

## Uvod

Papirna snov nastala iz papirja za recikliranje ponavadi vsebuje tiskarsko bravo, ki vpliva na optične lastnosti recikliranega papirja. V postopku čiščenja in flotacije se odstranijo manjše nečistoče in tiskarska barva, pri čemer pa je učinkovitost odstranjevanja odvisna od postopka tiskanja. Ostanek tiskarske barve se določi z merjenjem odboja (refleksije) svetlobe v bližnjem IR območju. Z odbojem svetlobe se oceni količina drobcov papirnih vlaken in polnil, od katerih je odvisen koeficient sipanja svetlobe in vsebnost tiskarske barve, ki vpliva na koeficient absorpcije svetlobe. Izračun koeficienta sipanja je možen na papirnih vzorcih, ki imajo neprosojnost višjo od 95 % (ISO 9416), kar industrijski papirji večinoma dosegajo. Vzorce iz papirne snovi odvzete med postopkom razsivitve ali po razsivitvi (INGEDE Metoda 11) je potrebno obdelati. INGEDE Metoda 1 opisuje pripravo filtrirnih blazinic v primeru, ko so izgube drobcov papirnih vlaken in tiskarske barve med pripravo zanemarljive. Zaradi visoke neprosojnosti filtrirnih blazinic se koeficienta sipanja svetlobe (s) ne da izračunati. Uporabiti predpostavko, da je koeficient sipanja svetlobe konstanten ni priporočljivo, saj se sipanje svetlobe papirne snovi spreminja, odvisno je na primer od vsebnosti pepela. INGEDE Metoda 1 opisuje pripravo vzorčnih listov papirja z uporabo vode iz obtoka. Metoda se lahko uporablja tako pri industrijskih, kot pri laboratorijskih vzorcih papirne snovi.

## 1 Namen

INGEDE Metoda 1 se uporablja za pripravo vzorčnih listov papirja in filtrirnih blazinic iz papirne snovi nastale pri postopku razsivitve in za pripravo laboratorijskih preskušancev.

## 2 Princip

Filtrirne blazinice pripravimo iz industrijskih ali laboratorijskih vzorcev papirne snovi s pomočjo Büchnerjevega lija in primernega filtrirnega papirja. Vzorčne liste papirja pripravimo iz industrijske papirne snovi po metodi Rapid-Köthen pri določenih pogojih. Vzorce filtrata odsesamo preko membranskega filtra in jih primerjamo z referenčnim membranskim filtrom pripravljenim z uporabo vodovodne vode.

Merjenje optičnih lastnosti izvedemo v skladu z INGEDE Metodo 2.

## 3 Naprave in pripomočki

### 3.1 Naprave

- Dozirnik za porazdelitev suspenzije (prostornina: 10 l).
- Büchnerjev lij s primerno vakumsko napravo, ki omogoča razliko v tlaku  $\geq 60$  kPa.
- Filtrirni papir: Munktell type 1289.
- Analitska tehnica do 3000 g, z natančnostjo  $\pm 0,1$  g.

- Standardizirana naprava za oblikovanje listov papirja (model: Rapid-Köthen) s sušilnikom (vakum 95 kPa, 94 °C), po ISO 5269-2.
- Papir za zaščito in nosilni karton, po ISO 5269-2.

Obarvanje filtrata:

- membranski filter iz celuloznega nitrata: Sartorius type 11306-050N,  $\varnothing$  50 mm, pore  $\varnothing$  0,45  $\mu$ m,
- vakumska naprava za filtriranje z notranjim premerom lija 39 mm,
- črpalka na vodni curek ali vakumska črpalka in
- desikator.

### **3.2 Kemikalije**

- Kationski poliakrilamid (CPAM) – visoke molekulske mase in nizkim kationskim nabojem – polimer, ki se uporablja za dehidracijo mulja. CPAM uporabimo v obliki raztopine s koncentracijo 1 g/l (prah se raztopi v vodovodni vodi).
- Aluminij.

## **4 Vzorci**

### **4.1 Vzorci papirne snovi**

Po vzorčenju reprezentativne količine materiala pri industrijskem postopku razsivitve papira za recikliranje ali odvzemu vzorca po laboratorijskem postopku razsivitve, odvzete vzorce analiziramo v laboratoriju. Koncentracija materiala se določi po standardu ISO 4119.

Po meritvi koncentracije, vzorec razredčimo in homogeniziramo v dozirniku do koncentracije 8 g/l. Ponovno se določi koncentracija, nato pa se brez predhodne uravnave pH, iz vzorca izdelajo preskusni listi.

Suspenzijo papirne snovi s koncentracijo do 10 %, lahko brez predhodne obdelave uporabimo za izdelavo listov, razsiveno papirno snov višje koncentracije pa moramo predhodno razvlakniti. Razvlaknitev poteka v skladu s standardom ISO 5263-2, traja pa lahko največ pet minut. Pri nizki koncentraciji, do 2 %, je mehanska obdelava kratkotrajna, da preprečimo spremembe v velikosti nezaželenih delcev, to je tiskarske barve in lepljivih delcev.

### **4.2 Vzorci filtrata**

Pri pripravi filtrirnih blazinic, katerim določamo optične lastnosti, se dobi filtrat, ki se uporabi za pripravo preskušancev membranskih filtrov. Iz posameznih vzorcev papirne snovi dobimo pri pripravi dveh filtrirnih blazinic dva preskušanca filtrata.

## **5 Postopek**

### **5.1 Filtrirne blazinice**

Iz vzorca papirne snovi pripravimo najmanj dve filtrirni blazinici.

Filtrirne blazinice, z gramaturo 225 g/m<sup>2</sup>, izdelamo z uporabo Büchnerjevega lija v katerega je vložen navlažen filtrirni papir. Priporočena je uporaba filtrirnega papirja premera 150 mm in Büchnerjevega lija s premerom 160 mm. Za pripravo suspenzije uporabimo 4,0 g absolutno suhe papirne snovi in dolijemo vodovodno vodo do prostornine 1 litra.

Uporabimo lahko tudi filtrirne papirje drugih dimenzij, prikazane v preglednici 1. Premeru filtrirnega papirja je prilagojen premer Brüchnerjevega lija, ki ne sme preseči maksimalne vrednosti podane v preglednici 1. Običajno se Brüchnerjev lij nabavi glede na nominalni premer, ki je enak premeru filtrirnega papirja.

V primeru, če uporabimo različni premer Büchnerjevega lija in filtrirnega papirja je potrebno prilagoditi prostornino vzorca (preglednica 1), pri čemer koncentracija ostaja 0,4-odstotna.

**Preglednica 1: Prostornina papirne snovi za filtriranje z Büchnerjevim lijem**

| Maksimalni premer Büchnerjevega lija, [mm] | Premer filtrirnega papirja (Munktell 1289), [mm] | Absolutno suha masa snovi, [g] | Prostornina vzorca pri koncentraciji 0,4 %, [ml] |
|--|--|--------------------------------|--|
| 120  | 110  | 2,15                           | 538  |
| 135  | 125  | 2,75                           | 688  |
| 160  | 150  | 4,00                           | 1000   |
| 195  | 185  | 6,10                           | 1525   |

Po filtriranju filtrirni papir previdno odstranimo od mokre filtrirne blazinice, le-to pa pred sušenjem položimo med dva nova filtrirna papirja. Sušenje v napravi Rapid-Köthen traja 10 minut. Po sušenju filtrirni papir odstranimo tik pred merjenjem optičnih lastnosti filtrirne blazinice.

Praksa je pokazala, da se je z uporabo tanke poliamidne mreže s širino luknjic okoli 140 µm in diagonalo okoli 190 µm, podloženo pod filtrirni papir, možno izogniti madežem. To je dovoljeno le v primeru, ko se ne vrši analiza obarvanja filtrata. Za optično oceno kakovosti filtrata (poglavje 5.5) se pripravi filtrat iz filtrirne blazinice, izdelane z enim filtrirnim papirjem.

**5.2 Izdelava vzorčnih listov papirja – Osnovni postopek**

Za izdelavo vzorčnih listov papirja se iz dozirne naprave odvzame ustrezna količina materiala. Po standardnem laboratorijskem oblikovanju vzorčnih listov papirja se vzorci sušijo v sušilniku Rapid-Köthen, tako da jih vstavimo med nosilni sloj – karton in jih prekrijemo s papirjem. Sušeje naj traja 7 minut. Po sušenju nosilni sloj in papir odstranimo tik pred merjenjem optičnih lastnosti vzorčnih listov papirja.

**5.3 Vzorčni listi papirja za določitev površine nečističoč A**

Za določitev površine nečističoč (A) moramo izdelati vsaj dva preskušanca papirja z uporabo sveže vode, zato da se pri optični analizi doseže večji kontrast. Gramatura  $m_A$  mora biti do  $42,6 \pm 1,6$  g/m<sup>2</sup>.

#### **5.4 Vzorčni listi papirja za določitev Kubelka Munk parametrov**

Vzorčne liste papirja za določitev Kubelka Munk koeficienta absorpcije svetlobe ( $k$ ) in koeficienta sipanja svetlobe ( $s$ ) pripravimo s pomočjo vodovodne vode. Njihova neprosojnost ne sme preseči 95 % v bližnjem infrardečem območju.

Za pripravo laboratorijskih listov v skladu z ISO 5269-2 se iz dozirne naprave odvzame homogena suspenzija, ki količinsko ustreza 1,35 g suhe snovi. Po odvodnjavanju list vzamemo iz sita in ga odložimo ter ga uporabimo v skupku laboratorijskih listov za določitev refleksijskega faktorja  $R_{\infty}$ . Filtrat, ki pri tem nastane (sitova voda) se shrani in uporabi za razredčenje pri izdelavi naslednjega lista. Z namenom povečati koncentracijo sitove vode, se postopek ponovi 4-krat, ne da bi pri tem zamenjali suho snov. Peti list vzamemo iz sita, posušimo (7 minut) v sušilniku naprave Rapid-Köthen, položenega med nosilni karton in pokrivni papir, nato pa določimo gramaturo lista.

Količino suspenzije potrebno za izdelavo lista prilagodimo na začetku postopka tako, da izdelamo laboratorijski list gramature  $m_A$  je  $42,6 \pm 1,6 \text{ g/m}^2$ , v odvisnosti od suhe snovi.

Opomba: omenjena gramatura ustreza masi laboratorijskega lista  $1,35 \pm 0,05 \text{ g}$  po sušenju v sušilniku Rapid-Köthen.

Prilagojeno količino suspenzije uporabimo za pripravo nadaljnjih dveh laboratorijskih listov (list 6 in 7) pri čemer uporabimo koncentrirani filtrat. Lista prav tako posušimo (7 minut) v sušilniku tipa Rapid-Köthen, položena med nosilni karton in pokrivni papir. Priporoča se, da za nadaljnje merjenje optičnih lastnosti zgornjo in sitovo stran lista označimo.

Pred določitvijo optičnih lastnosti, preskušance klimatiziramo v skladu s standardom ISO 187. Gramatura po klimatiziranju, določena v standardni klimi mora biti  $45 \text{ g/m}^2$ , zaokrožena na  $0,1 \text{ g/m}^2$ .

#### **5.5 Vzorci filtrata**

Filtrat, ki ga dobimo z odvodnjavanjem papirne snovi pri pripravi ene filtrirne blazinice, homogeniziramo. V vakumski filtrirni enoti odcedimo preko membranskega filtra iz celuloznega nitrata, 100 ml homogeniziranega filtrata. Če na membranskem filtru najdemo vlakna, to pomeni, da je pri pripravi filtrirnih blazinic nekaj papirne snovi obšlo filtrirni papir. V tem primeru moramo zavreči membranski filter in filtrat ter pripraviti novo filtrirno blazinico po postopku opisanem v poglavju 5.1.

Filtrat dveh filtrirnih blazinic (poglavje 5.1) se filtrira brez dodatka retencijskih sredstev. Rezultat filtracije mora biti brezbarvna, čista tekočina.

Izjema:

Če po membranski filtraciji dobimo obarvan filtrat, moramo postopek ponoviti z novim vzorcem (100 ml). Pred membransko filtracijo dodamo raztopino retencijskega sredstva (začne se s 5 ml), aluminij ali kationski poliakrilamid (CPAM) visoke molekulske mase in nizkim kationskim nabojem. V poročilu je potrebno navesti, če je bil filtrat obarvan in če smo dodali retencijsko sredstvo, in v primeru da ja, koliko smo ga dodali.

Membranske filtre vzamemo iz filtracijske enote in jih posušimo v desikatorju.

Referenčni membranski filtri so pripravljani na enak način, pri tem uporabimo le 100 ml vodovodne vode, brez papirne snovi. Membranski filter se pripravi za vsako testno serijo oz. dnevno.

## **6 Poročilo**

- Vrsta pripravljenih vzorčnih listov papirja.
- Premer Büchnerjevega lija.
- Fotografije vzorčnih listov papirja in filtrirnih blazinic, membranskega filtrata in membranskega filtra.
- Priprava vzorca filtrata z ali brez retencijskih sredstev.
- Vsi odmiki od metode.

## **7 Reference**

### **7.1 Citirani standardi in metode**

- INGEDE Metoda 2: Merjenje optičnih lastnosti papirne snovi in filtratov po postopku razsivitve.
- ISO 187: Papir, karton, lepenke in vlaknine – Standardna atmosfera za kondicioniranje in preskušanje ter postopek za nadzor atmosfere in kondicioniranje vzorcev (1990).
- ISO 4119: Vlaknine - Določevanje koncentracije snovi (1995).
- ISO 5263-2: Vlaknine – Laboratorijsko razvlaknjevanje v mokrem – 2. del: Razvlaknjevanje mehanskih vlaknin pri 20 stopinjah C (2004).
- ISO 5269/2: Vlaknine – Priprava laboratorijskih listov za določanje fizikalnih lastnosti, Del 2: Rapid-Köthenova metoda.
- ISO 9416: Papir – Določevanje koeficienta sipanja svetlobe in absorpcijskega koeficienta (upoštevajoč Kubelka-Munkovo teorijo) (2009).

### **7.2 Viri**

Metoda je bila prvič objavljena leta 1997. Večji popravek je bil narejen vezan na definicije iz INGEDE Projekta 85 02 CTP/PMV/PTS – Evropska preskusna metoda razsivitve. Leta 2006 so bili v metodo prenešeni določeni deli Metod INGEDE 3 in 10. Leta 2014 je bil definiran filtrirni papir na podlagi rezultatov INGEDE Projekta 140 13.