



Metoda INGEDE 4

April 2013

Analiza makro lepljivih delcev v papirni snovi

Dokument je izvorno avtorsko delo organizacije INGEDE, njenih članic in raziskovalnih sodelavcev. Metoda INGEDE 4 je bila v okviru projekta EcoPaperLoop prevedena v več jezikov. V primeru morebitnih odstopanj velja le različica v angleškem jeziku.

Metoda INGEDE 4

April 2013

13 strani

Analiza makro lepljivih delcev v papirni snovi



Uvod

Lepljivi delci v papirni snovi so ostanki lepljenih površin papirja za recikliranje, ki med proizvodnjo in predelavo papirja povzročajo težave in znižujejo kakovost končnemu proizvodu.

Z Metodo INGEDE 4 ugotavljamo količino makro lepljivih delcev v papirni snovi.

1 Področje uporabe

Metoda INGEDE 4 se uporablja za analizo makro lepljivih delcev v papirni snovi.

2 Izrazi in definicije

Makro lepljivi delci:

so lepljive komponente, ki izhajajo iz papirja za recikliranje, in jih lahko analiziramo na ostankih laboratorijskega prebiranja (razvidno iz ustrezne tehnične dokumentacije ZELLCHEMING).

3 Postopek

Metoda opisuje laboratorijski postopek prebiranja papirne snovi v postopku recikliranja papirja. Ostanek po postopku prebiranja se pripravi na način, ki omogoča analizo makro lepljivih delcev s pomočjo slikovne analize.

4 Oprema in pripomočki

4.1 Oprema

4.1.1 Razpuščanje

Za razpuščanje vzorcev lahko uporabimo katero koli napravo, ki izpolnjuje zahteve standarda SIST EN ISO 5263-1.

4.1.2 Prebiranje

Makro lepljive delce lahko na različnih laboratorijskih prebiralnikih ločimo od suspenzije reciklirane snovi. Izbiramo lahko med naslednjimi napravami: Haindlova klasirna naprava (ZM V/1.4/86), Somervilleova naprava (TAPPI T 275 sp-07) ali Pulmac Master Screen (TAPPI 274 sp-08).

4.1.3 Sito s podolgovatimi režami

Za papirno snov v postopku razsivitve se priporoča uporaba sita s podolgovatimi režami širine 100 µm. Če se velikost rež na uporabljenem situ razlikuje od navedene, odstopanja od metode navedemo v poročilu.

OPOMBA:

Postopki prebiranja so pokazali, da tudi pri uporabi sit s približno enako širino rež pride do precejšnjih razlik v rezultatih (glej Projekt INFOR 118). Maksimalna širina rež sovпада s površino makro lepljivih delcev. Priporočljivo je, da izmerimo vse reže na situ. Na voljo je testna metoda ZELLCHEMING, ki opredeljuje zahteve v zvezi z velikostjo rež na sitih laboratorijskih prebiralnikov.

4.1.4 Odstranjevanje vode in sušenje ostanka

Vsaka naprava, ki izpolnjuje zahteve standarda SIST EN ISO 5269-2, se lahko uporabi za odstranjevanje vode in sušenje ostanka po odvodnjavanju, npr. Rapid-Köthen. Poleg tega potrebujemo tudi sušilnik, ki izpolnjuje zahteve standarda SIST EN ISO 287.

4.1.5 Slikovna analiza

Za slikovno analizo potrebujemo optični čitalec in osebni računalnik z ustrezno programsko opremo. Optični čitalec moramo predhodno kalibrirati, saj s tem zagotovimo ponovljivost meritev.

Tehnične zahteve optičnega čitalca:

- območje skeniranja \geq ISO A4,
- ločljivost \geq 2000 dpi,
- 48-bitna barvna globina in
- optična gostota $D_{MAX} \geq 4,0$.

Zahteve za natančnost meritev optičnega čitalca po ogrevanju (glej navodila za uporabo) in pogoji skeniranja (glej poglavje 5.6):

- ponovljivost povprečne sivinske vrednosti (8-bitne) ± 1 (vzorec ISO A4 je treba 10-krat skenirati, ne da bi ga pri tem karkoli premikali. Povprečna sivinska vrednost celotnega območja vzorca mora biti znotraj dveh sivinskih vrednosti).
- odstopanje barvnih vrednosti (RGB – 8-bitna) ≤ 5 (odstopanje skenirane slike IT8-Target po kalibraciji se od odstopanja, določenega v referenčni datoteki, ne bi smelo razlikovati za več kot ± 5 vrednosti v vsakem posameznem barvnem kanalu, tj. R,G,B).

Primerni optični čitalci: DOMAS ScannerAdvanced ali Techpap SIMPALAB

Opomba:

»ScannerAdvanced« je komercialni optični čitalec, ki ga je poimenoval in akreditiral PTS, na voljo pa je s priloženo programsko opremo DOMAS 3.0.

S programsko opremo za slikovno analizo bi morali zaznati bele delce na črnem ozadju. Za slikovno analizo se priporoča uporaba programskega paketa Domas 3.0 ali SIMPALAB podjetja Techpap.

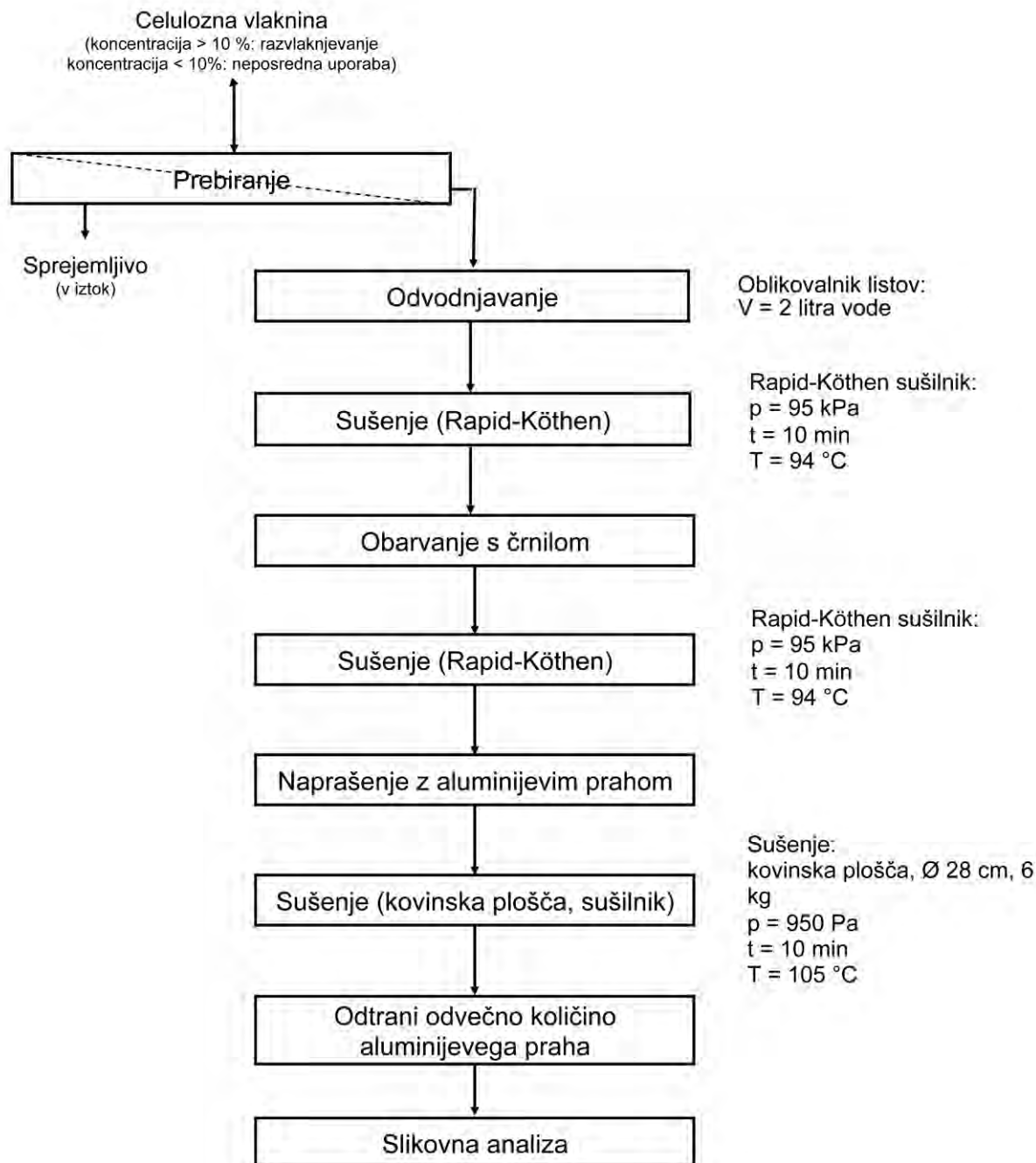
4.2 Preizkusne snovi

Za preizkušanje lahko uporabimo naslednje snovi:

- črnilo na vodni osnovi, npr. Pelikan št. 4001,
- s silikonom enostransko premazan papir z gramaturo 60 g/m²,
- filtrirni papir: srednje velike pore, srednja hitrost filtriranja, strojno glajen, dobra odpornost v mokrem, bele barve, npr. Munktell Filtrak 1289, s premerom 240 mm in
- na poseben način pripravljen aluminijev prah: bele barve, delci z ostrimi robovi, velikost zrn po klasifikaciji FEPA = F220.

(Dobavitelji, glej seznam v točki 7.4)

5 Postopek



Slika 1: Preizkusna Metoda INGEDE 4

5.1 Priprava in izdelava vzorcev

Suspenzijo papirne snovi s koncentracijo do 10 % lahko brez dodatne priprave takoj uporabimo za prebiranje, medtem ko je papirno snov višje koncentracije potrebno pred prebiranjem še razvlakniti. Absolutno suho snov (50 g) razpustimo v 2000 ± 25 ml vode. Postopek razpuščanja poteka na ustrezni napravi, v skladu s standardom SIST EN ISO 5263-1, traja pa lahko največ 5 minut. Dlje trajajoče mehanske obremenitve niso priporočljive, saj lahko spremenijo porazdelitev velikosti lepljivih delcev v vzorcu.

5.2 Prebiranje

5.2.1 Splošno

Za statistično zanesljive rezultate je priporočljivo, da postopek prebiranja izvedemo v treh ponovitvah, pri vsaki ponovitvi pa uporabimo 50 g absolutne suhe snovi iz enega vzorca. V določenih primerih lahko pride do težav zaradi visoke vsebnosti dolgih vlaken ali visoke stopnje onesnaženosti papirne snovi. V tem primeru lahko papirno snov razdelimo na manjše deleže (npr. 2×25 g) in/ali podaljšamo čas prebiranja. Pri uporabi prebiralnika Pulmac Master Screen se bolj priporoča prva možnost, tj. manjši deleži snovi. Količino vzorca zmanjšamo tudi v primeru, ko je količina lepljivih delcev tako velika, da se med seboj začnejo sprijemati.

Vsako odstopanje navedemo v poročilu.

Priporočljiva je uporaba kovinskega sita, saj se zaradi velike mehanske obremenitve sito iz polimernih materialov lahko uniči.

5.2.2 Pregled pogojev prebiranja

V spodnji preglednici so navedene naprave in pogoji prebiranja.

Preglednica 1: Pogoji prebiranja

Oprema	Referenčna metoda	Pretok vode	Nihaji/vrtljaji	Trajanje (dodajanje snovi + nadaljnje prebiranje)
Haindlova klasirna naprava	ZM V/1.4/86	10 l/min	480 dvojnih nihajev na minuto	5 min + 5 min
Somervillova naprava	T 275 sp-07	8,6 l/min	700 vrtljajev na minute	2 min + 18 min
Prebiralnik Pulmac Master Screen	T 274 sp-08	odvisno od nastavitve programa (način B)		

5.2.3 Haindlova klasirna naprava

Prebiranje s Haindlovo klasirno napravo se izvaja brez McNettove enote ter v skladu s specifikacijami tehničnega lista ZM V/1,4/86. Za brezhibno prebiranje 50 g absolutno suhe papirne snovi je potrebno upoštevati naslednje pogoje. Frekvenco nihajev membrane moramo povečati na 480 dvojnih nihajev/minuto (največja hitrost). Zaradi povečanja turbulence v komori za prebiranje je potrebno steno valjaste posode za dovajanje zvišati s 130 na 370 mm. Posodo je mogoče zvišati tako, da nanjo namestimo pokrov iz akrilnega stekla. Skozi celoten postopek prebiranja je potrebno zagotoviti pretok vode za izpiranje s hitrostjo 10 litrov na minuto. Najprej 5 minut konstantno dodajamo papirno snov, potem še 5 minut poteka prebiranje, nato pa je postopek končan.

5.2.4 Somervillova naprava

Prebiranje v Somervillovi napravi se izvaja v skladu s specifikacijami metode Tappi T 275 sp-07. V prvih dveh minutah prebiranja se v napravo dovaja 50 g absolutne suhe papirne snovi, celotni postopek prebiranja pa nato traja še dodatnih 18 minut.

5.2.5 Prebiralnik Pulmac Master Screen

Pri uporabi prebiralnika Pulmac Master Screen v napravo damo 50 g absolutno suhe papirne snovi. Sam postopek prebiranja je avtomatiziran. Program mora biti nastavljen na »način B«. Pred prebiranjem je treba na sito enote za odvodnjavanje namestiti vlažen filtrirni papir, na katerem se potem nabira ostanek snovi – izmet.

5.3 Odstranjevanje vode iz ostanka

Ostanek snovi s približno enim litrom vode speremo s sita v posodo. Vlažen filtrirni papir bele barve namestimo na sito oblikovalnika, tako da se v oblikovalniku listov (Rapid-Köthen) odstrani odpadna voda iz ostanka snovi. Priporočljivo je ročno upravljanje oblikovalnika. Pred začetkom odvodnjavanja, ko sta vzorec ostanka snovi in dodatni liter vode že v oblikovalniku zaženemo še prezračevanje. Vzorec, ki ostane po odvodnjavanju, s spodnjo stranjo filtra (kjer ni ostanka snovi) položimo na karton za gavčanje. Če je lepljivih delcev toliko, da se sprijemajo med seboj, (poglavje 5.5), ostanek porazdelimo na več filtrirnih papirjev. Sprijete lepljive delce je mogoče tudi previdno ločiti na filtru ali največje izmed njih prenesti na nov filter. Velike lepljive delce je potrebno prestaviti na nov filter (v nadaljevanju bomo videli, da je manjše delce najlažje prekriti kar z aluminijevim prahom).

Na napravi Pulmac Master Screen je odpadna voda samodejno odstranjena iz ostanka, pri čemer se uporabi enaka vrsta filtrirnega papirja. Ko je prebiranje končano, se suhi vzorec lahko odstrani. Tudi v tem primeru ga položimo na ploščo za gavčanje s spodnjo stranjo na filter papir.

5.4 Sušenje

Zgornjo stran vzorca prekrijemo s premazano stranjo antiadhezivnega papirja. Nato vzorec 10 minut sušimo v sušilniku (Rapid-Köthen) pri temperaturi 94 °C in tlaku 95 kPa.

5.5 Analiza lepljivih delcev

Po sušenju lepljive delce analiziramo na osnovi njihovih adhezivnih lastnosti. Za slikovno analizo je potrebno zagotoviti dober kontrast med ozadjem in vzorcem. Pred odstranitvijo papirja, premazanega s silikonom, vzorec za kratek čas ohladimo. Zelo lepljive delce, v kolikor se držijo silikonskega papirja, prenesemo nazaj na filtrirni papir.

Celotno površino posušenega vzorca potopimo v črnilo na vodni osnovi, da se obarva, nato pa ga položimo na kos vpojnega papirja (beljen celulozni papir ali tissue papir), v katerega se vpije vsa odvečna barva. Zgornjo stran vzorca prekrijemo s prej uporabljenim antiadhezivnim papirjem, premazanim s silikonom, in ga pustimo sušiti še nadaljnjih 10 minut.

Če želimo preprečiti obarvanje sušilnika, moramo vzorec med sušenjem vstaviti med dve plošči za gavčanje.

Po sušenju vzorec na kratko ohladimo, nato pa ga popolnoma prekrijemo z debelo, enakomerno plastjo belega, na poseben način pripravljenega aluminijevega prahu. Znova ga vstavimo med dva sloja kartona in ga še nadaljnjih 10 minut sušimo v sušilniku pri 105 °C. Če želimo, da se aluminijev prah dobro prime lepljivih delov vzorca, ga stisnemo s tlakom 950 Pa (6 kg težko kovinsko sito premera 28 cm). Kovinsko sito ves čas hranimo v sušilniku, da vzdržujemo konstantno visoko temperaturo. Po končanem postopku vzorec odstranimo iz sušilnika. Odvečni aluminijev prah odstranimo z mehkim čopičem, brez uporabe pritiska, vzorec pa pri tem držimo v navpičnem položaju.

Ko je viden dober kontrast med lepljivimi delci, sledi vizualen pregled. Pomembno je, da se lepljivi delci ne sprijemajo. Z vizualnim pregledom se tudi preveri, če so vsi beli hidrofobni ostanki, kot so npr. delci plastike, odstranjeni. Odstranimo jih lahko tudi s pinceto ali pa jih označimo s črnim flomastrom, da so vidni pri kasnejši slikovni analizi.

5.6 Slikovna analiza

Pripravljeni vzorec skeniramo in analiziramo s slikovno analizo. Izberemo območje merjenja, tako da zajamemo največ lepljivih delcev.

S slikovno analizo ocenimo zgornjo stran treh preskušancev na vzorec in iz treh izmerjenih vrednosti izračunamo aritmetično sredino. Pomembno je, da pri skeniranju na vzorcu ni gub ali pregibov in da je popolnoma izravnano. Za podlago uporabimo neprosojen črn karton. Vsak vzorec skeniramo v 8-bitnem sivinskem načinu, z ločljivostjo 600 dpi in odsevno svetlobo.

Če optični bralnik miruje več kot 15 minut, je potrebno pred naslednjo meritvijo izvesti »skeniranje v prazno«.

Nastavitve programa za slikovno analizo: mejna vrednost in velikost slike sta definirana v nadaljevanju. Kakršne koli vrednosti, ki se razlikujejo od privzetih, pomenijo odklon od te metode in morajo biti v poročilu posebej navedene. Pri določanju omejitev velikostnih razredov kot spodnjo mejo vzamemo velikost podolgovatih rež na situ, ki smo ga uporabili za prebiranje (100 µm). Lepljivih delcev, manjših od 100 µm, ni mogoče pričakovati, saj se lepljena površina med postopkom sušenja poveča. Zgornje meje ne določimo, da lahko v meritev zajamemo vse lepljive delce.

Če želimo v programu za slikovno analizo izmeriti površino makro lepljivih delcev (postopek je opisan v točki 5.7), potrebujemo podatek o količini vhodne snovi (običajno 50 g absolutno suhe snovi). V programu za slikovno analizo DOMAS je priporočljivo uporabiti naslednje nastavitve:

- širino rež na situ (Slot Width) nastavite na »100« (μm),
- izberite možnost »Circular sample with border« (okrogel vzorec z obrobo),
- izberite možnost »Light contrasted stickies« (lepljivi delci s svetlim kontrastom),
- pri možnosti »Threshold method« izberite »fixed threshold« (fiksna zgornja meja) in nastavite parameter na »95«,
- izberite »Size classification« in »Circle equivalent diameter« ter kliknite »ingede4.kls«,
- nastavite »Pulp mass depended« in »...g«,
- izberite »Image source« in »Scan series« ter kliknite »stickies_1.scn«,
- možnost »No. of samples« (št. preskušancev) nastavite na »3« in
- izberite možnost »Average series of results«.

OPOMBA:

Kadar je lepljivih delcev zelo veliko, je bolj priporočljivo zmanjšati njihovo količino na filtrirnem papirju, kot da spreminjamo nastavitvev zgornje meje. V tem primeru je treba upoštevati enake postopke kot pri sprijetih delcih (točki 5.3 in 5.5).

V primeru uporabe programa Techpap SIMPALAB:

- kliknite možnost Family (na meniju Parameter) in
- s seznama izberite datoteko »ingede4.cfg«.

Parametri za merjenje lepljivih delcev, kot so prag merjenja ali velikost delcev za klasiranje ($100\text{-}200\ \mu\text{m}$), so že predhodno določeni v datoteki »ingede4.cfg« in se samodejno upoštevajo pri nastavitvah.

5.7 Izračun deleža makro lepljivih delcev

Rezultati slikovne analize morajo biti navedeni v [mm²] lepljivih delcev na [m²] vzorca. To vrednost moramo nato pretvoriti v [mm²] površine lepljivih delcev na [kg] papirne snovi (glej enačbo 1). Upoštevati je potrebno površino vzorca, ki je bila pri slikovni analizi dejansko izmerjena, glede na površino prekritega filtrirnega papirja (oz. maksimum na notranji premer oblikovalnika) in količino snovi, uporabljene za prebiranje (priporočljiva količina je 50 g absolutno suhe snovi).

Enačba 1: Površina makro lepljivih delcev v mm²/kg

$$\text{Površina lepljivih delcev} = \frac{\text{površina lepila} \left[\frac{\text{mm}^2}{\text{m}^2} \right] \times \text{površina vzorca} \left[\text{m}^2 \right]}{\text{količina materiala} \left[\text{kg} \right]}; \left[\frac{\text{mm}^2}{\text{kg}} \right]$$

Z uporabo 50 g absolutno suhe snovi in odstranjevanjem vode na napravi Rapid-Köthen dobimo faktor pretvorbe 0,634, s katerim pretvorimo površino lepljivih delcev v maso lepljive površine. Nato izračunamo matematično sredino posameznih rezultatov vsakega od treh preskušancev papirne snovi.

Priporočljivo je izračunati variacijski koeficient. Če ta presega 10 %, meritve ponovimo.

Meritve lahko prikažemo za vsak velikostni razred posebej ali pa kot celotno območje lepljenih delcev za vse velikostne razrede skupaj.

6 Poročilo

V poročilu o preizkusu navedemo naslednje podatke:

- oznaka vzorca,
- vrsta naprave za prebiranje,
- vrsta sita s podolgovatimi režami,
- vrsta programa za slikovno analizo,
- nastavitev zgornje meje, če ne uporabimo privzete vrednosti,
- povprečni delež makro lepljivih delcev v mm²/kg od treh priporočenih posameznih vzorcev in variacijski koeficient,
- morebitno odstopanje od te metode.

7 Literatura

7.1 Uporabljeni standardi in metode

- Tehnični list ZELLCHEMING RECO 1, 1/2006, Terminology of Stickies; www.zellcheming.com/service-center.html
- ZM V/1.4/86: Prüfung von Holzstoffen - Für Papier, Karton und Pappe - Gleichzeitige Bestimmung des Gehaltes an Splintern und Faserfraktionen; www.zellcheming.com/service-center.html
- Tehnični list ZELLCHEMING RECO 1, Anforderungen an die Güte von Schlitzplatten für Labor-Sortieraggregate, <http://www.zellcheming.de/service-center.html>
- TAPPI T 275 sp-07: Screening of Pulp (Somerville-Type Equipment)
- TAPPI T 274 sp-08: Laboratory screening of pulp (Master Screen-type instrument)
- SIST EN ISO 5263-1: Vlaknine - Laboratorijsko razvlaknjevanje v mokrem - 1. del: Razvlaknjevanje kemijskih vlaknin (ISO 5263-1:2004)
- SIST EN ISO 5269-2: Vlaknine - Izdelava laboratorijskih listov za preskušanje fizikalnih lastnost - 2. del: Metoda na Rapid-Köthenovem aparatu (ISO 5269-2:1998). Razveljavljen 1. maja 2005
- SIST EN ISO 287: Papir, karton in lepenka - Določevanje vlage v lotu - Metoda sušenja v sušilniku (ISO 287:2009)
- FEPA: www.fepa-abrasives.org

7.2 Literatura

- Ackermann, C.; Putz, H.-J.; Götsching, L.: INGEDE Method for the Analysis of Macro Stickies in DIP. Das Papier 51 (1997), št. 6, 271–282.
- Ackermann, C.; Putz, H.-J.; Götsching, L.: Improved Macro Sticky Analysis for DIP based on Screening. Progress in Paper Recycling 7 (1998), št. 2, 22–32.
- Nemški projekt INFOR 118: Improvement of Reproducibility of standardized Macrosticky Methods (zaključno poročilo: PMV/PTS, september 2009).
- H.-J. Putz, E. Hanecker: Untersuchung relevanter Einflüsse auf Makro-Stickyergebnisse. Wochenblatt für Papierfabrikation, 139 (2011), no.2, 116–123.

7.3 Viri

Metoda INGEDE 4 temelji na projektu INGEDE 38 94 PTS/PMV »Razvoj metode za določanje kvantitativne analize mikro in makro lepljivih delcev«.

PTS (www.ptspaper.de), PMV (www.pmv.tu-darmstadt.de)

7.4 Viri uporabljenih materialov in snovi

Silikonski papir:

- 60 g/m², npr. podjetje Gieselmann Stanztechnik GmbH, Nemčija, spletna stran: www.gieselmann-stanztechnik.de

Aluminijev prah:

- Elektrokorund Alodur SWSK 220, ki ga izdeluje podjetje Treibacher Schleifmittel
- Oddelek PMV (Papierfabrikation und Mechanische Verfahrenstechnik), Tehniška univerza v Darmstadtu, Alexanderstraße 8, 64283 Darmstadt, Nemčija

Filtrini papir:

- Vrsta 1289, Munktell & Filtrak GmbH, Niederschlag 1, 09471 Bärenstein, Nemčija, www.munktell.com

Tiskarska barva:

- Pelikan No. 4001 ali Parker Quink

Programska oprema DOMAS

- Datoteka:
»ingede4.kls«: www.ingede.org
- Programska oprema
»DOMAS Calibration Tester«, PTS Heidenau and Munich
- Skener:
DOMAS ScannerAdvanced, PTS Heidenau and Munich
- Program za slikovno analizo:
DOMAS 3.0, PTS Heidenau and Munich

SIMPALAB

- Datoteka:
»ingede4.cfg«
- Program:
Simpalab, current version 3.02.00 Techpap SAS Grenoble
- Scanners:

Seznam primernih optičnih čitalcev je na voljo na spletni strani podjetja Techpap SAS Grenoble (www.techpap.com, sales@techpap.com).

Metoda
INGEDE 4

stran 12

Analiza makro lepljivih delcev v papirni snovi

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

Priloga A

Razvrščanje v velikostne razrede

Določanje velikostnih razredov glede na premer delcev:

od (μm)	do (μm)
> 100	\leq 200
> 200	\leq 300
> 300	\leq 400
> 400	\leq 500
> 500	\leq 600
> 600	\leq 1 000
> 1 000	\leq 1 500
> 1 500	\leq 2 000
> 2 000	\leq 3 000
> 3 000	\leq 5 000
> 5 000	\leq 10 000
> 10 000	\leq 20 000
> 20 000	\leq 50 000
> 50 000	\leq 200 000

Velikostni razredi za uporabo v programu DOMAS so določeni v datoteki »ingede4.kls«. Za uporabo v program Techpap SIMPALAB je velikost določena v datoteki »ingede4«.