




## INGEDE Módszer 1

2014. december

### Próbalap és szűrletkészítés a festéktelenítéssel előállított rostból

Ezt a dokumentumot eredeti formájában az INGEDE, tagjai és kutató partnerei készítették illetve adták ki. Az EcoPaperLoop projekt keretében INGEDE Módszer 1-et különböző nyelvekre lefordították. Ugyanakkor bármely ellentmondás esetén kizárólag az angol nyelvű változat az érvényes..

<p><b>INGEDE</b> <b>Módszer 1</b></p> <p>2014 December 6 Oldal</p>	<p><b>Próbalap és szűrletkészítés a festéktelenítéssel előállított rostból</b></p>	
--	--	---

## Bevezetés

Az újrahasznosításra szánt papírból kinyert rost tipikusan nyomdafesték-maradványokat tartalmazhat, amelyek befolyásolják annak optikai tulajdonságait. Az osztályozás és a flotáció eltávolítja a szennyeződések és a nyomdafestéket, azonban az eltávolítás hatékonysága az alkalmazott nyomtatási eljárás függvénye. A maradék nyomdafesték tartalom meghatározása a közeli infravörös tartományban, a fényreflexió mérésével történik. A visszaverődő fény jelzi a törmelék és a töltőanyag tartalmát, amely meghatározza a fényszórási mutatót, a nyomdafesték tartalom pedig meghatározza a fény abszorpciós együtthatót. A fényszórási együttható számításához legalább 95 % (ISO 9416) opacitású papír minta szükséges, amelyet legjobban a gépi előállítású papírok közelítenek meg.

A nyomdafesték-mentesítő eljárás lépcsőiből származó rost mintákat vagy a festékteleníthetőségi vizsgálatok (INGEDE 11 Módszer) során kinyert rost mintákat kezelni kell. Ez az INGEDE módszer leírja a rostpogácsa készítését, amelynek során a finomanyag és nyomdafesték veszteség nem hanyagolható el. A rostpogácsa átlátszatlan, amely gátolja az s-fényszórási együttható kiszámítását. Nem ajánlott feltételezni egy változatlan fényszórási együtthatót, mert a fényszórási együttható rostmintáról mintára változik, például, amikor a hamu tartalom változik, az INGEDE 1. módszer a próbalapok készítését recirkuláltattal vízzel végzi. A módszer használható mind ipari, mind a laboratóriumi rostmintákhoz.

## 1 Alkalmazási terület

Ez az INGEDE a módszer a nyomdafesték mentesítő üzemekben, ill. laboratóriumban előállított rostokból történő próbalap és pogácsa készítés módját írja le.

## 2 Alapelv

A vizsgálatok érdekében, ipari vagy laboratóriumi rostpogácsát Büchner-tölcséren meghatározott minőségű szűrőpapír segítségével állítják elő. Próbalapokat meghatározott feltételek mellett, Rapid-Köthen módszerrel készítik ipari rostokból. A szűrlet mintát membrán szűrővel állítják elő, és a referenciaként szolgáló csapvizes membrán szűrővel összehasonlítják.

Az optikai vizsgálatokat az INGEDE 2. Módszer előírásai szerint végzik.

## 3 Berendezések és segédeszközök

### 3.1 Berendezések

- Keverő-adagoló tartály (térfogat: 10 l)
- Büchner tölcsér , vákuum szivattyúval, amely  $\geq 60$  kPa nyomáskülönbséget biztosít
- Szűrő papír: Munktell típusú 1289
- Analitikai mérleg  $3000 \text{ g} \pm 0,1 \text{ g}$  pontosságú

- Szabványosított lapképző berendezés (modell: Rapid-Köthen) és szárítófej (vákuum 95 kPa, 94 °C), az ISO 5269-2
- Fedőpapír és leszedő karton az ISO 5269-2 szerint

Szűrletsötételés méréshez:

- A cellulóz-nitrát membránszűrő: Sartorius típ.11306-050N, Ø 50 mm, pórus Ø 0,45 mikron
- Vákuumszűrő egység 39 mm-es alsó belső átmérővel
- Vízszugár szivattyú vagy vákuumszivattyú
- Exikátor

### **3.2 Vegyszerek**

- Kationos poliakrilamid (CPAM) - nagy molekulatömegű, alacsony kationos töltésű polimer, amelyet pl. iszap-víz-telenítéshez használnak. A CPAM -ot 1 g/l-esre hígítják (porból csapvízzel).
- timsó

## **4 Mintakészítés**

### **4.1 Rost minta**

A visszanyert papír újrahasznosítási eljárás megfelelő lépcsőiből kivett, vagy laboratóriumi festéktelenítési teszt során kapott reprezentatív mennyiségű anyag mintát laboratóriumban kell vizsgálni. Az anyag sűrűségét az ISO 4119 szerint kell mérni.

Miután a sűrűséget (rostkoncentrációt) meghatározták, a mintát hígítani, és homogenizálni kell 8 g/l-es koncentrációval a keverő-adagoló tartályban. Ekkor koncentrációt ismét megméri, és próbalapot képeznek belőle. pH beállítás nem szükséges.

Szükség esetén akár 10 %-os koncentrációjú rost-szuszenzióból is lehet próbalapot készíteni bármilyen további kezelés nélkül. Azonban a nagyobb koncentrációjú festéktelenített rostot a lapképzés előtt mindenképpen dezintegrálni kell. A dezintegrálás az ISO 5263-2 szerint öt percre korlátozódik. Egy 2 %-os rostkoncentráció esetén a mechanikai hatást csökkenteni kell, az olyan nem kívánatos részecskék, mint a nyomdafesték és ragacs részecskék felaprítódásának elkerülése érdekében.

### **4.2 Szűrlet minta**

Az optikai tulajdonságok méréséhez szükséges rostpogácsa készítésekor keletkező szűrlet kerül membránszűrésre. A két rostpogácsa készítésekor két szűrlet keletkezik.

**5 Eljárás****5.1 Rostpogácsa**

Legalább két rostpogácsa készül minden rost mintából. A rostpogácsát a Büchner-tölcsérbe helyezett nedves szűrőpapíron alakítják ki. Az elkészített rostpogácsa laptömege 225 g/m<sup>2</sup>. A szűrőpapír átmérője 150 mm és Büchner-tölcsér átmérője legfeljebb 160 mm. Ebben az esetben csapvízzel 1 liter térfogatúra hígított 4,0 g abszolút száraz rost-szuszpenziót mérnek ki.

Az 1. táblázat szerint más átmérőjű szűrőt is lehet, használni. A Büchner-tölcsér átmérője igazodjon a szűrőpapír átmérőjéhez, és ne haladhatja meg az 1. táblázatban előírt maximális értéket. Büchner tölcsér általában névleges átmérővel vásárolható meg, amely igazodik a szűrőpapír átmérőhöz.

Amennyiben Büchner tölcsér és szűrőpapírméret különbözik, a minta térfogatát az 1. táblázat szerint kell megállapítani. A rostminta koncentrációja azonban mindig 0,4 %-on kell tartani.

**Táblázat 1: Rost térfogatok a Büchner tölcséres szűréshez**

Büchner tölcsér max. átmérő, mm	szűrőpapi átmérő (Munktell 1289), mm	abszolút száraz rost, g	0,4 % koncentrációjú minta térfogat, ml
120	110	2,15	538
135	125	2,75	688
160	150	4,00	1000
195	185	6,10	1525

A szűrés után a szűrőpapírt óvatosan eltávolítjuk, és a nedves rostpogácsát a szárítás előtt két új szűrőpapír közé helyezik. A Rapid-Köthen szárítófejben a száradási idő 10 perc. A szárított szűrőpapír nem távolítható el a rostpogácsáról csak közvetlenül optikai tulajdonságok mérése előtt

A tapasztalat azt mutatja, hogy egy vékony műanyagszita alkalmazása segít elkerülni a benyomódásokat. Erre a célra 140 µm lyukbőségű, 190 µm lyukátlójú műanyag szita használható, amelyet a szűrőpapír alá helyeznek. Ez az opció segíti a rostpogácsa készítését, de nem alkalmas, ha a szűrlet sötétedését is elemezni akarják. A szűrlet 5.5 fejezet szerinti optikai tulajdonságainak méréséhez a szűrőpapíron készített rostpogácsa szűrletet egybegyűjtik.

**5.2 Laboratóriumi próbalap készítés – Alapeljárás**

Minden próbalaphoz megfelelő mennyiségű szuszpenziót kell kivenni a keverő-adagolótartályból. A standard laboratóriumi lapképzőben előállított próbalapot leszedő karton és fedőpapír között szárítják meg a Rapid-Köthen szárítófejben. A szárítási idő 7 perc. A leszedő kartont és a fedőpapírt közvetlenül csak az optikai tulajdonságok mérésekor lehet eltávolítani a próbalapról.

**5.3 Próbalapok az A-val jelölt szennyeződésszám meghatározásához**

A szennyeződésszám (A) meghatározásához legalább két frissvízzel készített próbalap szükséges annak érdekében, hogy az optikai elemzéseknél jobb legyen a kontraszt. Az abszolút száraz laptömeg  $m_A$   $42,6 \text{ g/m}^2 \pm 1,6 \text{ g/m}^2$ .

**5.4 Próbalapok a Kubelka Munk paraméterek meghatározásához**

A Kubelka Munk paraméterek, a fény abszorpciós együttható (k) és a fajlagos fényszórási koefficiens (s) meghatározásához alkalmas próbalapokat recirkuláltatott vízzel készítenek. Ezek opacitása nem haladhatja meg a 95 % -ot a közeli infravörös tartományban.

1,35 g abszolút-száraz anyagot tartalmazó homogén rost szuszpenziót vesznek ki a keverő-adagoló tartályból az ISO 5269-2szerinti lapképzéshez. Azt a víztelenítés után a szűrőről eltávolítják, majd felhasználják az  $R_\infty$  reflexiós tényező meghatározásánál a próbalapok halmozásával. Az eljárás során keletkező szűrletet (körvíz) visszatartják, és a következő próbalap készítésére hígító-vízként használják. A körvíz koncentrációjának növekedésével ezt az eljárást négyszer megismételik az abszolút-szárazanyag tömegének megváltoztatása nélkül. Az ötödik próbalapot leszedik szűrőről és leszedő karton valamint fedőpapír között kiszáritják a Rapid-Köthen szárítófejben hét perc alatt. Majd meghatározzák a próbalap tömegét.

A kiindulási rost-szuszpenció mennyiségét úgy kell meghatározni, hogy a laboratóriumi próbalap abszolút-száraz  $m_A$  tömege  $42,6 \text{ g/m}^2 \pm 1,6 \text{ g/m}^2$  legyen.

Megjegyzés: A fenti laptömegű próbalap súlya a RK-száritás után  $1,35 \pm 0,05 \text{ g}$ .

Az így előkészített szuszpenzió mintából a koncentrált szűrlettel kettőnél több (6, 7 lap) laboratóriumi próbalap készül, amelyeket szintén leszedő karton és fedőpapír között szárítanak a Rapid-Köthen szárítófejben legalább hét percig. Az optikai mérésekhez szükséges a szita és a felső oldal megjelölése.

Az optikai mérések előtt a két laboratóriumi próbalapot kondicionálni kell az ISO 187szerint. A standard körülmények közötti kondicionálás után a minta laptömege  $45 \text{ g/m}^2$ . Az értékét  $0,1 \text{ g/m}^2$  – re kell kerekíteni.

**5.5 Szűrlet minta**

Egy rostpogácsa teljes szűrletét homogenizálni kell. 100 ml-es szűrletet vákuumszűrő egységben cellulóz-nitrát membrán szűrőn teljesen átszűrjük. Ha akár egy rost is megjelenik, a membrán szűrőn az azt jelezheti, hogy a rostpogácsa készítésekor a szűrőpapírt megkerülte a rost. Ebben az esetben a membrán szűrőt és szűrletet meg kell semmisíteni. Egy új rostpogácsát és szűrletet kell készíteni az 5.1. fejezetben leírtak szerint

Általában a szűrés során nem szabad retenciós szert használni, ugyanis ez egy elszíntelenített, átlátszó folyadékot eredményezne.

Kivétel:

Ha a membránszűrés után a szűrlet még mindig színes, a műveletet egy új mintával (100 ml) meg kell ismételni. A membránszűrés előtt esetleg timsó vagy kationos nagy molekulatömegű és

kis kationos töltésű poliakrilamid (CPAM) retenciós szer adagolható (5 ml-el kell kezdeni). A jelentésben meg kell adni, ha a membrán szűrlet színes volt és mennyi retenciós szert használtak

A szűrőegységből a membránszűrőt kivesszük és exikátorban kiszárítják.

Referencia membránszűrőt hasonlóképpen kezelik, de kizárólag rost nélküli 100 ml csapvizet használnak. Minden vizsgálati sorozathoz vagy legalább naponta egyszer készítsenek egy referencia membránszűrést.

## **6 Jelentés**

- Az elkészített próbalapok típusa
- Büchner tölcsér átmérő
- A próbalap, a rostpogácsa, a membránszűrő és szűrletet fotója
- Szűrletkészítés retenciós szerrel vagy a nélkül, adagolt mennyiség
- Minden eltérés a jelenlegi eljárástól

## **7 Hivatkozások**

### **7.1 Idézett szabványok és eljárások**

- INGEDE 2 Módszer: 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: Pulps – 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 Forrás**

Ez a módszer első alkalommal már 1997-ben megjelent. A definíciókat illetően az „INGEDE Project 85 02 CTP/PMV/PTS: Európai festékteleníthetőségi vizsgálati módszer” keretén belül jelentős felülvizsgálatára került sor. 2006-ban az INGEDE 3 és 10 Módszerek egyes részei átkerültek ebbe az eljárásba. 2014-ben az INGEDE 140 13 sz. project eredményei alapján definiálták szűrőpapírt.

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)