

DIN 32701

ICS 01.140.20

**Information und Dokumentation –
Prüfung der Wirksamkeit von Mengenverfahren zur Papierentsäuerung
anhand eines Testpapiers**

Information and Documentation –

Determination of the effectiveness of paper deacidification processes by means of a test paper

Information et documentation –

Méthode d'essai permettant de déterminer l'efficacité des procédés de la désacidification du papier en masse à l'aide d'un papier test

Gesamtumfang 24 Seiten

DIN-Normenausschuss Information und Dokumentation (NID)

Inhalt

	Seite
Vorwort	3
Einleitung	4
1 Anwendungsbereich	5
2 Normative Verweisungen	5
3 Begriffe	5
4 Kurzbeschreibung	7
5 Anforderungen	7
5.1 Allgemeines	7
5.2 Probenahme	8
5.2.1 Material	8
5.2.2 Verfahren.....	8
5.3 Verfahrensvalidierung	9
5.3.1 Probenhäufigkeit.....	9
5.3.2 Probenmengen und Probenvorbereitung	9
5.3.3 Prüfverfahren und Mindestanforderungen.....	10
5.4 Routinekontrolle	14
5.4.1 Probenhäufigkeit und Probenmengen	14
5.4.2 Prüfverfahren und Mindestanforderungen.....	14
6 Bericht	15
Anhang A (normativ) Musterformulare für die Dokumentation	16
A.1 Musterformulare für die Dokumentation — Prüfprotokoll für die Verfahrensvalidierung	16
A.1.1 Allgemeines	16
A.1.2 Erklärung zur Verfahrensvalidierung	21
A.2 Musterformulare für die Dokumentation — Prüfprotokoll für die Routinekontrolle	21
A.2.1 Allgemeines	21
A.2.2 Erklärung zur Routinekontrolle	22
Literaturhinweise.....	23

Vorwort

Diese Norm wurde vom Arbeitsausschuss NA 009-00-14 AA „Bestandserhaltung in Archiven und Bibliotheken“ im DIN-Normenausschuss Information und Dokumentation (NID) erarbeitet.

DIN 32701:2018-11 wurde auf Grundlage der ISO/TS 18344:2016 [1] neu erarbeitet.

Es wird auf die Möglichkeit hingewiesen, dass einige Elemente dieses Dokuments Patentrechte berühren können. DIN ist nicht dafür verantwortlich, einige oder alle diesbezüglichen Patentrechte zu identifizieren.

Einleitung

Archive, Bibliotheken und vergleichbare Einrichtungen verwahren Schriftgut und Druckerzeugnisse, das bzw. die sie aus kulturellen Gründen und in einigen Fällen zur Einhaltung gesetzlicher Vorschriften dauerhaft aufbewahren müssen.

Oft ist die Erhaltung dieser Dokumente aus einer Reihe von Gründen gefährdet. Einer dieser Gründe hängt mit der Umstellung der Herstellungsprozesse ab 1850 für modernere Papierarten zusammen.

Im Industriezeitalter haben die Papierherstellungsprozesse erhebliche Änderungen durchlaufen. Eine der betroffenen Komponenten war die Leimung, die im Rahmen der industriellen Papierproduktion durch das Zumischen von Zusätzen in die Fasersuspension vor der Blattbildung erreicht wurde. Diese Zusätze umfassen säurehaltige Stoffe wie Aluminiumsulfat. Die Reaktion des Leimungsmittels führt letztendlich zur Bildung freier Säuren. Diese Säuren katalysieren die Hydrolyse der Cellulose, wodurch das Material brüchig wird. Ungeeignete Klimabedingungen verstärken diesen Prozess. Schadstoffe durch Luftverschmutzung und Abbauprozesse der Cellulose sind zusätzliche Säurequellen im Papier.

Ein weiterer Faktor für die Papierstabilität ist der Rohstoff an sich. Jahrhundertlang wurde Papier aus Textilfasern wie Leinen, Hanf oder Baumwolle hergestellt, die relativ stabile langkettige Cellulose zuführen. Die Suche nach einem besser verfügbaren Rohstoff hat zu einer Erfindung geführt, bei der mittels eines Mahlprozesses ein Faserstoff aus Holz erzeugt wird. Das daraus resultierende Holzschliffpapier enthält neben Cellulose immer noch einen Großteil des Lignins und der Hemicellulosen. Diese Zusammensetzung des Faserstoffes und der mechanische Prozess, der zu einer Kürzung der Fasern führt, ergeben ein weitaus schwächeres Papier. Im Vergleich zu den älteren Hadernpapieren ist Holzschliffpapier auch langfristig weniger stabil.

Der säurebedingte Abbau des Papiers hat sich für Archive und Bibliotheken zu einem erheblichen Problem entwickelt. Neben den Verfahren zur Entsäuerung einzelner Blätter, die seit langer Zeit bei der Restaurierung zur Anwendung kommen, gibt es in den letzten Jahrzehnten neue Entwicklungen bei technischen Verfahren, die in großem Maßstab dazu verwendet werden können, den weiteren säurebedingten Abbau von Kulturgütern, die als Bücher, gebundene oder geheftete Akten oder auch als Einzelblätter vorliegen, hinauszuzögern („Massenentsäuerung“).

Ziel der Entsäuerung ist die nennenswerte Verlängerung der Lebensdauer von Papier. Dies wird durch den Einsatz eines alkalischen Reagenzes erreicht, das die vorhandene Säure neutralisiert und den künftigen säurebedingten Abbau zumindest über eine gewisse Zeitdauer verlangsamen soll (Puffern, Alkalireserve). Die Entsäuerung kann die tatsächlichen physikalischen Eigenschaften des Papiers nicht verbessern, aber zusammen mit der richtigen Lagerung kann sie einen weiteren Abbau verlangsamen.

Daher ist eine Norm notwendig, die einen Validierungsprozess zur Wirksamkeit und Prozessstabilität und damit auch zur Gleichmäßigkeit von Mengenverfahren zur Papierentsäuerung beschreibt.

1 Anwendungsbereich

Diese Norm legt Prüfverfahren und Mindestanforderungen für Mengenverfahren zur Papierentsäuerung in Bezug auf ihre Wirksamkeit und deren gleichbleibende Zuverlässigkeit bezogen auf ein ligninfreies Testpapier fest.

Sie gilt für alle Mengenverfahren, die eine Entsäuerung von säurehaltigem gedrucktem oder handschriftlichem Schriftgut zum Ziel haben.

Nicht Gegenstand dieser Norm sind weitere Elemente der Qualitätskontrolle, insbesondere Kontrollmessungen an Originalobjekten, auch in Bezug auf eventuelle Nebenwirkungen.

2 Normative Verweisungen

Die folgenden Dokumente, die in diesem Dokument teilweise oder als Ganzes zitiert werden, sind für die Anwendung dieses Dokuments erforderlich. Bei datierten Verweisungen gilt nur die in Bezug genommene Ausgabe. Bei undatierten Verweisungen gilt die letzte Ausgabe des in Bezug genommenen Dokuments (einschließlich aller Änderungen).

DIN EN 20187, *Papier, Pappe und Zellstoff; Normalklima für die Vorbehandlung und Prüfung und Verfahren zur Überwachung des Klimas und der Probenvorbehandlung*

DIN EN ISO 535, *Papier und Pappe — Bestimmung des Wasserabsorptionsvermögens — Cobb-Verfahren*

DIN EN ISO 536, *Papier und Pappe — Bestimmung der flächenbezogenen Masse*

DIN EN ISO 1924-2:2009-05, *Papier und Pappe — Bestimmung von Eigenschaften bei Zugbeanspruchung — Teil 2: Verfahren mit konstanter Dehngeschwindigkeit (20 mm/min) (ISO 1924-2:2008); Deutsche Fassung EN ISO 1924-2:2008*

DIN ISO 5630-5:2017-03, *Papier und Pappe — Beschleunigte Alterung — Teil 5: Beanspruchung bei einer erhöhten Temperatur von 100 °C (ISO 5630-5:2008)*

ISO 1762, *Paper, board and pulps — Determination of residue (ash) on ignition at 525 degrees C*

ISO 2144, *Paper, board and pulps — Determination of residue (ash) on ignition at 900 degrees C*

ISO 5351:2010, *Pulps — Determination of limiting viscosity number in cupri-ethylenediamine (CED) solution*

ISO 6588-1, *Paper, board and pulps — Determination of pH of aqueous extracts — Part 1: Cold extraction*

ISO 9184-1, *Paper, board and pulps — Fibre furnish analysis — Part 1: General method*

ISO 9184-4, *Paper, board and pulps — Fibre furnish analysis — Part 4: Graff "C" staining test*

ISO 10716, *Paper and board — Determination of alkali reserve*

3 Begriffe

Für die Anwendung dieses Dokuments gelten die folgenden Begriffe.

3.1

Mengenverfahren

maschinelles Verfahren, mit dem große Mengen in relativ kurzer Zeit bewältigt werden können

3.2

Papierentsäuerung

Neutralisierung organischer und anorganischer Säuren im Papier und Einlagerung einer Alkalireserve

3.3

Massenentsäuerung

Prozess der Papierentsäuerung in großem Maßstab

Anmerkung 1 zum Begriff: Die Begriffe „Massenentsäuerung“ und „Mengenverfahren zur Papierentsäuerung“ sind Synonyme.

3.4

Testpapier

Papier mit definierten Eigenschaften zur Überprüfung der Entsäuerungswirksamkeit

3.5

Prüfblatt

Blatt des Testpapiers, das zusammen mit den Originalobjekten entsäuert und anschließend analysiert wird

3.6

Extrakt-pH-Wert

Wert, der aus einem wässrigen Extrakt gewonnen wird, nachdem das Papier unter festgelegten Bedingungen extrahiert wurde

Anmerkung 1 zum Begriff: Der Wert wird mit einer Glaselektrode gemessen, die in eine bestimmte Menge Wasser getaucht wird, in der Papier in kleinen Stücken verteilt ist

3.7

Alkalireserve

Verbindung (wie Calciumcarbonat), die wie in ISO 10716 beschriebenen Säure neutralisiert, welche nach erfolgter Papierentsäuerung im Laufe der natürlichen Alterung oder aus atmosphärischen Verunreinigungen gebildet wird

3.8

Charge

definierte Menge an Behandlungsgut, das unter den gleichen Bedingungen zusammen entsäuert wird

3.9

Behandlungsvorrichtung

Anlage oder Maschine, mit der die Papierentsäuerung im Mengenverfahren durchgeführt wird

3.10

Verfahrensvalidierung

Überprüfung eines Mengenverfahrens zur Papierentsäuerung nach vorgegebenen Parametern

3.11

Routinekontrolle

regelmäßige Prüfung eines Mengenverfahrens zur Papierentsäuerung in Bezug auf die bei der Verfahrensvalidierung ermittelten Werte

3.12

beschleunigte Alterung

künstlich erzeugte Alterung von Papier wie in DIN ISO 5630-5:2017-03 beschrieben

3.13

Probensatz

vorgegebene Anzahl von Prüfblättern, die bezüglich Entsäuerung und beschleunigter Alterung im gleichen Zustand vorliegen

3.14

Chargenverfahren

Mengenverfahren zur Papierentsäuerung, bei dem das Behandlungsgut in Chargen entsäuert wird

3.15**kontinuierliches Verfahren**

Mengenverfahren zur Papierentsäuerung, bei dem das Behandlungsgut fortlaufend behandelt wird

3.16**Gleichmäßigkeit der Entsäuerung**

einheitliche Verteilung der Alkalireserve und des pH-Wertes über das gesamte Blatt und innerhalb des gesamten Buchblocks

3.17**durchschnittlicher Polymerisationsgrad**

durchschnittliche Anzahl von Anhydroglucoseeinheiten (Cellulosemonomere) im Cellulosemakromolekül

3.18**Zugbeanspruchung**

mechanisches Prüfverfahren für Papier, beschrieben in DIN EN ISO 1924-2:2009-05

4 Kurzbeschreibung

Prüfblätter eines einheitlichen, genau definierten ligninfreien Testpapiers werden zusammen mit dem Behandlungsgut einem Mengenverfahren zur Papierentsäuerung unterzogen. Anschließend werden die Prüfblätter unter Anwendung genormter Prüfverfahren untersucht. Das Testpapier weist einen sauren pH-Wert sowie eine negative Alkalireserve auf wie Papier, das im Zeitraum ab etwa 1870 produziert wurde und seit der Herstellung einer natürlichen Alterung unterlag.

ANMERKUNG 1 Das ligninfreie Testpapier ähnelt typischen Papieren durch die Verwendung von Sulfitzellstoff, Harz-Alaun-Leimung und Füllmaterial sowie in der flächenbezogenen Masse. Jedoch weist das neu gefertigte Papier im Gegensatz zum typischen Behandlungsgut keine bereits angegriffenen Celluloseketten und keine eingelagerten Abbauprodukte auf.

Die Anwendung des Testpapiers sichert zuverlässige Ergebnisse und ermöglicht den Vergleich verschiedener Chargen, Behandlungsvorrichtungen und -varianten. Verschiedene Mengenverfahren zur Papierentsäuerung können in Bezug auf den Extrakt-pH-Wert (5.3.3.2), die Alkalireserve (5.3.3.3), die Gleichmäßigkeit der Entsäuerung (5.3.3.4) und die Eigenschaften bei Zugbeanspruchung (5.3.3.6) verglichen werden, wenn zur Prüfung nach dieser Norm ein identisches Testpapier aus derselben Produktionscharge verwendet wird.

ANMERKUNG 2 Es ist zu betonen, dass erfolgreiche Prüfungen nach dieser Norm nicht garantieren können, dass alle im Rahmen des Verfahrens behandelten Originalobjekte gleich erfolgreich wie die Prüfblätter entsäuert wurden. Das Ergebnis eines Mengenverfahrens zur Papierentsäuerung ist stark von den Eigenschaften des Originalobjekts abhängig, z. B. von dem Säure- und Ligningehalt, der Porosität, der Dicke, der Leimung, der Beschichtung des Papiers usw. Daher kann nicht garantiert werden, dass bei jedem Objekt im Rahmen des Mengenverfahrens zur Papierentsäuerung bestimmte pH-Werte und Mengen der Alkalireserve erreicht werden. Eine bestandene Prüfung bedeutet allerdings, dass eine hohe Prozentzahl der Objekte erfolgreich behandelt wurde.

5 Anforderungen**5.1 Allgemeines**

Diese Norm legt Prüfverfahren zur Verfahrensvalidierung und zur Routinekontrolle fest. Die Verfahrensvalidierung dient der Prüfung, ob ein Mengenverfahren zur Papierentsäuerung seinen festgelegten Zweck erfüllt. Die Routinekontrolle dient der Prüfung, ob die durch die Verfahrensvalidierung bestimmte Wirksamkeit in gleichbleibender Qualität erreicht wird. Daher basiert die Routinekontrolle auf der Verfahrensvalidierung.

5.2 Probenahme

5.2.1 Material

Sowohl die Verfahrensvalidierung als auch die Routinekontrolle werden unter Verwendung von Prüfblättern durchgeführt, von denen einige als Referenz dienen, indem sie dem Mengenverfahren zur Papierentsäuerung nicht unterzogen wurden.

Die Anforderungen an das Testpapier werden in Tabelle 1 definiert.

ANMERKUNG Vgl. zu den Anforderungen an geeignete Testpapiere: Potthast, A., Henniges, U. Vertrauen ist gut, Kontrolle ist besser – Kriterien für Testpapiere zur Qualitätskontrolle in der Mengenentsäuerung nach der neuen ISO/TS 18344. In: ABI-Technik (2016) 2, S. 68-77 [3]. Die Autoren kommen zum Schluss, dass es, um die Wirksamkeit einer Papierentsäuerung verlässlich messen zu können, erforderlich ist, ein Testpapier einzusetzen, das einerseits typische Eigenschaften historischer Papiere besitzt (saure Zellstoffkochung, saure Leimung), andererseits im Hinblick auf den Papierzerfall noch nicht hinreichend erforschte Einflussfaktoren wie z. B. das Lignin ausschließt. Auch Eigenschaften des Testpapiers, die die Messung des Entsäuerungserfolgs beeinflussen (z. B. eine originäre Alkalireserve durch Füllstoffe oder Inhomogenitäten aus der Produktion), seien möglichst auszuschließen.

Tabelle 1 — Anforderungen an das Testpapier

	Testpapier (ligninfrei)	Nach Norm
Faserstoff	Mindestens 65 % gebleichter Sulfitfaserstoff (Laub- oder Nadelholz) mit Hemicellulosen, bis zu 35 % anderer gebleichter Faserstoff (z. B. Kraftzellstoff) möglich	ISO 9184-1; ISO 9184-4
Kaolinfüllstoff	10 % bis 15 % Kaolin	ISO 1762; ISO 2144
Flächenbezogene Masse	80 g/m ²	DIN EN ISO 536
Oberflächenbehandlung	keine, maschinenglatt	keine
Leimung	Cobb ₆₀ 20 ± 2 g/m ²	DIN EN ISO 535
Leimungsart (Basis)	Harz-Alaun-Leimung	keine
Oberflächenleimung	keine	keine
Optische Aufheller	keine	keine
Säuregehalt, angegeben als negative Alkalireserve	-0,3 ± 0,1 Ma-% MgCO ₃	ISO 10716
Extrakt-pH-Wert	keine Vorgabe, muss nach der Produktion bestimmt und dokumentiert werden	ISO 6588-1

5.2.2 Verfahren

Alle Proben sind innerhalb von vier Wochen nach Abschluss der Behandlung (einschließlich Nachbehandlungsmaßnahmen) zu untersuchen.

Bevor die Prüfblätter untersucht werden, müssen ggf. alle infolge des Mengenverfahrens zur Papierentsäuerung auftretenden losen Rückstände durch Ausfegen entfernt werden.

Zum Ausfegen sollten konservatorisch geeignete, weiche Handbesen und Pinsel verwendet werden. Das Ausfegen sollte unter moderatem Druck erfolgen, um die noch nicht an das Material gebundene Alkalireserve nicht übermäßig zu reduzieren.