

# INGEDE Metodo 1

Dicembre 2014

6 Pagine

## Preparazione dei provini per i test, ottenuti da impasti e filtrati dei processi di disinchiostrazione



### Introduzione

L'impasto ottenuto da carta di recupero tipicamente contiene gli inchiostri di stampa che ne influenzano le proprietà ottiche. La pulizia e la flottazione rimuovono le piccole impurità e gli inchiostri di stampa, perciò l'efficienza di rimozione dipende anche dal processo di stampa applicato. Per la determinazione del contenuto di inchiostro residuo, viene misurata la riflettanza della luce nella regione dell'infrarosso. La riflettanza della luce fornisce una indicazione del contenuto di fini e filler che influenza il coefficiente di diffusione della luce e del contenuto di inchiostro che altera il coefficiente di assorbimento della luce. Per il calcolo dei coefficienti di diffusione sono necessari dei provini di carta con una opacità inferiore al 95 % (ISO 9416), che è ottenuta al meglio dalle carte prodotte in macchina.

I campioni di impasto prelevati nei processi di disinchiostrazione o i campioni di impasto ottenuti dai test di disinchiostrazione (Metodo INGEDE 11) devono essere trattati. Il presente Metodo INGEDE descrive la preparazione dei pannelli di fibre, nei quali sono trascurabili le perdite di fini e di inchiostro durante la preparazione. I pannelli di fibre sono opachi, cosa che impedisce il calcolo del coefficiente di diffusione della luce  $s$ . Non è raccomandato assumere un coefficiente di diffusione della luce costante, per il fatto che la diffusione della luce varia a seconda del tipo di impasto, per esempio quando varia il contenuto di ceneri. Il Metodo INGEDE 1 pertanto descrive la preparazione dei fogli di laboratorio utilizzando ricircolo di acqua. Il metodo può essere impiegato sia per campioni di impasto ottenuti dall'industria che impasti di laboratorio.

### 1 Scopo

Il presente metodo INGEDE è utilizzato per preparare fogli e pannelli di fibre con impasti ottenuti da processi di disinchiostrazione e campioni di laboratorio.

### 2 Principio

I pannelli di fibre per i test sono preparati da campioni di impasti industriali o di laboratorio, utilizzando un imbuto tipo Büchner e specifici filtri di carta. I fogli di laboratorio sono preparati con il metodo del Rapid-Köthen utilizzato per gli impasti industriali, con precise condizioni. I campioni di filtrato sono drenati con un filtro a membrana e confrontati con un filtro a membrana di riferimento ottenuto filtrando acqua di rete.

Le misure ottiche sono condotte in accordo al Metodo INGEDE 2.

### 3 Strumenti e accessori

#### 3.1 Strumenti

- Omogeneizzatore (volume: 10 l)
- Imbuto Büchner con apposito apparecchio per vuoto in grado di raggiungere una variazione di pressione  $\geq 60$  kPa

# Preparazione dei provini per i test, ottenuti da impasti e filtrati dei processi di disinchiostrazione

- Filtri di carta: Munktell, tipo 1289
- Bilancia analitica fino a 3000 g con accuratezza di almeno  $\pm 0,1$  g
- Formafogli standard (modello: Rapid-Köthen) con asciugatori (vuoto 95 kPa, 94 °C), in accordo alla norma ISO 5269-2
- Fogli di copertura in carta e supporti in cartoncino per Rapid-Köthen, in accordo alla norma ISO 5269-2

Oscuramento del Filtrato:

- Filtri a membrana in nitrato di cellulosa: Sartorius tipo 11306-050N,  $\varnothing$  50 mm, porosità  $\varnothing$  0,45  $\mu$ m
- Unità per filtrazione sotto vuoto, con imbuto avente base interna di diametro pari a 39 mm
- Pompa a getto d'acqua o pompa da vuoto
- Essiccatore

## 3.2 Reattivi chimici

- Poliacrilamide Cationica (CPAM) – elevato peso molecolare, bassa carica cationica – un tipo di polimero utilizzato per esempio per la disidratazione dei fanghi. Utilizzare la CPAM come soluzione a concentrazione di 1 g/l ( polvere diluita in acqua di rete).
- Allume

## 4 Campioni

### 4.1 Campioni di impasto

Il campione viene analizzato in laboratorio dopo avere prelevato una quantità rappresentativa del materiale da una fase rilevante del processo di trattamento della carta di recupero o dopo aver prelevato il campione stesso da un test di disinchiostrazione in laboratorio.

La consistenza del materiale deve essere misurata in accordo alla norma ISO 4119.

Dopo avere misurato la consistenza del materiale, il campione è diluito e omogeneizzato a una consistenza di 8 g/l nell'omogeneizzatore. Dopo avere misurato nuovamente la consistenza, un campione può essere prelevato per preparare il foglio di prova. Non è richiesto un aggiustamento del pH.

Gli impasti con una consistenza fino al 10 % possono essere utilizzati direttamente per la preparazione dei fogli senza ulteriori operazioni. Al contrario gli impasti disinchiostri a concentrazioni più elevate devono essere spappolati prima della formazione dei fogli. Lo spappolamento viene fatto in accordo alla norma ISO 5263-2, sebbene il processo di spappolamento è limitato a 5 minuti. Alla consistenza del 2 % la durata dello stress meccanico deve essere breve, per evitare cambiamenti nella distribuzione dimensionale delle particelle indesiderate, come inchiostro e stic-kies.

## **Preparazione dei provini per i test, ottenuti da impasti e filtrati dei processi di disinchiostrazione**

### **4.2 Campioni di filtrato**

La preparazione dei pannelli di fibre per la misura delle proprietà ottiche genera dei filtrati che sono utilizzati in seguito per la preparazione di campioni di filtri a membrana. La preparazione dei due pannelli di fibre produce due filtrati a partire da ciascun campione di impasto.

## **5 Procedura**

### **5.1 Pannelli di fibre**

Almeno due pannelli di fibre vengono preparati da ciascun campione di impasto.

Il pannello di fibre viene formato utilizzando un imbuto Büchner, coperto da un filtro di carta inumidito. I pannelli di fibre preparati hanno una grammatura pari a 225 g/m<sup>2</sup>. Si raccomanda di utilizzare filtri in carta del diametro di 150 mm e un imbuto Büchner con diametro massimo di 160 mm. In questo caso vengono utilizzati 4,0 g al secco di impasto e la sospensione del materiale è diluita con acqua di rete fino a un volume di 1 litro.

Filtri con diametri diversi possono essere utilizzati, facendo riferimento alla tabella 1. Il diametro dell'imbuto Büchner corrisponde al diametro del filtro e non deve superare il valore massimo riportato nella tabella 1. Normalmente gli imbuto Büchner vengono acquistati a seconda del loro diametro nominale, che è identico al diametro del filtro.

Se viene utilizzato un imbuto Büchner e un filtro di carta di dimensione diversa, il volume del campione deve essere adattato in base alla tabella 1. La consistenza del campione di impasto rimane allo 0,4 %.

**Tabella 1: Volume di impasto per la filtrazione su imbuto Büchner**

Diametro max dell'imbuto Büchner in mm	Diametro del filtro in carta (Munktel 1289) in mm	Materiale al secco in g	Volume di campione alla consistenza dello 0,4 % in ml
120	110	2,15	538
135	125	2,75	688
160	150	4,00	1000
195	185	6,10	1525

Dopo aver filtrato e rimosso attentamente il filtro in carta, il pannello di fibre umido viene posto tra due fogli nuovi di carta da filtro prima dell'asciugatura. Il tempo di asciugatura nell'essiccatore del Rapid-Köthen è di 10 minuti. La carta da filtro asciutta non deve essere rimossa dal pannello di fibre fino al momento della misura delle proprietà ottiche.

L'esperienza ha dimostrato che l'utilizzo di una tela sottile in nylon come supporto permette di evitare segni nei pannelli di fibre. A questo proposito va utilizzata una tela in nylon con una larghezza mesh di circa 140 µm e una diagonale mesh di circa 190 µm, posizionata sotto il filtro di

## **Preparazione dei provini per i test, ottenuti da impasti e filtrati dei processi di disinchiostrazione**

carta. Questa opzione è ammessa nella preparazione dei pannelli di fibre, ma non se il filtrato deve essere analizzato per valutare l'oscuramento del filtrato. Per la valutazione ottica della qualità del filtrato in accordo al capitolo 5.5, raccogliere il filtrato ottenuto dai pannelli di fibre preparati con un filtro di carta.

### **5.2 Formazione dei fogli di laboratorio – Procedura generale**

Per ciascun foglio, deve essere prelevato un volume appropriato di materiale dall'omogeneizzatore. In seguito alla formazione del foglio secondo lo standard di laboratorio, asciugare il foglio nell'essiccatore del Rapid-Köthen, posizionandolo tra un cartoncino di supporto e un foglio di carta di copertura. Il tempo di asciugatura deve essere di 7 minuti. Il cartoncino di supporto e il foglio di carta di copertura non devono essere rimossi dal foglio fino al momento della misura delle proprietà ottiche.

### **5.3 Fogli per la determinazione dell'area dei punti di sporco A**

Almeno due fogli per la determinazione dell'area dei punti di sporco (A) sono preparati utilizzando acqua fresca per ottenere un migliore contrasto per l'analisi ottica. La grammatura  $m_A$  dev'essere pari a  $42,6 \text{ g/m}^2 \pm 1,6 \text{ g/m}^2$ , riferito al peso secco in stufa.

### **5.4 Fogli per la determinazione dei parametri di Kubelka Munk**

I fogli per la determinazione dei parametri di Kubelka Munk, coefficiente specifico di assorbimento della luce (k) e coefficiente specifico di diffusione della luce (s), sono preparati con acqua di ricircolo. La loro opacità non deve superare il 95 % nell'area del vicino infrarosso.

Una quantità omogenea di sospensione corrispondente a 1,35 g di sostanza al secco è prelevata dall'omogeneizzatore per la preparazione di un foglio di laboratorio, in accordo con la norma ISO 5269-2. Dopo il drenaggio dell'acqua, il foglio è rimosso dalla tela e viene eliminato oppure utilizzato come foglio da impilare per la determinazione del fattore di riflettenza  $R_{\infty}$ . Il filtrato ottenuto nel processo di produzione del foglio (acque bianche) viene ritenuto e utilizzato per diluire il foglio successivo. Per aumentare la concentrazione delle acque bianche, questa procedura viene ripetuta quattro volte senza cambiare la quantità di sostanza al secco utilizzata. Il quinto foglio è rimosso dalla tela, posizionato tra un cartoncino di supporto e un foglio di copertura in carta e asciugato nell'essiccatore del Rapid-Köthen per almeno sette minuti. Determinare la grammatura del foglio.

La quantità di sospensione necessaria per la formazione del foglio viene modificata per la prima volta, al fine di ottenere un foglio di laboratorio di grammatura  $m_A$  pari a  $42,6 \text{ g/m}^2 \pm 1,6 \text{ g/m}^2$ , riferito al peso secco in stufa.

Nota: La grammatura indicata sopra corrisponde a un foglio del peso di  $1,35 \pm 0,05 \text{ g}$ , dopo l'asciugatura al Rapid-Köthen.

La quantità di sospensione adatta viene quindi utilizzata per preparare altri due fogli aggiuntivi (fogli 6 e 7) con il filtrato concentrato, che sono a loro volta posizionati tra un cartoncino di supporto e un foglio di copertura in carta e asciugati nell'essiccatore del Rapid-Köthen per almeno sette

## **Preparazione dei provini per i test, ottenuti da impasti e filtrati dei processi di disinchiostrazione**

minuti. Per facilitare le successive misure ottiche, si raccomanda di segnare il lato superiore e il lato tela del foglio.

Prima di svolgere le misure ottiche, i due fogli devono essere condizionati in accordo alla norma ISO 187. La grammatura del campione dopo il condizionamento in atmosfera standard di riferimento deve essere pari a 45 g/m<sup>2</sup>. Il valore è arrotondato a 0,1 g/m<sup>2</sup>.

### **5.5 Campioni di filtrato**

Tutto il filtrato ottenuto dalla filtrazione dell'impasto per la produzione di un pannello di fibre viene omogeneizzato. 100 ml di filtrato viene completamente drenato in una unità di filtrazione sotto-vuoto, utilizzando un filtro a membrana in nitrato di cellulosa. Eventuale materiale fibroso trovato sulla membrana può indicare che parte dell'impasto è passato attraverso il filtro di carta durante la preparazione del pannello di fibre. In questo caso la membrana e il filtrato stesso devono essere scartati. Preparare quindi un nuovo pannello di fibre e relativo filtrato come descritto nel capitolo 5.1.

Viene drenato il filtrato ricavato rispettivamente dai due pannelli di fibre (capitolo 5.1). Generalmente la filtrazione viene fatta senza l'utilizzo di alcun agente di ritenzione. Il risultato di questa filtrazione deve essere un liquido trasparente, privo di colore.

#### Eccezione:

Nel caso di un filtrato ancora colorato in seguito alla filtrazione su membrana, ripetere la procedura con un nuovo campione (100 ml). Aggiungere una soluzione di agente di ritenzione (iniziando con 5 ml) prima della filtrazione sulla membrana, possibilmente allume o poliacrilamide cationica (CPAM) con elevato peso molecolare e bassa carica cationica. Segnalare nel report se il filtrato dalla membrana è risultato colorato ed è stato utilizzato un agente di ritenzione, in caso positivo riportarne la quantità utilizzata.

Le membrane sono rimosse dall'unità filtrante e asciugate in un essiccatore.

Le membrane di riferimento vengono preparate nello stesso modo, ma utilizzando solamente 100 ml di acqua di rete senza impasto. Preparare una membrana per ciascuna serie di test o almeno su base giornaliera.

### **6 Report**

- Il tipo di fogli preparati
- Il diametro dell'imbutto Büchner
- Immagini fotografiche dei fogli, pannelli di fibre, filtrato da membrana e la membrana stessa.
- Preparazione del campione di filtrato con o senza agente di ritenzione, dosaggio.
- Qualunque deviazione dal metodo

## **7 Riferimenti**

### **7.1 Standard e metodi citati**

- INGEDE Method 2: Measurement of optical characteristics of pulps and filtrates from deinking processes.
- ISO 187: Paper, board and pulps – Standard atmosphere for conditioning and testing and procedure for monitoring the atmosphere and conditioning of samples (1990).
- ISO 4119: Pulps – Determination of stock concentration (1995).
- ISO 5263-2: Pulps – Laboratory wet disintegration - Part 2: Disintegration of mechanical pulps at 20 °C (2004)
- ISO 5269/2: Pulp – Preparation of laboratory sheets for physical testing, Part 2: Rapid-Köthen method.
- ISO 9416: Paper – Determination of light scattering and absorption coefficients (using Kubelka-Munk theory) (2009)

### **7.2 Fonti**

Il presente metodo è stato pubblicato per la prima volta nel 1997. Una revisione importante è stata fatta in accordo alle definizioni prodotte nel Progetto INGEDE Project 85 02 CTP/PMV/PTS – European Deinkability Test Method. Nel 2006 anche parte dei Metodi INGEDE 3 e 10 sono stati incorporati in questo metodo. Nel 2014 è stato definito il tipo di filtro di carta sulla base dei risultati del progetto INGEDE Project 140 13.

#### **Contatti:**

INGEDE e.V. (International Association of the Deinking Industry)

Ufficio

Gerokstr. 40

74321 Bietigheim-Bissingen, Germany

Tel. +49 7142 7742-81

Fax +49 7142 7742-80

E-Mail [office@ingede.org](mailto:office@ingede.org)