

# INGEDE Metodo 2

Dicembre 2014

11 Pagine

## Misurazione delle caratteristiche ottiche delle paste e filtrati ottenuti dai processi di disinchiostrazione



### Introduzione

Le proprietà ottiche sono parametri fondamentali per la qualità della pasta disinchiostata e per determinare l'efficienza delle operazioni di disinchiostazione. I parametri e dettagli delle procedure di misurazione definite e descritte in questo metodo sono i fattori di riflessione, i coefficienti di assorbimento e di diffusione della luce, ERIC, i valori di colore e punti di sporco.

Il metodo descrive la determinazione dell'eliminazione dell'inchiostro IE basato sia sui coefficienti di assorbimento della luce sia sul valore di ERIC della pasta inchiostata e disinchiostata.

Soprattutto quando si tratta di finissime particelle disperse di inchiostro da stampa (ad esempio, inchiostri da stampa a base acqua) nella pasta disinchiostata, il metodo di analisi del filtrato permette la valutazione dei possibili livelli di inquinamento che possono verificarsi nei sistemi idrici degli impianti di disinchiostazione.

### 1 Scopo

Questo Metodo INGEDE descrive le procedure per la misurazione e il calcolo di diverse caratteristiche ottiche delle paste e filtrati da processi di disinchiostazione mediante pannelli di fibre e fogli. Il metodo è applicabile per campioni da impianti industriali così come per campioni di laboratorio.

### 2 Termini e definizioni

IE: eliminazione d'inchiostro, calcolato come rapporto tra la differenza del coefficiente di assorbimento  $k$  dei campioni inchiostati e disinchiostati e la differenza del coefficiente di assorbimento  $k$  dei campioni inchiostati e non stampati.

ERIC: concentrazione effettiva di inchiostro residuo, calcolato come rapporto tra il coefficiente di assorbimento  $k$  di un campione di pasta o carta diviso per il valore di assorbimento di inchiostro nero e moltiplicato per  $10^6$ . Per l'inchiostro nero, può essere utilizzato un valore  $k$  costante pari a  $10000 \text{ m}^2/\text{kg}$ . Per ulteriori dettagli si rimanda alla norma TAPPI T 567 om-09 o ISO 22754.

### 3 Principio

Campioni industriali o di laboratorio di paste e filtrati ottenuti da processi di disinchiostazione vengono trasformati in pannelli di fibre e fogli mediante il Metodo INGEDE 1. Questo Metodo INGEDE 2 descrive e definisce i parametri e le impostazioni dei dispositivi di misura utilizzati per ottenere i risultati della caratterizzazione ottica dei campioni. Anche il calcolo della eliminazione dell'inchiostro è parte di questo metodo e permette una valutazione del processo di disinchiostazione.

## **4 Strumenti e accessori**

### **4.1 Calibrazione degli strumenti per le misure di riflettanza**

Qualunque strumento di misurazione in accordo con i requisiti della norma ISO 2470-1 e ISO 5631-2 (colore) può essere utilizzato per la misurazione.

- **Inizializzazione del punto zero**

Uno standard nero che soddisfa i requisiti specificati nella norma ISO 2469 viene utilizzato per controllare il punto zero.

- **Inizializzazione del limite superiore**

Uno standard bianco che soddisfa i criteri descritti nella norma ISO 2469 viene utilizzato per impostare il limite superiore.

### **4.2 Misurazione dei punti di sporco (A)**

Per la determinazione dell'area dei punti di sporco A, un sistema di analisi di immagine basato sullo scanner è utilizzato per l'analisi ottica. Lo scanner deve essere calibrato per garantire la riproducibilità delle misure.

Requisiti tecnici dello scanner piano:

- Area di scansione  $\geq$  ISO A4
- Risoluzione scansione ottica  $\geq$  2000 dpi,
- Profondità del colore 48 bit,
- Densità ottica  $D_{MAX} \geq 4,0$

Requisiti per la precisione di misura dello scanner piano di misura dopo un periodo di riscaldamento (vedere il manuale dello scanner) e in condizioni di scansione (vedere il capitolo 5.3)

- Riproducibilità del valore di grigio medio (8 Bit)  $\pm 1$  (Un campione ISO A4 deve essere scansionato 10 volte senza alcun movimento del campione. Tutti i valori medi di grigio della superficie totale del campione devono essere compresi tra 2 valori di grigio.)
- Deviazione del valore di colore (RGB-8 Bit)  $\leq 5$  (Dopo la calibrazione, un'immagine digitalizzata di IT8-Target non dovrebbe avere deviazione dal file di riferimento associato oltre a  $\pm 5$  valori in ogni canale di colore - R, G, B)

Scanner adatti: DOMAS ScannerAdvanced, Techpap scanner proposto

NOTE:

"ScannerAdvanced" è un nome dato dal PTS a uno scanner commerciale che è stato accreditato dal PTS. Questo dispositivo scanner viene fornito con la versione DOMAS 3.0.

Il software dell'analisi di immagine deve essere parametrizzato secondo le specifiche descritte nel capitolo 5.9.

I pacchetti software adatti sono: DOMAS 3.0 e il software di analisi di immagine di cui sopra, SIMPALAB software per analisi di immagine.

## **5 Analisi**

### **5.1 Aspetti generali**

#### **5.1.1 Preparazione del campione**

La preparazione del campione è descritta nel Metodo INGEDE 1. Secondo la tabella 1, utilizzare i pannelli di fibre o i fogli per determinare i parametri ottici; riportare quindi nel report quali campioni sono stati misurati. I campioni devono essere condizionati all'aria in base alla norma ISO 187.

#### **5.1.2 Illuminazione del campione per le misure di riflettanza – filtro barriera**

Per le prove di disinchiostabilità secondo il Metodo INGEDE 11, i campioni sono illuminati con le condizioni C/2 ° con l'uso del filtro barriera a 420 nm (filtro UV)<sup>1</sup>. Questo vale per tutte le misure di riflettanza. Gli altri test sono condotti secondo le norme indicate.

#### **5.1.3 Punti di misurazione e numero di misure di riflettanza**

Entrambi i lati dei provini devono essere misurati (pannelli di fibre e fogli). Prestare massima cura e attenzione per evitare misure troppo vicino ai bordi, zone difettose o visibilmente non omogenee dei provini.

Due campioni rispettivamente di pannelli di fibre e fogli dovrebbero essere misurati, con quattro misurazioni su ciascun lato. Per il filtro a membrana, viene effettuata solo una misurazione sul lato superiore.

NOTA: Quando si misurano i fogli, questi dovrebbero essere impilati in modo da garantire una pila di fogli opachi.

### **5.2 Quadro generale delle misure**

Sui campioni vengono misurati la luminosità Y, i fattori di riflettanza R<sub>457</sub>, R<sub>∞</sub> e R<sub>0</sub>, le coordinate di colore CIELab (valori L\*, a\*, b\*). Il coefficiente di assorbimento k, il coefficiente di diffusione s e ERIC sono determinati sulla base dei fattori di riflettanza, comunemente forniti dallo strumento di misurazione. L'eliminazione di Inchiostro IE viene calcolata dai coefficienti di assorbimento o ERIC dei campioni inchiostriati, disinchiostriati e non stampati. L'area dei punti di sporco A viene analizzata utilizzando un sistema di analisi di immagine basato sullo scanner. Per maggiori dettagli consultare i seguenti capitoli.

---

<sup>1</sup> E' stato visto che i risultati con illuminante C/2° con filtro barriera a 420nm e illuminante D65/10° con filtro barriera a 420nm sono pressoché identici. Per questa ragione e per il fatto che il metodo originariamente prevedeva la misura con C/2°, è stato deciso di effettuare le misure con C/2°.

**Tabella 1: Quadro generale del tipo di campioni, parametri da misurare  
e corrispondente capitolo del Metodo INGEDE 1**

Campione	Capitolo del Metodo INGEDE 1	Parametri
Pannelli di fibre	5.1.	Y, $R_{457}$ , ERIC, $IE_{700}$ , $IE_{ERIC}$ , $L^*$ , $a^*$ , $b^*$
Fogli senza ricircolo delle acque bianche	5.3	Area dei punti di sporco A
Fogli con ricircolo di acqua	5.4	ERIC, s, k, $IE_{700}$ , $IE_{ERIC}$
Filtrato	5.5	Y, $\Delta Y$

### 5.3 Fattori di riflettanza

Il fattore di riflettanza  $R_{\infty}$  viene misurato con un dispositivo in accordo alla norma ISO 2469 alla lunghezza d'onda di 700 nm e 950 nm.  $R_{\infty}$  è il fattore di riflettanza di un pannello di fibre o strato di fogli, sufficientemente spesso per essere opaco.

$R_{\infty}$  alla lunghezza d'onda di 457 nm (grado di bianco) viene misurato con un dispositivo in accordo alla norma ISO 2470-1 ISO brightness.

La riflettanza di un singolo foglio  $R_0$  è misurata a 700 e 950 nm, nelle condizioni di cui sopra. In conformità alla ISO 9416, il foglio singolo deve soddisfare il requisito che l'opacità non superi il 95%.  $R_0$  è il fattore di riflettanza di un singolo foglio di carta con una cavità nera come supporto.

### 5.4 Y, $L^*$ , $a^*$ , $b^*$ e opacità

La luminosità Y viene determinata secondo la norma DIN 6174. Il colore CIELab  $L^*$ ,  $a^*$ ,  $b^*$  è determinato secondo la norma ISO 5631-2. Per quanto riguarda i fogli, l'opacità è determinata secondo la ISO 2471.

### 5.5 Determinazione del coefficiente di assorbimento della luce k e del coefficiente di diffusione della luce s

Il coefficiente di assorbimento della luce k in  $m^2/kg$  e il coefficiente di diffusione della luce s in  $m^2/kg$  sono ottenuti mediante i fattori di riflettanza misurati  $R_0$  e  $R_{\infty}$  e la grammatura, in accordo a Kubelka-Munk e secondo la ISO 9416. Oltre alla ISO 9416 dove k ed s sono ottenuti mediante filtro tristimolo utilizzato per determinare il fattore di riflettanza, nel caso dell' Eliminazione di Inchiostro il fattore di riflettanza deve essere determinato ad una lunghezza d'onda di 700 nm o 950 nm.

L'uso del metodo ISO 9416 è limitato ai campioni con opacità inferiore al 95%, per evitare imprecisione nel calcolo di s, per maggiori dettagli vedi ISO 9416. Quindi non è possibile determi-

nare s da pannelli di fibre o fogli spessi. I fogli prodotti con acqua di ricircolo possono soddisfare i requisiti della norma ISO 9416.

**Equazione 1: Coefficiente di assorbimento della luce in m<sup>2</sup>/kg**

$$k = s \cdot \left( \frac{(1 - R_{\infty})^2}{2R_{\infty}} \right)$$

$R_{\infty}$  è espressa come decimale.

**Equazione 2: Coefficiente di assorbimento della luce in m<sup>2</sup>/kg**

$$s = \left( \frac{1000}{w} \right) \cdot \left( \frac{R_{\infty}}{1 - R_{\infty}^2} \right) \cdot \ln \frac{R_{\infty} (1 - R_0 \cdot R_{\infty})}{R_{\infty} - R_0}$$

w= grammatura (g/m<sup>2</sup>)

$R_{\infty}$  e  $R_0$  sono espressi come decimali.

**5.6 Eliminazione dell' Inchiostro IE**

In generale, l'eliminazione dell'inchiostro si ottiene utilizzando il coefficiente di assorbimento della luce k dei campioni non-disinchiostriati, disinchiostriati e non stampati. Conoscendo il coefficiente di diffusione s, l'Equazione 1 fornisce la determinazione di k. L'Eliminazione dell'Inchiostro (IE) è calcolata come segue:

**Equazione 3: Eliminazione dell'Inchiostro in %**

$$IE = \frac{K_{UP} - K_{DP}}{K_{UP} - K_{unpr}} \cdot 100$$

Dove:

*UP = Pasta inchiostrata*

*K<sub>UP</sub> = coefficiente di assorbimento della luce k del campione inchiostrato*

*DP = Pasta disinchiostrata*

*K<sub>DP</sub> = coefficiente di assorbimento della luce k del campione disinchiostrato*

*Unpr = campione non stampato*

*K<sub>unpr</sub> = coefficiente di assorbimento della luce k del campione non stampato*

Si presume che la differenza di s nei pannelli di fibre prima e dopo la flottazione è dello stesso ordine di grandezza delle perdite di componenti della pasta durante la preparazione dei provini. Assumendo s=cost, l'Equazione 3 può essere utilizzata in modo semplificato trascurando il coefficiente di diffusione della luce s, calcolando IE solo con  $R_{\infty}$  misurato sui pannelli di fibre (Equa-

zione 4). In alternativa, deve essere determinato il coefficiente di diffusione  $s$  della pasta disinchiostata nell'impianto indagato, o del campione indagato, per uno specifico punto di campionamento e il valore utilizzato come approssimazione.

**Equazione 4: Eliminazione dell'Inchiostro in %**

$$IE = \frac{\left( \frac{(1 - R_{\infty,UP})^2}{R_{\infty,UP}} \right) - \left( \frac{(1 - R_{\infty,DP})^2}{R_{\infty,DP}} \right)}{\left( \frac{(1 - R_{\infty,UP})^2}{R_{\infty,UP}} \right) - \left( \frac{(1 - R_{\infty,unpr})^2}{R_{\infty,unpr}} \right)} \cdot 100$$

Dove:

$R_{\infty,UP}$  = fattore di riflettanza  $R_{\infty}$  del campione inchiostato

$R_{\infty,DP}$  = fattore di riflettanza  $R_{\infty}$  del campione disinchiostato

$R_{\infty,unpr}$  = fattore di riflettanza  $R_{\infty}$  del campione non stampato

$R_{\infty}$  è ottenuta alla lunghezza d'onda di 700 nm (per  $IE_{700}$ ) oppure a 950 nm (per  $IE_{ERIC}$ )

- **$IE_{700}$**

I valori  $R_{\infty}$  misurati a 700 nm sui pannelli di fibre di pasta disinchiostata (DP) e pasta inchiostata (UP) non vengono utilizzati in %, ma come valori assoluti, per esempio 0,69. Se non sono disponibili i campioni non stampati, il valore per il termine  $(1 - R_{\infty,unpr})^2 / R_{\infty,unpr}$  può essere impostato a 0.

**Equazione 5:  $IE_{700}$  in %**

$$IE_{700} = \frac{\left( \frac{(1 - R_{\infty,UP})^2}{R_{\infty,UP}} \right) - \left( \frac{(1 - R_{\infty,DP})^2}{R_{\infty,DP}} \right)}{\left( \frac{(1 - R_{\infty,UP})^2}{R_{\infty,UP}} \right) - \left( \frac{(1 - R_{\infty,unpr})^2}{R_{\infty,unpr}} \right)} \cdot 100$$

- **$IE_{ERIC}$**

I valori di ERIC (capitolo 5.7) di DP e UP sono misurati a 950 nm. Se non sono disponibili i campioni non stampati, il valore di  $ERIC_{unpr}$  può essere impostato a 0.

Se deve essere confrontata la disinchiostabilità di diversi tipi di carta, si raccomanda di misurare le carte non stampate corrispondenti.

**Equazione 6: IE<sub>ERIC</sub> in %**

$$IE_{ERIC} = \frac{ERIC_{UP} - ERIC_{DP}}{ERIC_{UP} - ERIC_{unpr}} \cdot 100$$

**5.7 ERIC**

Il calcolo dell' ERIC segue le norme ISO 22754 e TAPPI T567 om-09:

**Equazione 7: ERIC**

$$ERIC = (k_{Sheet} / k_{ink}) \cdot 10^6$$

R<sub>0</sub> e R<sub>∞</sub> dei provini sono determinati alla lunghezza d'onda di 950 nm, secondo i requisiti della norma ISO 9416. Se un campione leggero non è disponibile, accertarsi che il coefficiente di diffusione s sia rappresentativo del campione in prova. Per questo caso, il valore di ERIC e il valore di s devono essere indicati entrambi nel report.

**5.8 Oscuramento del filtrato**

L'oscuramento del filtrato ΔY è la differenza della luminosità Y tra i filtri a membrana prodotti con il filtrato ottenuto dal pannello di fibre e prodotti con l'acqua di rete come riferimento. La preparazione dei filtri a membrana è descritta nel Metodo INGEDE 1.

La luminosità Y del filtro a membrana ottenuto con il filtrato (Y<sub>filtrate</sub>) e del filtro a membrana di riferimento (Y<sub>reference</sub>) è determinata nelle medesime condizioni descritte nel Capitolo 5.4. Y<sub>filtrate</sub> è il valore medio dei due filtri a membrana (vedi Metodo INGEDE 1). Sottraendo Y<sub>filtrate</sub> da Y<sub>reference</sub>, (ΔY = Y<sub>reference</sub> - Y<sub>filtrate</sub>), tutti i fattori che influenzano la qualità del filtrato e che non sono attribuibili alla pasta sono eliminati.

**5.9 Procedura per la misurazione dei punti di sporco (A)**

Un sistema di analisi di immagine basato su uno scanner deve essere utilizzato per la determinazione dell'area dei punti di sporco, "A".

Deve essere analizzata, con il sistema di analisi di immagine, la superficie superiore e inferiore di almeno due fogli per campione. Deve essere calcolata la media aritmetica di almeno 4 valori di misura. Questo valore medio rappresenta l'area dei punti di sporco "A".

Condizioni di scansione:

I fogli devono essere privi di pieghe e onde per essere posizionati in piano nello scanner. I fogli devono essere scannerizzati singolarmente. Come sfondo deve essere utilizzata una pila opaca di carta da fotocopia bianca priva di legno (almeno 5 fogli con una luminosità di Y= 84 ± 2, misurata con illuminante D65/10° e filtro a barriera a 420 nm). Ogni foglio deve essere scansionato una volta dall'alto e dal basso con modalità di grigio a 8-bit, 600 dpi e la luce riflessa.

Se lo scanner è inattivo per più di 15 minuti, deve essere eseguita una scansione in bianco prima di qualsiasi nuova misura.

Parametri del software di analisi di immagine: i valori di soglia e la classificazione dimensionale devono essere definite come descritto in appendice.

In caso di utilizzo del sistema di analisi di immagine DOMAS sono raccomandati i seguenti parametri:

- Il valore soglia di misura è determinato dal file "ingede2.sw"
- La classificazione dimensionale è determinata dal file "ingede2.kls"
- Selezionare: "campione circolare con bordo" se il campione è circolare
- Selezionare il metodo di soglia "file" e selezionare "ingede2.sw"
- Selezionare la classificazione dimensionale "diametro di cerchio equivalente" e selezionare "ingede2.kls"
- Selezionare: fonte dell'immagine "scan serie" e selezionare "specks\_1.scn"
- Impostare "No di provini" pari a "4"
- Selezionare: "Media della serie dei risultati"

In caso di utilizzo del software SIMPALAB (Techpap SAS):

Selezionare la famiglia "Ingede2.cfg" per ottenere i parametri preinstallati per la misurazione delle caratteristiche ottiche in oggetto. Il valore soglia di misura, le dimensioni per la classificazione (50-100  $\mu\text{m}$ , 100-150  $\mu\text{m}$ , ...) ed gli altri parametri sono già determinati nel file "ingede2.cfg" e impostati automaticamente.

## **6 Report**

Quando si misurano i fogli e pannelli di fibre ottenuti in laboratorio, dove le superfici superiori e inferiori sono misurate separatamente, deve sempre essere riportata la media dei due valori. Se i valori superiore e inferiore variano notevolmente, dovrebbero essere riportati i singoli valori.

Le seguenti informazioni dovrebbero essere riportate nel rapporto di prova:

- Tipo di provini utilizzati nei test, a cui fanno riferimento le misure ottiche (fogli o pannelli di fibre),
- Tipo di illuminante e l'angolo di osservazione con cui sono stati calcolati i valori,
- Il coefficiente di assorbimento della luce  $k$  in  $\text{m}^2/\text{kg}$ , il coefficiente di diffusione della luce  $s$  in  $\text{m}^2/\text{kg}$ , ERIC o  $R_\infty$  a 700 nm dei campioni di pasta inchiostrata e disinchiostrata ed Eliminazione dell'Inchiostro calcolata in %,
- Per i campioni del filtrato, il rapporto di prova dovrebbe elencare la media di entrambe le misurazioni ottiche ( $Y_{\text{filtrate}}$  e  $Y_{\text{reference}}$ ).

## **7 Riferimenti**

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

- IFRA Newsshade 2003, IFRA Special Report 1.11.2.
- INGEDE Method 1: Test sheet preparation 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 2469: Paper, board and pulps – Measurement of diffuse radiance factor (diffuse reflectance factor) (2014)
- ISO 2470-1: Paper, board and pulps – Measurement of diffuse blue reflectance factor – Part 1: Indoor daylight conditions (ISO brightness) (2009)
- ISO 2471: Paper and board – Determination of opacity (paper backing) – Diffuse reflectance method (2008)
- ISO 4119: Pulps: Determination of stock concentration (1995)
- ISO 5269-2: Pulps – Preparation of laboratory sheets for physical testing – Part 2: Rapid-Köthen method (2004)
- ISO 5631-2: Paper and board - Determination of colour by diffuse reflectance - Part 2: Outdoor daylight conditions (D65/10 degrees) (2014)
- ISO 9416: Determination of light scattering and absorption coefficients (using Kubelka-Munk theory) (2009)
- ISO 22754: Pulp and paper - Determination of the effective residual ink concentration (ERIC number) by infrared reflectance measurement (2008)
- TAPPI T 567 om-09: Determination of effective residual ink concentration by infrared reflectance measurement (2009)

### **7.2 Fonti del materiale utilizzato**

#### **DOMAS**

- File:  
“ingede2.sw”, e “ingede2.kls”: [www.INGEDE.org](http://www.INGEDE.org)
- Software:  
“DOMAS Calibration Tester”, PTS Heidenau e Munich: [www.ptspaper.de](http://www.ptspaper.de)
- Scanner:  
DOMAS Scanner*Advanced*, PTS Heidenau e Munich
- Software per l'analisi di immagine:  
DOMAS 3.0, PTS Heidenau e Munich

SIMPALAB

- Files:  
"ingede2.cfg"
- Software:  
SIMPALAB\_[]\_3.00.[1x], Techpap SAS Grenoble
- Scanner:  
Una lista di scanner compatibili è disponibile da Techpap SAS Grenoble  
([www.techpap.com](http://www.techpap.com), [sales@techpap.com](mailto:sales@techpap.com))

Contact:  
INGEDE e. V. (International Association of the Deinking Industry)  
Office  
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)  
[www.ingede.org](http://www.ingede.org)

**Allegato**

Determinazione del valore di soglia

Usare questa formula: Valore soglia = media – k\_factor

L'interpolazione lineare tra due coppie di valori fornisce il valore soglia richiesto .

<b>media (8-bit valore di grigio)</b>	<b>k_factor</b>
167,42	35,81
202,01	30,43
221,37	30,91
239,17	35,38
248,16	33,75

Per l'utilizzo nel software DOMAS, il valore soglia della misura è determinato dal file "ingede2.sw" (vedi allegato software).

Per l'utilizzo nel software Techpap SIMPALAB, il valore soglia della misura è determinato dal file "ingede2.cfg".

**Classificazione dimensionale**

Definizione delle classi dimensionali, diametro equivalente di un cerchio:

<b>da (µm)</b>	<b>a (µm)</b>
> 50	≤ 100
> 100	≤ 150
> 150	≤ 200
> 200	≤ 250
> 250	≤ 500
> 500	≤ 50 000

Per l'utilizzo nel software DOMAS, la classificazione dimensionale è determinata dal file "ingede2.kls" (vedi allegato software).

Per l'utilizzo nel software Techpap SIMPALAB, la classificazione dimensionale è determinata dal file "ingede2.cfg".