



Metoda INGEDE 12

Januar 2013

Vrednotenje reciklabilnosti potiskanih papirnih izdelkov – Določanje načina razgradnje lepljivih komponent

Dokument je izvirno avtorsko delo organizacije INGEDE, njenih članic in raziskovalnih sodelavcev. Metoda INGEDE 12 je bila v okviru projekta EcoPaperLoop prevedena v več jezikov. V primeru morebitnih odstopanj velja le različica v angleškem jeziku.

Uvod

Visoka stopnja reciklabilnosti potiskanih izdelkov je bistvenega pomena za trajnostni koncept krogotoka grafičnih papirjev. Organizacija INGEDE se zavzema za zagotavljanje in izboljševanje stopnje reciklabilnosti.

Eden od ukrepov je razviti ustrezne metode za vrednotenje stopnje reciklabilnosti glede na:

- sposobnost odstranitve tiskarske barve (razsivitve, deinkinga) in
- zmožnost odstranjevanja lepljivih komponent.

V ta namen so bile razvite metode, ki predstavljajo postopke v obratu, kjer poteka odstranitev tiskarske barve in na podlagi katerih je mogoče sklepati, kako se potiskani izdelki in lepljive komponente obnašajo v postopku razsivitve.

Postopek se nanaša na razgradnjo lepljivih komponent po razpuščanju papirne snovi in predstavlja enega od vidikov ocenjevanja stopnje reciklabilnosti. Metoda temelji na predpostavki, da je mogoče mehansko ločevati lepljive komponente. Sposobnost razgradnje lepljivih delcev določa tudi zmožnost njihovega prebiranja (glej dokument ERPC »Assessment of Print Product Recyclability – Scorecard for the Removability of Adhesive Applications«).

1 Področje uporabe

Metoda INGEDE 12 opisuje postopek vrednotenja sposobnosti razgradnje in odstranjevanja lepljivih komponent na papirnih izdelkih. Uporabljamo jo lahko tako pri znanih kot tudi neznanih količinah lepila v vzorcih papirja za recikliranje.

2 Izrazi in definicije

Makro lepljivi delci:

Tehnični list ZELLCHEMING RECO 1, 1/2006, Terminology of Stickies, in Metoda INGEDE 4.

Lepljivi delci so izraz za ostanke lepil, ki se pojavljajo pri uporabi recikliranih vlaken. Makro lepljivi delci se običajno imenujejo ostanki lepil, ki po razpuščanju papirne snovi ostanejo na prebiralnem situ.

Lepljive komponente

Lepilo za hrbtišče potiskanega izdelka – lepilo, ki se uporablja za vezavo knjig, revij, časopisov in katalogov.

Lepilo ob hrbtišču potiskanega izdelka – pri vezavi tiskovine se lahko uporabita eden ali dva spojna lista na sprednji in zadnji strani potiskanega izdelka. Končna vezava vključuje tako lepilo za hrbtišče kot tudi lepilo, ki povezuje spojni list s knjižnim blokom.

Lepilo za lepljenje prilog – lepljive komponente, ki se uporabljajo za lepljenje vzorcev ali letakov v ali na potiskanih izdelkih, predvsem v komercialne namene.

Na pritisk občutljiva lepila (*ang. Pressure Sensitive Adhesive (PSA)*) – lepila, ki se večinoma uporabljajo za samolepilne nalepke in etikete.

3 Postopek

Metoda se uporablja za določanje sposobnosti odstranjevanja lepljivih komponent pri razsvitvi papirne snovi. Najpomembnejša postopka sta razpuščanje in prebiranje papirne snovi.

Metoda določa fizikalne pogoje in dodatek razsvitvenih kemikalij v laboratorijskem postopku razpuščanja (slika 1).

V skladu z Metodo INGEDE 4, lepljive delce s prebiranjem ločimo od papirne snovi.

Nato izmerimo porazdelitev velikosti makro lepljivih delcev, na podlagi česar lahko potem ocenimo tudi sposobnost odstranjevanja lepljivih komponent v samem industrijskem postopku.

Da je mogoče odstraniti le delce s premerom, manjšim od 2000 μm , dokazujejo rezultati preizkusov na polproizvodnih napravah, potrjeni tudi v samem industrijskem postopku.

Glavni razlog za razvoj metode vrednotenja je v tem, da običajno ne vemo, kolikšna je količina lepila v potiskanem izdelku. Kadar je količina znana, lahko Metodo INGEDE 12 uporabljamo v kombinaciji z Metodo INGEDE 13.

4 Oprema in pripomočki

4.1 Oprema

- Analitska tehnica do 1000 g, z natančnostjo $\pm 0,001$ g.
- Analitska tehnica do 3000 g, z natančnostjo $\pm 0,1$ g.
- Hobartov razpuščevalnik N50, proizvajalca Hobart GmbH, z mešalnikom (glej Metodo INGEDE 11).
- Haindlova klasirna naprava v skladu s tehničnim listom ZM V/1.4/86, Somervilleova naprava v skladu z metodo TAPPI T 275 sp-07 ali Pulmacov prebiralnik Master Screen v skladu z metodo TAPPI T 274 sp-08.
- Sito s podolgovatimi režami širine 100 μm .
- Oblikovalnik vzorčnih listov papirja Rapid-Köthen v skladu s standardom SIST EN ISO 5269-2.
- Sušilnik v skladu s standardom SIST EN ISO 287.
- Slikovna analiza na osnovi skenirane slike z ločljivostjo najmanj 600 \times 600 dpi, npr. programska oprema DOMAS, SIMPALAB.

4.2 Preizkusne snovi

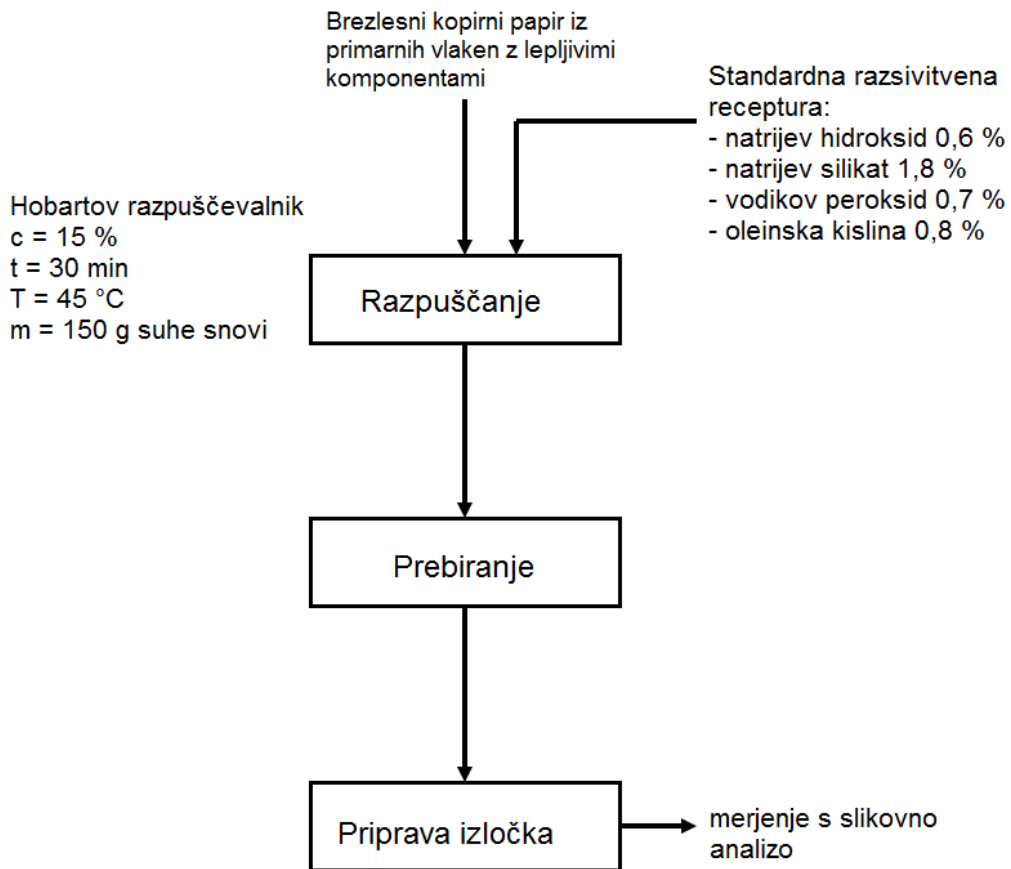
- Brezlesni kopirni papir iz primarnih vlaken z vsebnostjo pepela 20 ± 3 %, določeno pri 525 °C.
- Preizkusna snov za prikaz lepljivih delcev v skladu z Metodo INGEDE 4.

4.3 Kemikalije

Predpisane kemikalije za uporabo pri postopku razsivitve so navedene v Metodi INGEDE 11:

- Natrijev hidroksid p. a.
- Natrijev silikat, gostote $1,3$ – $1,4$ g/cm³.
- Vodikov peroksid, npr. 35 %.
- Oleinska kislina, posebno čista.

5 Postopek



Slika 1: Določanje načina razgradnje lepljivih komponent.

5.1 Priprava lepljivih komponent

Vzorce je priporočljivo kondicionirati 24 ur v skladu s standardom SIST EN 20187. Uporabimo priporočeno količino lepljivih komponent, navedeno v preglednici 1. V nasprotnem primeru, uporabljeno količino navedemo v poročilu. Količino spremenimo le v primeru, ko ne dobimo ustreznih rezultatov, ali pa jo zmanjšamo, če se lepljivi delci na filtru zelo sprijemajo.

Lepilo za hrbtišče potiskanega izdelka

V preizkus potiskanega izdelka moramo vključiti vse lepljive komponente. Različne lepljive komponente posameznega potiskanega izdelka preizkušamo ločeno, rezultate pa navedemo glede na maso izdelka, tj. v [mm²/kg]. Če ni drugače predpisano, hrbtišča za vezavo knjig, ki lahko vsebujejo različne vrste lepil, ocenjujemo kot eno komponento. Hrbtno in stransko vezavo običajno vrednotimo skupaj. Če ni drugače predpisano, lepila s sprednje in zadnje strani potiskanega izdelka ni potrebno odstraniti.

Lepljena hrbtišča revij in katalogov ločimo z rezilom, pri čemer pa pustimo liste, ki se držijo lepljenega hrbtišča na dolžini do 4 cm. Priporočene dimenzije posameznih kosov za testiranje so prikazane v preglednici 1.

Preglednica 1: Priporočene dimenzije hrbtišč revij in katalogov za testiranje.

Širina hrbtišča revije ali kataloga, [mm]	Dolžina posameznega kosa, [cm]	Število kosov
< 4,5	2,5	5
4,5–6,9		4
7,0–9,9		3
10,0–19,9		2
20,0–30,0	1,0	4
> 30,0		3

Lepilo ob hrbtišču potiskanega izdelka

Če nas še posebej zanima lepilo ob hrbtišču potiskanega izdelka, ga testiramo posebej. Lepilo ob hrbtišču potiskanega izdelka pripravimo podobno kot lepilo za hrbtišče: najprej ločimo prvo in zadnjo stran, ki se držita hrbtišča, nato pa iz teh strani izrežemo 4 cm širok kos papirja vključno z lepljeno površino. Trake razrežemo na posamezne kose priporočene dolžine, navedene v preglednici 1.

Lepilo za lepljenje prilog

Lepilo za priloge testiramo ločeno od lepila na hrbtišču in ob hrbtišču potiskanega izdelka.

Priloge iz vlaknatega materiala (papirja) ne smemo ločevati od potiskanega izdelka, da ne odstranimo lepila. Lepilo je tako z obeh strani še vedno prekrito s papirjem. Lepljeno površino izrežemo tako, da okoli samega lepila pustimo 2 cm papirja, nato pa ta vzorec razrežemo na največ 2 cm dolge trakove.

Za zadostno količino lepljivih delcev (npr. za 5 vzorcev) je potrebno včasih uporabiti več primerkov lepljenih prilog. Podatke zabeležimo za potrebe izračuna, ki sledi. Podatke o pripravi preskušancev navedemo tudi v poročilu.

Priloge, izdelane iz polimernih snovi, je potrebno od potiskanega izdelka ločiti tako, da ne odstranimo lepila, ali pa lepilo potem previdno prenesemo nazaj na stran potiskanega izdelka. Lepilo prekrijemo s čistim delom strani potiskanega izdelka, nato pa lepljeno površino izrežemo tako, da okoli samega lepila pustimo 2 cm papirja. Vzorec razrežemo na največ 2 cm dolge trakove.

Na pritisk občutljiva lepila (PSA) v potiskanih izdelkih

Samolepilne papirne etikete, npr. v posebnih izdajah, časopisih in revijah, lahko vsebujejo velike količine, t.i. na pritisk občutljivih lepil. Za vzorčenje uporabimo 100 cm² lepila, ki ga nalepimo na brezlesni kopirni papir. Vzorec razrežemo na 1–2 cm² velike koščke. Če potiskani izdelek vsebuje manj kot 100 cm² lepila PSA, uporabimo lepilo z več izdelkov. Podatke zabeležimo za izračun, ki sledi in jih ponovno navedemo v poročilu. Rezultate podamo v [mm²/kg] potiskanega izdelka.

Lepila PSA – ni končni izdelek

Nalepke ali etikete z lepilom PSA, ki še niso del končnih izdelkov, nalepimo na brezlesni kopirni papir, in ga enkrat stisnemo z 2 kg težkim valjem. Priporočljivo je uporabiti vzorec površine 100 cm², ki ga pred postopkom razpuščanja razrežemo na 1–2 cm² velike koščke. V poročilu navedemo gramaturo lepila PSA v g/m².

Če je le mogoče, zabeležimo tudi površino in maso vseh posameznih lepljivih komponent, vključenih v preizkus, saj na podlagi teh podatkov lažje izračunamo rezultate preizkusa.

5.2 Priprava vzorca

Za razpuščanje uporabimo brezlesni kopirni papir iz primarnih vlaken, z vsebnostjo pepela 20 ± 3 %. Za preizkus potrebujemo 150 g absolutno suhe snovi (kopirni papir in lepilo). Papir narežemo na 1–2 cm² velike koščke.

5.3 Razpuščanje

Za prikaz industrijskega postopka razgradnje lepljivih delcev, moramo uporabiti Hobartov razpuščevalnik. Za preizkus potrebujemo 150 g absolutno suhe snovi (kopirni papir in lepilo), medtem ko naj bo v posodi 1000 ml suspenzije.

Posodo v Hobartovem razpuščevalniku najprej napolnimo s toplo vodo, segreto na približno 50 °C. Po odstranitvi vode iz razpuščevalnika dodamo kopirni papir in 300 ml osnovne kemijske raztopine, pripravljene po Metodi INGEDE 11. Dolijemo vodo za redčenje, da dobimo 925 ml tekočine. Vodo za redčenje segrejemo do takšne mere, da je temperatura v razpuščevalniku potem, ko dodamo vse komponente papirne snovi, 45 °C. Takoj po začetku razpuščanja, ki ga sprožimo z vklopom rotorja, nastavljenega na 2. stopnjo hitrosti, dodamo raztopino peroksida (75 ml), pripravljene v skladu z Metodo INGEDE 11, nato pa vmešamo še pripravljeni vzorec za preizkus.

V prvih 5 minutah postopka razpuščanja, moramo biti še posebej pozorni na to, da je potrebno vse trdne delce, ki se morda primejo sten posode, vrniti v suspenzijo, s čimer zagotovimo, da je v obdelavo res vključena celotna snov. V ta namen lahko napravo tudi za kratek čas zaustavimo in jo nato ponovno zaženemo.

Postopek razpuščanja traja 30 minut. Za vzdrževanje konstantne temperature med kuhanjem in za preprečevanje izgub, moramo na razpuščevalnik dobro pritrditi pokrov.

5.4 Prebiranje

Celotno količino pripravljenega vzorca (150 g absolutno suhe snovi) prebiramo v posameznih odmerkih, s čimer zagotovimo, da so v preizkus res vključene vse lepljive komponente. Papirni snovi za razpuščanje zato dodamo toliko vode, da dobimo 3000 ml suspenzije. Za izpiranje posode razpuščevalnika uporabimo kar vodo za redčenje. Suspenzijo snovi po končani homogenizaciji razdelimo na tri enake dele po 50 g absolutno suhe snovi. Glede na koncentracijo nečistoč, se lahko odločimo tudi za prebiranje 25 g odmerkov absolutno suhe snovi. V tem primeru moramo celotni vzorec razdeliti na šest enakih delov po 25 g absolutno suhe snovi (500 ml), nato pa dodajati vodo, da dobimo 1 liter suspenzije.

Postopek prebiranja izvedemo v skladu z Metodo INGEDE 4.

5.5 Priprava preizkušancev

Izloženo snov, ki ostane po vsakem postopku prebiranja, obdelamo v skladu z Metodo INGEDE 4. Priporočljivo je pripraviti en vzorec filtra za vsako posamezno prebiranje. Paziti je potrebno, da se lepljivi delci na filterjih ne sprijemajo. V primeru večjih lepljivih delcev (npr. pri preizkušanju lepljenih hrbtišč potiskanih izdelkov) lahko s prostim očesom preverimo, da se manjši lepljivi delci ne sprijemajo, preden posušimo ostanek snovi. Poskusimo jih previdno ločiti na filterju ali pa večje lepljive delce prenesemo na drug filter. Zelo velike lepljive delce je potrebno prenesti na dodaten filter (manjše in ravne delce pa je lažje kar prekriti z aluminijevim prahom). Priprava izločene snovi poleg odvodnjavanja vključuje tudi sušenje in pregled lepljivih delcev. Pripravkov filtrov na kontrastnem ozadju ni potrebno pregledovati s prostim očesom, saj ne

vsebujejo drugih hidrofobnih delcev, kot tistih v izločeni snovi, namenjeni za preizkus. Vsi hidrofobni delci, ki nastanejo zaradi lepljive komponente, so vključeni v meritve s slikovno analizo.

5.6 Meritve s slikovno analizo

Obdelane filtre ovrednotimo s pomočjo slikovne analize optično zajete slike ločljivosti 600 dpi. Površino, ki jo nameravamo izmeriti, moramo izbrati tako, da so v analizo zajeti vsi lepljivi delci.

Pri določanju velikosti delcev je potrebno zagotoviti, da je meja enega velikostnega razreda nastavljena na premer 2000 μm . Najmanjša velikost delcev, vključenih v preizkus, je 100 μm . Pri opredelitvi zgornje meje pazimo, da zajamemo vse velike lepljive delce.

Priporočena je uporaba programa DOMAS ali SIMPALAB. Nastavimo omejitve velikosti delcev: 100, 200, 400, 600, 1000, 2000, 3000, 5000 in 10000 μm ter več kot 10000 μm .

5.7 Vrednotenje

Seštejemo rezultate posameznih meritev, pridobljenih pri prebiranju posameznih odmerkov snovi. Končne rezultate preizkusa navedemo v [mm^2/kg] na zraku posušenega potiskanega izdelka. Nato izračunamo, kot sledi.

Lepilo za hrbtišče potiskanega izdelka

Rezultate slikovne analize lepil za hrbtišča potiskanih izdelkov navedemo v [mm^2] na vzorčno površino. Izračunati moramo površino lepljivih delcev za celotno dolžino hrbtišča in ta podatek deliti z maso potiskanega izdelka (kataloga, revije, idr.), izraženo v [kg]. Končni rezultat navedemo v [mm^2] lepljivih delcev na [kg] potiskanega izdelka.

Lepilo ob hrbtišču potiskanega izdelka

Postopek je podoben kot pri lepilu za hrbtišče.

Lepljene priloge

Rezultat meritev lepljenih prilog delimo s številom prilog, uporabljenih v enem preizkusu. Podatek nato delimo z maso potiskanega izdelka. Končni rezultat navedemo v [mm^2] lepljivih delcev na [kg] potiskanega izdelka.

Lepila PSA v potiskanih izdelkih

Rezultat preizkusa lepila PSA navedemo v [mm^2] lepljivih delcev na 100 cm^2 testiranega vzorca. Na osnovi tega izračunamo delež lepljivih delcev na dejanski površini lepila PSA v potiskanem

izdelku. Izračunano vrednost delimo z maso potiskanega izdelka in rezultat navedemo v [mm²] lepljivih delcev na [kg] potiskanega izdelka.

Lepila PSA – ni končni izdelek

Izračunati moramo teoretično maso 100 cm² vzorca ($m_{100\text{ cm}^2}$):

$$m_{100\text{ cm}^2} = w_{\text{PSA}} \times 0,01\text{ m}^2; [\text{g}]$$

kjer je:

w_{PSA} – gramatura etikete, [g/m²].

- Rezultati sposobnosti odstranjevanja lepljivih komponent (*ERPC*):

Izračunamo količino makro lepljivih delcev na kg etiket, rezultat pa navedemo v mm²/kg etiket.

- Delež makro lepljivih delcev na kg potiskanih izdelkov:

Predpostavimo, da je delež celotne etikete (papir in lepilo) predstavlja približno 2,5 % potiskanega izdelka. Na podlagi tega izračunamo naslednji dejavnik:

$$\text{Dejavnik} = \frac{25\text{ g}}{m_{100\text{ cm}^2}}; [/]$$

Površino lepila v [mm²/100 cm²] pomnožimo z izračunanim dejavnikom, rezultat pa je površina makro lepljivih delcev na [kg] potiskanega izdelka.

Za vrednotenje uporabimo spodaj navedene standardne količine iz skupnega rezultata meritev treh posameznih preizkušancev:

A_{total} v [mm²/kg] potiskanega izdelka: celotna površina makro lepljivih delcev.

A_{MS} v [mm²/kg] potiskanega izdelka: celotna površina makro lepljivih delcev premera manj kot 2000 μm.

S_{2000} v [%]: delež makro lepljivih delcev premera manj kot 2000 μm

A_{600} v [mm²/kg] potiskanega izdelka: delež makro lepljivih delcev v velikostnem razredu z delci premera manj kot 600 μm.

A_{1000} v [mm²/kg] potiskanega izdelka: delež makro lepljivih delcev v velikostnem razredu z delci premera med 600 μm in 1000 μm.

A_{2000} v [mm^2/kg] potiskanega izdelka: delež makro lepljivih delcev v velikostnem razredu z delci premera med 1000 μm in 2000 μm .

Če poznamo podatek o masi lepila ali deležu lepljene površine, lahko izmerjeno površino makro lepljivih delcev glede na zgornje številke navedemo kot [mm^2/g] lepila oz. [mm^2/cm^2] lepljene površine.

6 Poročilo

Poročilo mora vsebovati naslednje podatke:

- Količina in vrsta lepil ter količina, uporabljena v preizkusu, če se je razlikovala od predpisane.
- A_{total} v [mm^2/kg] za vsako posamezno lepljivo komponento, vključeno v preizkus in skupni rezultat za potiskani izdelek.
- A_{MS} in S_{2000} za vsako posamezno lepljivo komponento in skupni rezultat za potiskani izdelek.
- Odstopanja od vrednosti, predpisanih v metodi.

7 Literatura

7.1 Uporabljeni standardi in metode

V Metodi INGEDE 12 so navedeni naslednji standardi in metode:

- ZELLCHEMING Technical leaflet RECO 1, 1/2006, Terminology of Stickies.
- ZM V/1.4/86: Gleichzeitige Bestimmung des Gehaltes an Splintern und Faserfraktionen. http://www.zellcheming.de/download/merkblaetter/merkblatt_5_1_4_86.zip
- SIST ISO 1762 – Vlakinine - Določanje vsebnosti pepela
- TAPPI T 275 sp-07: Screening of Pulp
- TAPPI T 274 sp-08: Laboratory screening of pulp
- Metoda INGEDE 4: Analiza makro lepljivih delcev v papirni snovi
- Metoda INGEDE 11: Vrednotenje reciklabilnosti potiskanega papirja – Preizkus razsivitve
- ERPC: Assessment of Printed Product Recyclability – Scorecard for the Removability of Adhesive Applications www.paperforrecycling.eu
- SIST EN ISO 5269-2: Vlakinine – Izdelava laboratorijskih listov za preskušanje fizikalnih lastnost - 2. del: Metoda na Rapid-Köthenovem aparatu (ISO 5269-2:2004)
- SIST EN 20287: Papir, karton in lepenka – Določevanje vlage – Metoda sušenja v peči (ISO 287:1985)

7.2 Viri

Metodo INGEDE 12 smo razvili in preizkusili leta 2001 v okviru Projekta INGEDE 66 99 PMV z naslovom »Evaluation of recyclability of print products with particular consideration of adhesive pulp components«. Večji popravki so bili izvedeni v letu 2010 na podlagi rezultatov Projekta INGEDE 129 09 »Preparation of and adhesive application database and development of a recyclability scoring system«.

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

Gerokstr. 40
74321 Bietigheim-Bissingen, Nemčija
Tel. +49 7142 7742-81
Fax +49 7142 7742-80
E-pošta office@ingede.org