibt Empfehlungen für die Lagerung von Altpapierstoff-Suspensionsproben und Prozesswässern für den Fall, dass nach der Probennahme keine unmittelbare Messung von physikalischen oder chemischen Kenngrößen erfolgen kann. Grundsätzlich sollte auf die Lagerung von Altpapierstoffproben verzichtet und Messwerte unmittelbar erfasst werden. Sofern eine Lagerung von Altpapierstoffproben dennoch notwendig ist, gibt diese Methode in Abhängigkeit von den durchzuführenden Analysen Empfehlungen für die Einlagerung bzw. Konservierung der Stoffproben.

3 Begriffe

Gemäß DIN 6735 versteht man unter dem Begriff Altpapierstoff „aus Altpapier durch Aufbereitungsverfahren für die Papierherstellung geeignet gemachter Halbstoff“ /5/. Im Rahmen dieses Merkblattes wird unter dem Begriff Altpapierstoffprobe nicht nur

der fertig aufbereitete Halbstoff verstanden, sondern alle innerhalb des Aufbereitungsprozesses anfallenden Altpapierstoff-Suspensionsproben sowie jegliche Art von Prozesswässern innerhalb einer Altpapieraufbereitungsanlage.

4 Prinzip

Das vorliegende Arbeitsblatt gibt eine Empfehlung zur Lagerung und Konservierung von Altpapierstoffproben durch thermische und chemische Maßnahmen. Grundsätzlich sollten die für eine Prüfung vorgesehenen Altpapierstoffproben repräsentativ gezogen sein. Es empfiehlt sich daher eine Vorgehensweise gemäß ZELLCHE-MING-Arbeitsblatt RECO 1/2007: „Repräsentative Probenahme von Altpapierstoff-Suspensionsproben in Papierfabriken“ /6/.

Falls keine direkte Probenmessung innerhalb von ca. 4 Stunden nach Probenahme erfolgen kann, ist nach dem vorliegenden Arbeitsblatt zu verfahren.

5 Geräte und Hilfsmittel

Für die Einlagerung von Altpapierstoffproben bei niedriger Temperatur eignen sich Kühlschränke bzw. Kühlkammern sowie Gefrierschränke/-truhen bzw. Gefrierkammern, die die angegebenen Temperaturvorgaben einhalten.

Für die Konservierung der Altpapierstoffproben mit chemischen Additiven können Natriumazid, Formaldehyd oder ein kommerzielles Biozid verwendet werden.

6 Vorbereitung

Für die Einlagerung ist das erforderliche technische Gerät zur Verfügung zu stellen und vor Probeneinlagerung auf Betriebstemperatur zu bringen. Bei Verwendung von Konservierungsmitteln sind die chemischen Additive bereit zu halten. Bei automatisierter Ziehung von Tagesmischproben sind entsprechende gerätespezifische Empfehlungen mit Kühlung einzuhalten. Die Einlagerungsdauer beginnt grundsätzlich mit der Probenbereitstellung.

7 Allgemeines zur Durchführung

Unnötige zusätzliche Lagerungszeiten bei erhöhter Temperatur bzw. ohne Dosierung von Konservierungsmitteln sollten möglichst vermieden werden.

Die Einlagerung von Altpapierstoffproben bei niedriger Temperatur sollte in geeigneten Behältnissen möglichst rasch erfolgen. Bei Verwendung von Gefriergeräten kann häufig ein spezielles Schnellfrostprogramm aktiviert werden, was andere Proben vor einem Auf- bzw. Antauen schützt.

Bei Verwendung eines Konservierungsmittels muss dieses unter Beachtung der jeweiligen Sicherheitsbestimmungen homogen in die Altpapierstoffprobe eingerührt werden.

8 Vorgaben zur Stoffprobenlagerung bzw. -konservierung

Grundsätzlich sollte die Erfassung von Messwerten möglichst unmittelbar nach Probenahme erfolgen. Ist dies nicht möglich, dann hilft in vielen Fällen bereits eine gekühlte Lagerung, um die ersten 7 Tage ohne große Veränderungen bezüglich

chemischer und physikalischer Kenngrößen zu überstehen. Bei längerer Lagerungsnotwendigkeit sollten Proben für die CSB- und TOC-Bestimmung eingefroren werden. Zur Bestimmung von organischen Säuren können die Proben gekühlt gelagert werden oder mit einem Konservierungsmittel (bevorzugt Natriumazid oder ein kommerzielles Biozid) versetzt werden. Dabei ist in Abhängigkeit von der Vorbelastung des Probematerials jeweils eine ausreichende Dosierung zu gewährleisten. Für die Bestimmung von Suspensions- und Blatteigenschaften sollten Altpapierstoffproben nicht eingefroren werden, da dies irreversible Faseränderungen zur Folge haben kann. Bei der Ermittlung von pH-Wert, Redoxpotenzial, Ladungsverteilung, Fällpotenzial von klebenden Verunreinigungen, Schwefelwasserstoffgehalt und Keimzahl in Altpapierstoffproben sollte auf eine Einlagerung bzw. Konservierung generell verzichtet und die Messungen möglichst unverzüglich nach Probennahme durchgeführt werden. **Tabelle 1** gibt einen Überblick über die möglichen, die zu bevorzugenden und die zu vermeidenden Lagerungsvarianten.

9 Probenahmebericht

Bei der Einlagerung bzw. Konservierung von Altpapierstoffproben sollte die Art und Dauer der Einlagerung bzw. die Menge der verwendeten Konservierungsmittel im Probenahmebericht (s. Kapitel 8 von Literaturstelle /6/) aufgeführt werden, ebenso wie etwaige Abweichungen von diesem Arbeitsblatt.

10 Literatur

- 1) Putz, H.-J. und Strauß, J.: Einfluss der Probenlagerung von Altpapierstoff auf Messergebnisse physikalischer und chemischer Kenngrößen. Abschlussbericht INFOR-Projekt 90, Darmstadt, Februar 2008
- 2) Putz, H.-J. und Strauß, J.: Einfluss der Lagerung von Altpapierstoffproben auf physikalische und chemische Eigenschaften. Preprint PTS-Deinking-Symposium, Leipzig, 2008, S. 4-1 – 4-16
- 3) Putz, H.-J. und Strauß, J.: Einfluss der Lagerung von Altpapierstoffproben auf physikalische und chemische Eigenschaften. IPW, Nr. 6, 2008, S. 87 – 97
- 4) Putz, H.-J. und Strauß, J.: Impact of the storage of recycled fibre pulp samples on physical and chemical properties. In press of Progress in Paper Recycling (to be published soon)
- 5) N. N.: Papier, Pappe und Halbstoffe: Übersicht von Begriffen. DIN 6735: 2000-06. In DIN-Taschenbuch 118, Beuth Verlag GmbH, Berlin, Wien, Zürich, 6. Auflage, 2003
- 6) N.N.: Repräsentative Probenahme von Altpapierstoff-Suspensionsproben in Papierfabriken. ZELLCHEMING-Arbeitsblatt 1/2007 des Fachausschusses RECO vom 29.12.2007.
http://www.zellcheming.de/service/content_merkblaetter_fa16.php

Tabelle 1: Empfehlungen für Lagerungsvarianten

(sofern keine unmittelbare Messung möglich ist)

X = empfohlene Lagerungsbedingung

XX = besonders empfohlene Lagerungsbedingung

--- = nicht empfohlene Lagerungsbedingung

n. d. = nicht durchgeführt

Parameter	Raumtemperaturlagerung	Gekühlte Lagerung	Eingefrorene Lagerung	Konservierungsmittel
Temperatur	20 °C bis 22 °C	1 °C bis 6 °C	≤ -18 °C	1 °C bis 22 °C
Zeit	max. 7 Tage	max. 7 Tage	max. 8 Monate	max. 7 Tage
Stoffdichte	0,2 % – 5 %	0,2 % – 5 %	1 % – 5 %	4 % – 5 %
SUSPENSIONSEIGENSCHAFTEN				
SR, WRV, Stippen	X	XX	---	X
Faserlänge	X	XX	---	n. d.
Makro-Sticky	X	XX	---	n. d.
BLATTEIGENSCHAFTEN				
Bruchkraft, WRA, SCT, RCT, CMT	X	XX	---	X
OPTISCHE EIGENSCHAFTEN				
Weißgrad, Helligkeit	X	XX	X	n. d.
Schmutzpunkte	---	X	X	n. d.
PROZESSWASSEREIGENSCHAFTEN				
CSB, TOC	---	X	XX	n. d.
pH, Redoxpotenzial, PCD, Fällpotenzial	---	---	---	---
Organische Säuren	---	XX	X	XX
H ₂ S, Keimzahl	---	---	---	---