

## 1 Zweck und Anwendungsbereich

Diese INGEDE-Methode dient der Bestimmung feindisperser und kolloidaler Inhaltstoffe in Altpapierstoffen und Wässern der Altpapieraufbereitung sowie der Papiermaschine mittels Fällung derselben durch kationische Polymere. Das entstehende Fällprodukt ist ein Summenparameter für alle anionischen Inhaltstoffe sowie Faserfeinstoff, Füllstoff- und Pigmentpartikel, klebende und nichtklebende Polymerteilchen und Elektrolyte. Für eine konkrete Altpapieraufbereitungsanlage und Papiermaschine kann bei bekannten Randbedingungen ein indirekter Zusammenhang zum Mikrostickygehalt bestehen.

## 2 Geräte und Prüfmittel

Als Geräte und Prüfmittel werden benötigt:

- Probenahmebehälter
- Bechergläser
- Mahlgradsieb in Filtrationsbehältnis (z. B. Mahlgradprüfer)
- Kartoffelpresse
- Mahlgradsieb oder Filterblätter
- Nutsche
- Trockenschrank
- Waage
- (Verascher)

## 3 Probenahme und Probenvorbereitung

### 3.1 Probenahme

Es ist genügend Probe zu entnehmen, um im Ergebnis der Probenvorbereitung mindestens einen Liter Filtrat mit feindispersen und kolloidalen Inhaltstoffen zu erhalten.

### 3.2 Probenvorbereitung

Ziel der Probenvorbereitung ist die Herstellung von mindestens einem Liter Filtrat mit ausschließlich feindispersen und kolloidalen Inhaltstoffen (Teilchen  $< 150 \mu\text{m}$ ). Zur Abtrennung der grobdispersen Teilchen dient ein Mahlgradsieb gemäß ISO 5267/1.

Bei der Probenvorbereitung ist zwischen Stoff- und Wasserproben zu unterscheiden.

*Wasserproben:*

Filtration über Mahlgradsieb (z. B. in Mahlgradprüfer).

*Stoffproben:*

Die Abtrennung der feindispersen und kolloidalen Inhaltstoffe von den grobdispersen kann bei

- der Stoffdichte der Stoffproben (Untersuchung eines Prozesses)
- einer Stoffdichte von 1 % nach Verdünnung der Stoffprobe durch Zugabe von destilliertem Wasser (Untersuchung eines Verfahrenszuges)

erfolgen. Die Vorgehensweise 1 ist zu empfehlen, wenn ausschließlich ein konkreter Prozeß untersucht werden soll, da in diesem Fall der Einfluss der Stoffdichte nicht relevant ist und so der Arbeitsaufwand minimiert werden kann. Sollen jedoch mehrere Prozesse bzw. ein Verfahrenszug betrachtet werden, so sollte die Abtrennung der feindispersen und kolloidalen Inhaltstoffe unter identischen Bedingungen vorgenommen werden (Fall 2). Hierzu ist durch Zugabe von destilliertem Wasser eine Stoffdichte von 1 % einzustellen. Die Verdünnung kann jedoch möglicherweise infolge zu geringer Konzentration der Inhaltstoffe eine sichtbare Ausfällung verhindern. In diesem Fall ist die Konzentration durch Verdampfung des Wassers zu erhöhen (vgl. Punkt 4).

Die grobdispersen Partikel (Fasern u. a.) werden an einem Mahlgradsieb (Mahlgradprüfer nach ISO 5267/1) durch Freifallentwässerung abgetrennt. Danach verbleiben viele Inhaltstoffe im Filterkuchen, bei hohen Stoffdichten kommt es zu keiner Entwässerung am Mahlgradsieb. Sowohl Filterkuchen als auch nicht entwässerbare Stoffproben werden mechanisch nachentwässert bzw. entwässert. Für die Entwässerung wird eine handelsübliche Kartoffelpresse eingesetzt. Das entstehende Filtrat wird ebenfalls über das Mahlgradsieb gegeben.

## **4 Durchführung**

### **4.1 Fällung anionischer Inhaltstoffe**

Die anionischen Inhaltstoffe werden mit einer 0,5-prozentigen Lösung (bezogen auf Handelsware) des Nalco-Produkts Nalco 74508 gefällt. Unter Rühren (Magnetrührer) wird dem in einem Becherglas vorgelegten Filtrat diese Lösung langsam und kontinuierlich zudosiert. Die Zugabe wird beendet, wenn keine Zunahme des Fällproduktes (Koazervat) mehr ersichtlich ist (subjektiver Einfluß gegeben). Die Größenordnung an notwendigem Fällmittel kann durch entsprechende Vorversuche ermittelt werden. Sollte es zu keiner Ausfällung kommen, ist die Menge der anionischen Inhaltstoffe pro Volumeneinheit zu gering. In diesem Fall ist das Filtrat (neues Filtrat) anteilig einzudampfen (1. Stufe Halbierung) und anschließend zu fällen.

### **4.2 Abtrennung des Fällprodukts**

Nach der Fällung ist der Niederschlag vom Filtrat zu trennen. Für die Abtrennung sollten entweder ein ausgewogenes Mahlgradsieb oder ein Papierfilter (maximale Porenweite) herangezogen werden. Das Mahlgradsieb ist zu bevorzugen, da damit gewährleistet ist,

dass alle Teilchen bis 150 µm berücksichtigt werden. Bei Einsatz von Filterpapier werden alle Teilchen, die größer als die Porenweite sind, auch ohne entsprechende Fällung zurückgehalten, so dass es nicht möglich ist, zwischen Koazervat und Einzelteilchen zu differenzieren.

## **5 Auswertung**

Das abfiltrierte Koazervat wird im Trockenschrank bis zur Gewichtskonstanz getrocknet. Von der otro-Masse des Koazervats wird die otro-Masse des zudosierten Fällmittels abgezogen. Resultat ist die Masse der mit kationischem Polymer fällbaren Inhaltstoffe. Diese Masse kann entweder auf die otro-Faserstoffmenge der Stoffprobe oder eine entsprechende Volumeneinheit (z. B. bei Wässern) bezogen werden. Wird nur der organische Anteil des Fällprodukts benötigt, so kann es anschließend verascht und der Ascheanteil berücksichtigt werden.

## **6 Prüfbericht**

Im Prüfbericht aufzuführen sind die Herkunft und Stoffdichte der Originalprobe, die Probenvorbehandlung (z. B. Verdünnen oder Eindampfen), die Stoffdichte der zur Fällung herangezogenen Filtrate, die Fällmittelmenge, die Masse des Koazervats und die Masse der fällbaren Inhaltstoffe.

## **7 Quellen**

ISO 5267/1: Pulps – Determination of drainability – Part 1: Schopper-Riegler method.

## **8 Erläuterung**

Die INGEDE-Methode basiert auf dem INGEDE-Projekt 38 94 PTS/IFP „Entwicklung von Methoden zur quantitativen Analyse von Mikro- und Makrostücken“.

INGEDE ÖA 07/2003

**INGEDE online:**

E-Mail [info@ingede.com](mailto:info@ingede.com)

INGEDE im Internet: <http://www.ingede.com>