



Metoda INGEDE 1

Wrzesień 2014

Przygotowanie arkusików laboratoryjnych z mas i filtratów z procesów odbarwiania

Poniższy dokument został opracowany oraz wydany przez INEGDE przy partnerskim udziale współpracujących jednostek badawczych. W ramach projektu EcoPaperLoop INGEDE Methoda 1 dokument ten został przetłumaczony na języki obce. Jednakże, w przypadku jakichkolwiek rozbieżności, wersja angielska pozostaje jedyną potwierdzoną oficjalnie i obowiązującą.

Wprowadzenie

Masa wytworzona z makulatury zawiera zwykle farby drukarskie wpływające na jej właściwości optyczne. Oczyszczanie i flotacja usuwają drobne zanieczyszczenia i farby drukarskie, przy czym efektywność usuwania zależy również od zastosowanego procesu drukowania. Określenie resztkowej zawartości farby wykorzystuje pomiary współczynnika odbicia światła bliskiej podczerwieni. Współczynnik odbicia światła wskazuje zawartość frakcji drobnej i wypełniaczy, które wpływają na współczynnik rozpraszania światła, a także zawartość farby, która wpływa na współczynnik absorpcji światła. Obliczanie współczynników rozpraszania światła wymaga próbek papieru, których nieprzezroczystość jest mniejsza niż 95% (ISO 9416). Wymóg ten spełnia większość papierów maszynowych. Próbkę masy pobranej podczas procesu odbarwiania lub próbki masy z badań odbarwialności (Metoda INGEDE 11) muszą być poddane obróbce. Ta metoda INGEDE opisuje przygotowanie warstw filtracyjnych, podczas którego utrata frakcji drobnej i farby jest pomijalna. Próbkę warstw filtracyjnych są nieprzezroczyste co utrudnia obliczenia współczynnika rozpraszania światła s. Przyjmowanie stałego współczynnika rozpraszania światła nie jest zalecanym podejściem z uwagi na to, że rozpraszanie światła jest różne dla różnych mas, na przykład przy zmianach zawartości popiołu. Metoda 1 INGEDE opisuje więc przygotowanie arkusików laboratoryjnych z użyciem wody zawracanej. Ta metoda może być wykorzystywana zarówno do próbek przemysłowych, jak i laboratoryjnych.

1 Zakres

Ta metoda INGEDE jest stosowana do przygotowania arkusików laboratoryjnych i warstw filtracyjnych z mas z procesów odbarwiania oraz z próbek laboratoryjnych.

2 Zasada

Do badania warstwy filtracyjnej są przygotowywane z próbek przemysłowych lub laboratoryjnych przy użyciu lejka Büchner i określonego papieru filtracyjnego. Arkusiki laboratoryjne są przygotowywane przy użyciu urządzenia Rapid-Köthen z masy przemysłowej w określonych warunkach. Próbkę filtratu są przesączone nad filtrem membranowym i porównywane z wzorcowymi warstwami filtracyjnymi utworzonymi przy zastosowaniu wody wodociągowej.

Pomiary właściwości optycznych są prowadzone zgodnie z Metodą 2 INGEDE.

3 Wyposażenie oraz sprzęt pomocniczy

3.1 Wyposażenie

- Rozwłóknierz (pojemność: 10 l)
- Lejek Büchnera z odpowiednim urządzeniem ssącym zapewniającym różnicę ciśnień ≥ 60 kPa
- Papier filtracyjny: Munktell typ 1289

- Waga analityczna do 3000 g o dokładności co najmniej $\pm 0,1$ g
- Standard aparat do formowania arkusików laboratoryjnych (model: Rapid-Köthen) z suszarką (podciśnienie 95 kPa, 94 °C), zgodnie z ISO 5269-2
- Papier pokryciowy i podkładowy zgodnie z ISO 5269-2

Ciemnienie filtratu:

- Filtr membranowy z azotanu celulozy: Sartorius typ 11306-050N, \varnothing 50 mm, pory \varnothing 0,45 μ m
- Podciśnieniowe urządzenie filtrujące o średnicy wewnętrznej równej 39 mm na dole lejka
- Pompa strumieniowa lub pompa próżniowa
- Eksykator

3.2 Środki chemiczne

- Poliakryloamid kationowy (CPAM) – wysoka masa cząsteczkowa, niski ładunek kationowy – polimer stosowany na przykład do odwadniania osadu. Stosuj CPAM w postaci roztworu o stężeniu 1 g/l (proszek rozpuszczony w wodzie wodociągowej).
- Siarczan glinu

4 Próbki

4.1 Próbki masy

Próbka powinna być analizowana w laboratorium po pobraniu reprezentatywnej ilości materiału na odpowiednim etapie obróbki makulatury lub z laboratoryjnego badania odbarwiania. Stężenie materiału powinno zostać zmierzone zgodnie z ISO 4119.

Po pomiarze stężenia materiału, próbka zostaje poddana rozcieńczaniu i homogenizacji do stężenia 8 g/l w rozwłókniaczu. Po ponownym pomiarze stężenia, można pobrać próbkę do przygotowania arkusika laboratoryjnego. Żadna korekta pH nie jest wymagana.

Zawiesiny masy o stężeniu do 10% mogą być użyte do formowania arkusika od razu bez dalszego przygotowania. Masa odbarwiona o wyższym stężeniu musi zostać rozwłókniona przed formowaniem arkusika. Rozwłóknianie jest prowadzone zgodnie z ISO 5263-2, co ogranicza czas rozwłókniania do 5 minut. Przy stężeniu 2% czas oddziaływania naprężeń mechanicznych powinien być ograniczony w celu uniknięcia zmian w rozkładzie rozmiarów cząstek niepożądanych, np. farb i zanieczyszczeń lepkich.

4.2 Próbki filtratu

Podczas przygotowywania warstw filtracyjnych do pomiarów właściwości optycznych wytwarzane są filtry, które później wykorzystywane są do tworzenia próbek na filtry membranowych. Poprzez przygotowanie dwóch warstw filtracyjnych otrzymuje się dwie próbki filtratów z obu próbek masy.

5 Procedura**5.1 Warstwy filtracyjne**

Co najmniej dwie warstwy filtracyjne są przygotowywane z danej próbki masy.

Warstwa filtracyjna jest formowana przy użyciu lejka Büchnera, który został przykryty zwilżonym papierem filtracyjnym. Przygotowane warstwy filtracyjne mają gramaturę 225 g/m². Papier filtracyjny o średnicy 150 mm i średnica lejka w wysokości maksymalnie 160 mm są zalecane. W takim przypadku należy użyć 4,0 g bezwzględnie suchej masy i uzupełnić zawiesinę wodą wodociągową do objętości 1 litra.

Inne średnice filtra mogą zostać użyte zgodnie z tabelą 1. Średnica lejka Büchnera jest powiązana ze średnicą filtra i nie powinna przekraczać maksymalnej wartości podanej w tabeli 1. Zwykle kupowane są lejki Büchnera o nominalnej średnicy identycznej ze średnicą filtra.

Jeżeli wymiary lejka Büchnera i papieru filtracyjnego są różne, to objętość próbki musi zostać dostosowana zgodnie z tabelą 1. Stężenie próbki masy pozostaje na poziomie 0,4%.

Tabela 1: Objętość masy do filtrowania w lejku Büchnera

| Max średnica lejka Büchnera w mm | Średnica papieru filtracyjnego (Munktell 1289) w mm | Waga masy bezwzględnie suchej w g | Objętość próbki przy stężeniu 0,4 % w ml |
|----------------------------------|---|-----------------------------------|--|
| 120 | 110 | 2,15 | 538 |
| 135 | 125 | 2,75 | 688 |
| 160 | 150 | 4,00 | 1000 |
| 195 | 185 | 6,10 | 1525 |

Po przefiltrowaniu i ostrożnym wyjęciu papieru filtracyjnego, mokra warstwa filtracyjna zostaje ułożona między dwoma nowymi arkuszami papieru filtracyjnego przed suszeniem. Czas suszenia w suszarce Rapid-Köthen wynosi 10 minut. Wysuszony papier filtracyjny nie powinien być „odłączany” od warstwy filtracyjnej do momentu bezpośrednio przed wykonywaniem pomiarów właściwości optycznych.

Doświadczenia pokazały, że podparcie cienkim sitem nylonowym pomaga zapobiegać powstawaniu uszkodzeń powierzchni. Do tego celu należy zastosować sito o szerokości oczka ok. 140 µm i przekątnej oczka ok. 190 µm i umieścić je pod papierem filtracyjnym. To rozwiązanie jest dozwolone przy przygotowywaniu warstw filtracyjnych, ale nie może być użyte, jeżeli filtrat będzie poddany pomiarom ciemnienia. Do optycznej oceny jakości filtratu zgodnie z rozdziałem 5.5 należy pobrać filtrat uzyskany bezpośrednio z warstwy filtracyjnej przygotowanej z jednym papierem filtracyjnym.

5.2 Formowanie arkusików laboratoryjnych – Ogólna procedura

Należy pobrać odpowiednią ilość materiału z rozwłóknacza do utworzenia każdego arkusika. Po standardowym formowaniu arkusika laboratoryjnego, wysusz arkusik w suszarce Rapid- Köthen między papierem podkładowym i pokryciowym. Czas suszenia powinien wynosić 7 minut. Papier podkładowy i pokryciowy nie powinny być odłączane od arkusika laboratoryjnego do momentu bezpośrednio przed wykonywaniem pomiarów właściwości optycznych.

5.3 Arkusiki do określania powierzchni cętek A

Do określania powierzchni cętek (A) należy przygotować co najmniej dwa arkusiki laboratoryjne z użyciem świeżej wody dla uzyskania lepszego kontrastu w analizach optycznych. Gramatura m_A powinna wynosić $42,6 \pm 1,6 \text{ g/m}^2$, w odniesieniu do masy bezwzględnie suchej substancji.

5.4 Arkusiki do określania parametrów Kubelka Munk

Arkusiki do oznaczania jednostkowego współczynnika absorpcji światła (k) i jednostkowego współczynnika rozpraszania światła (s) według modelu Kubelka Munk są przygotowywane z użyciem wody zawracanej. Ich nieprzezroczystość nie powinna przekraczać 95% dla bliskiej podczerwieni.

Jednorodna zawiesina o zawartości bezwzględnie suchej substancji 1,35 g zostaje pobrana z naczynia rozwłóknacza do przygotowania arkusika laboratoryjnego zgodnego z ISO 5269-2. Po odwadnianiu zostaje on zdjęty z sita i zostaje usunięty lub wykorzystany jako arkusik do utworzenia stosu w badaniu współczynnika R_{∞} . Filtrat uzyskany w procesie (woda podsitowa) zostaje zachowana i wykorzystana do rozczyniania następnego arkusika. Aby zwiększyć stężenie wody podsitowej ta procedura zostaje powtórzona cztery razy bez zmiany ilości bezwzględnie suchej substancji. Piąty arkusik zostaje zdjęty z sita i jest suszony między papierem podkładowym i pokryciowym w suszarce Rapid-Köthen przez minimum 7 minut. Zmierz gramaturę arkusika.

Ilość zawiesiny potrzebna do formowania arkusika jest dostosowana za pierwszym razem w celu uzyskania arkusika laboratoryjnego o gramaturze $m_A 42,6 \text{ g/m}^2 \pm 1,6 \text{ g/m}^2$ w odniesieniu do masy substancji bezwzględnie suchej.

Uwaga: Powyższa gramatura odpowiada wadze arkusika laboratoryjnego $1,35 \pm 0,05 \text{ g}$ po suszeniu RK.

Dopasowana ilość zawiesiny jest następnie wykorzystana przy tworzeniu następnych dwóch arkusików (arkusiki 6 i 7) ze stężonym filtrem, które są następnie suszone między papierem podkładowym i pokryciowym w suszarce Rapid-Köthen przez minimum 7 minut. Aby umożliwić dalsze pomiary optyczne zaleca się oznaczenie strony wierzchniej i sitowej.

Przed pomiarami optycznymi, oba arkusiki laboratoryjne muszą być poddane klimatyzowaniu zgodnie z ISO 187. Gramatura próbek po kondycjonowaniu w warunkach normalnych powinna wynosić 45 g/m^2 . Wartość ta jest zaokrąglana do $0,1 \text{ g/m}^2$.

5.5 Próbki filtratu

Gotowy filtrat otrzymany przez odwadnianie masy włóknistej na jedną warstwę filtracyjną jest homogenizowany. 100 ml filtratu zostaje całkowicie odwodnione przy użyciu filtra membranowego z azotanu celulozy w podciśnieniowym urządzeniu filtrującym. Jakakolwiek obecność materiału włóknistego widoczna na filtrze membranowym może wskazywać na to, że część masy przedostała się pomijając sączek podczas przygotowywania warstwy filtracyjnej. W takim przypadku filtr membranowy i filtrat muszą zostać odrzucone. Należy przygotować nową warstwę filtracyjną i filtrat zgodnie jak opisano w rozdziale 5.1.

Filtrat otrzymany po przesączeniu dwóch oddzielnych warstw filtracyjnych (rozdział 5.1) jest następnie filtrowany. Zasadniczo filtrowanie jest prowadzone bez zastosowania środków retencyjnych. Rezultatem przeprowadzonego filtrowania musi być bezbarwna, przezroczysta ciecz.

Wyjątek:

W przypadku, gdy otrzymany filtrat po filtrowaniu filtrem membranowym w dalszym ciągu jest zabarwiony należy powtórzyć procedurę z nową próbką (100 ml). Dodaj roztwór środka retencyjnego (rozpoczynając od 5 ml) przed filtrowaniem filtrem membranowym, siarczanu glinu lub poliakryloamidu kationowego (CPAM) o wysokiej masie cząsteczkowej i słabym ładunku kationowym. W raporcie określ czy filtrat po filtrowaniu filtrem membranowym i zastosowaniu środka pomocniczego był zabarwiony, a jeżeli tak to w jakim stopniu.

Filtry membranowe zostają usunięte z urządzenia filtrującego i wysuszone w eksykatorze.

Jako wzorzec stosowane są filtry membranowe przygotowane w ten sam sposób, ale przez użycie wyłącznie 100 ml wody wodociągowej bez masy włóknistej. Należy przygotować filtry membranowe do każdej serii badań lub co najmniej raz dziennie.

6 Raport

- Typ przygotowanych arkusików
- Średnica lejka Büchnera
- Fotografie arkusików i warstw filtracyjnych, filtratu z filtracji filtrem membranowym oraz filtra membranowego
- Przygotowanie próbki filtratu z lub bez środka retencyjnego, dozowanie
- Wszelkie odchylenia od metody

7 Odniesienia

7.1 Cytowane Normy i metody

- 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: Pulp – 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 Źródła

Ta metoda została opublikowana po raz pierwszy w 1997 roku. Dokonano zasadniczej weryfikacji w zgodzie z definicjami określonymi w Projekcie 85 02 CTP/PMV/PTS INGEDE – European Deinkability Test Method. W 2006 roku do tej metody przeniesiono również elementy Metody 3 i 10 INGEDE. W 2014 roku zdefiniowano bibułę filtracyjną na podstawie wyników Projektu 140 13 INGEDE.

Kontakt:

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