



INGEDE Módszer 2 2014, december

A festéktelenítési folyamatban nyert pép illetve szűrlet optikai jellemzőinek mérése

Ezt a dokumentumot eredeti formájában az INGEDE, tagjai és kutató partnerei készítették illetve adták ki. Az EcoPaperLoop projekt keretében INGEDE Módszer 2-et különböző nyelvekre lefordították. Ugyanakkor bármely ellentmondás esetén kizárólag az angol nyelvű változat az érvényes..

Bevezetés

A festéktelenítési eljárás hatékonysága meghatározásának és a festéktelenített pép minőségének egyaránt kulcsparaméterei az optikai tulajdonságok. Ebben a módszerben meghatározott illetve leírt mérési eljárások paraméterei és részletei a következők, reflexiós tényezők, fényabszorpciós illetve szórési koeficiensek, ERIC, színjellemzők és szennyező részecske terület.

A módszer magában foglalja a Festéktelenítés (Ink Elimination: IE) meghatározását a festéktelenített illetve nem festéktelenített pép abszorpciós koeficiense vagy ERIC-je alapján.

Ha különösen finoman diszpergált nyomdafesték részecskékkel van dolgunk (pl. vízbázisú nyomdafesték) a festéktelenített pépben a szűrlet analízis módszer lehetővé teszi a festéktelenítő üzem szennyvizében lehetséges szennyeződési szint meghatározását.

1 Alkalmazási kör

Ez az INGEDE módszer a festéktelenítési eljárás során kapott pépből képzett szűrő-párnák illetve mintalapok valamint a szűrlet optikai jellemzőinek mérésére és számítására szolgál. A módszer alkalmas laboratóriumi és nagyüzemi mintákhoz egyaránt.

2 Fogalom meghatározások

IE: Festéktelenítés (Ink Elimination), számítás: a nem festéktelenített és a festéktelenített minta abszorpciós koeficiensei (k) különbségét viszonyítjuk a nem festéktelenített minta és a nem nyomott minta abszorpciós koeficiensei (k) különbségéhez.

ERIC: Tényleges Maradék Festékkoncentráció (Effective Residual Ink Concentration), számítás: a pép vagy a papír minta abszorpciós koeficiensét elosztjuk a fekete nyomdafesték abszorpciós értékével és megszorozzuk 106-al. A fekete nyomdafesték abszorpciós koeficienseként egy konstans k érték 10 000 m^2/kg alkalmazható. További részletek a TAPPI T 567 om-09, vagy az ISO 22754 szabványokban találhatóak.

3 Alapelv

Ipari vagy laboratóriumi minták festéktelenítési eljárásakor kapott pépet INGEDE 1 Módszer szerint leszűrve kapjuk a szűrletet illetve a szűrőn fennmaradó rész vastagságától függően a szűrőpárnát (vastag kartonszerű 225 g/m^2 tömegű lap) vagy a mintalapot (42,6 g/m^2). A továbbiakban ismertetésre kerülő INGEDE 2 Módszer leírja és meghatározza a mérő műszer paramétereit és beállításait ahhoz, hogy a minta optikai jellemzőit megkaphassuk. Ez a módszer ugyancsak megadja a Festéktelenítési paraméter kiszámításának módját, amellyel becsülhető a festéktelenítési eljárás hatékonysága.

4 Eszközök és segédanyagok

4.1 Műszerkalibrálás reflexióméréshez

Bármely az ISO 2470-1 illetve ISO 5631-1 (szín) követelményeit kielégítő mérőműszer használható.

- Nullpont inicializálás

Az ISO 2469-es szabványnak megfelelő szabványos feketét használjuk a null pont beállításához.

- Felső határérték inicializálás

Az ISO 2469 leírt kritériumoknak megfelelő szabványos fehéret használjuk a felső határérték beállításához.

4.2 Szennyező részecske mérés (A)

Az A szennyező részecske terület meghatározását optikai analízissel végezzük, amelyhez egy szkennert alapú képanalizáló rendszerre van szükség. A szkennert kalibrálni kell a mérés reprodukálhatóságának biztosításához.

A síkágys szkennerral szemben támasztott követelmények:

- Szkennelési terület \geq ISO A4
- optikai beolvasási felbontás \geq 2000 dpi,
- Színmélység 48 bit,
- Optikai sűrűség $D_{MAX} \geq 4,0$

A síkágys szkennert mérési pontosságával szemben szkenneléskor (lásd 5.3 fejezet) támasztott követelmények a szkennert bemelegedése után (lásd szkennert használati utasítás).

- Az átlagos szürke érték (8 Bit) ± 1 reprodukálhatósága. (Egy ISO A4-es mintát 10-szer kell beszkennelelni a minta elmozdítása nélkül. A teljes minta felület összes átlagos szürke értékének 2 szürke értéken belül kell maradnia.)
- A szín értékek szórása (RGB-8 Bit) ≤ 5 (Kalibrálás után egy szkennelt IT8-Cél kép szórásának értéke az összes színcsatornában - R,G,B - nem lehet több mint ± 5).

Megfelelő szkennerek: DOMAS Scanner *Advanced*, Techpap által javasolt szkennert

FIGYELEM:

“Scanner *Advanced*” nevet, egy kereskedelmi forgalomban kapható a PTS által akkreditált szkennertnek, adta a PTS. Ezt a szkennert DOMAS 3.0 változatú szoftverrel szállították.

A kép analízis szoftver paramétereit az 5.9-es fejezetben leírt előírásoknak megfelelően kell beállítani.

Megfelelő szoftver csomag: DOMAS 3.0 és a fenti képanalizis szoftver: SIMPALAB Image Analysis Software.

5 Analízis

5.1 Előkészítés

5.1.1 Mintakészítés

A mintakészítés leírása az INGEDE 1 Módszerben található. Az 1. táblázatnak megfelelően vagy szűrőpárnát vagy mintalapot kell használni az optikai paraméterek meghatározásához és a jegyzőkönyvben jelezni kell, hogy milyen mintát használtunk a méréshez. A mintákat a mérés megkezdése előtt az ISO 187-nek megfelelő körülmények között léghőköndicionálni kell.

5.1.2 A reflexió mérés mérő pontjai és az ismétlendő mérések száma

A mintalap (szűrőpárna vagy laboratóriumi mintalap) mindkét oldalát le kell mérni. Figyelni kell arra, hogy ne végezzünk mérést túl közel a minta széléhez, csomókhoz vagy a mintalap egyenetlen részeihez.

Ennek megfelelően két minta értékeléséhez 4 mérésre van szükség, mivel a szűrőpárna illetve a laboratóriumi mintalap mind két oldalát le kell mérni. A membrán szűrőn kapott mintákat csak egyszer kell lemérni a felső oldalukon.

FIGYELEM: Laboratóriumi mintalapok mérésekor úgy kell azokat egymásra tenni, hogy az egymásra rakott lapok átlátszatlan réteget képezzenek.

5.1.3 Minta megvilágítás reflexió mérésekor

A festéktelenítés mérésekor a mintákat $C/2^\circ$ körülmények között 420 nm-es él szűrőt (UV szűrő) alkalmazva kell megvilágítani.

Ahhoz, hogy a napjainkban jobban elterjedt megvilágítási körülményeket alkalmazva is felépíthessük adatbázisunkat a mérést $D65/10^\circ$ körülmények között ugyancsak 420 nm-es él szűrőt (UV szűrő) alkalmazva is el kell végezni.

5.2 A mérés áttekintése

A mintán a következőket mérjük meg: világosság Y , R_{457} , reflektancia tényezők R_∞ és R_0 valamint a CIELAB szín koordináták (L^* , a^* , b^* értékek) A k abszorpciós koefficiens, az s szórás tényező illetve ERIC a mérőeszköz által megadott reflektancia tényezőkből számíthatók. A Festéktelenítés IE (Ink Elimination) a nem festéktelenített, a festéktelenített és a nyomatlan minták abszorpciós koefficienseiből vagy az ERIC-ből számíthatók. A szennyező részecskék területének (A) meghatározásához egy szkener alapú képanalizáló rendszerre van szükség. Részleteket lásd a következő fejezetekben.

**Táblázat 1: A mintatípusoknak, az INGEDE Módszer 1 megfelelő fejezeteinek illetve a
méréndő paramétereknek az áttekintése**

Minta	Fejezet az INGEDE Módszer 1-ben	Paraméterek
Szűrő Párna	5.1	Y, R ₄₅₇ , ERIC, IE ₇₀₀ , IE _{ERIC} , L*, a*, b*
Mintalap fehér víz recirkuláltatás nélkül	5.3	Dirt Particle Area A
Mintalap fehér víz recirkuláltatással	5.4	ERIC, s, k, IE ₇₀₀ , IE _{ERIC}
Szűrlet	5.5	Y, ΔY

5.3 Reflektancia tényezők

Az R_∞ reflektanciát az ISO 2469 szabványnak megfelelő műszerrel mérjük 700 nm és 950 nm hullámhosszon egy 420 nm-es él szűrőt alkalmazva. Az R_∞ reflektancia tényező egy megfelelően sok rétegből álló, átlátszatlan mintalap vagy szűrő párna reflektancia tényezője.

Az R_∞ -t 457 nm-es (világosság) hullámhosszon mérjük egy ISO 2470-1-es szabványnak megfelelő készüléken, 420 nm-es él szűrőt alkalmazva.

Egyetlen mintalap reflektanciáját R₀ szintén 700 nm és 950 nm hullámhosszon mérjük a fentiek szerint. A mintalapnak ki kell elégítenie az ISO 9416 szabványt melyszerint opacitása nem lehet nagyobb mint 95 %. R₀ a reflektancia tényezője egyetlen papírlapnak fekete üreg háttérrel.

5.4 Y, L*, a*, b* és opacitás

Az Y fényességi tényezőt a DIN 6174 szabványnak megfelelően határozzuk meg. A CIELab szín koordinátákat L*, a* és b* az ISO 5631-2 szabványnak megfelelően határozzuk. A mintalapok opacitását az ISO 2471 szabványnak megfelelően határozzuk meg.

5.5 A fényabszorpciós koefficiens k és a fényszórási koefficiens s meghatározása

A fényabszorpciós koefficiens k m²/kg és a fényszórási koefficiens s m²/kg értékeit a lemért R₀ és R_∞ reflexiós tényezőkből valamint a kiindulási súlyokból számítjuk a Kubelka-Munk egyenlettel az ISO 9416 szabványnak megfelelően. A k és s értékeket tristimulusos szűrőkel meghatározott reflektancia tényezőből számító ISO 9416 szabványon felül kiegészítés képen, a Festéktelenítés meghatározásakor, a reflektancia tényezőket 700 nm vagy 950 nm hullámhosszon is meg kell mérni.

Az ISO 9416 szabvány alkalmazása nem megengedett a 95 %-nál kisebb opacitású mintákra mivel ez pontatlanságokhoz vezethet az s kiszámításakor, részesebben lásd az ISO 9416 szabványban. Így nem határozható meg a szűrő párnák illetve a vastagabb mintalapok s értéke. A visszaforgatott vizes mintalapok talán kielégítik az ISO 9416 követelményeit

Egyenlet 1: Fény abszorpciós koefficiens, m^2/kg

$$k = s \cdot \left(\frac{(1 - R_\infty)^2}{2 R_\infty} \right)$$

R_∞ -t decimálisan kell megadni.

Egyenlet 2: Fény szórás koefficiens, m^2/kg

$$s = \left(\frac{1000}{w} \right) \cdot \left(\frac{R_\infty}{1 - R_\infty^2} \right) \cdot \ln \frac{R_\infty (1 - R_0 \cdot R_\infty)}{R_\infty - R_0}$$

w = súly (g/m^2)

R_∞ , R_0 értékeket decimálisan kell megadni.

5.6 Festéktelenítés IE

Általánosságban elmondható, hogy a Festéktelenítés a nem festéktelenített, festéktelenített és nem nyomott minták fényabszorpciós koefficienséből k számítható. Ismert szórás tényezőjű s mintákra az Egyenlet 1-ből számítható a k . A Festéktelenítés számítása a következő:

Egyenlet 2: Festéktelenítés, %

$$IE = \frac{K_{UP} - K_{DP}}{K_{UP} - K_{unpr}} \cdot 100$$

Ahol:

UP = nem festéktelenített pép

K_{UP} = a nem festéktelenített pép fényabszorpciós koefficiens k

DP = festéktelenített pép

K_{DP} = a festéktelenített pép fényabszorpciós koefficiens k

$unpr$ = nem nyomott minta

K_{unpr} = a nem nyomott minta fényabszorpciós koefficiens k

Feltételezzük, hogy a szűrő párnák s értékének különbsége flotálás előtt és után ugyan olyan nagyságrendű, mint a pép komponensek vesztesége a mintalap képzéskor.

Feltételezve, hogy $s = \text{konst.}$, az Egyenlet 3 egyszerűsített formában az s fényszórási koefficiens elhanyagolva használható és így az IE érték csak a szűrő párnák R_{∞} -ból számítható (Egyenlet 4).

Alternatív módon a vizsgált berendezésben festéktelenített pép vagy a vizsgált mintalap fényszórási koefficiensét s meg kell határozni a folyamat adott minta vételi pontján és ezt az értéket kell közelítésként használni.

Egyenlet 3: Festéktelenítés, %

$$IE = \frac{\left(\frac{(1 - R_{\infty,UP})^2}{R_{\infty,UP}} \right) - \left(\frac{(1 - R_{\infty,DP})^2}{R_{\infty,DP}} \right)}{\left(\frac{(1 - R_{\infty,UP})^2}{R_{\infty,UP}} \right) - \left(\frac{(1 - R_{\infty,unpr})^2}{R_{\infty,unpr}} \right)} \cdot 100$$

Ahol:

$R_{\infty,UP}$ = a nem festéktelenített pép R_{∞} reflektancia tényezője

$R_{\infty,DP}$ = a festéktelenített pép R_{∞} reflektancia tényezője

$R_{\infty,unpr}$ = a nem nyomott minta R_{∞} reflektancia tényezője

R_{∞} -t vagy 700 nm hullámhosszon (IE_{700}) vagy 950 nm hullámhosszon (IE_{ERIC}) kell meghatározni

- **IE_{700}**

A festéktelenített (DP) illetve nem festéktelenített (UP) pépből nyert szűrőpárna R_{∞} - értékeit nem %-os formában, hanem mint abszolút érték pl. 0,69 kell használni. Amennyiben nem áll rendelkezésünkre nem nyomott minta a $(1 - R_{\infty,unpr})^2 / R_{\infty,unpr}$ kifejezés értéke egyenlővé tehető 0-val.

Egyenlet 5: IE_{700} , %

$$IE_{700} = \frac{\left(\frac{(1 - R_{\infty,UP})^2}{R_{\infty,UP}} \right) - \left(\frac{(1 - R_{\infty,DP})^2}{R_{\infty,DP}} \right)}{\left(\frac{(1 - R_{\infty,UP})^2}{R_{\infty,UP}} \right) - \left(\frac{(1 - R_{\infty,unpr})^2}{R_{\infty,unpr}} \right)} \cdot 100$$

- **IE_{ERIC}**

Az ERIC értéket (5.7 fejezet) a DP és az UP 950 nm-en végzett mérésével határozzuk meg. Amennyiben nem áll rendelkezésünkre nem nyomott minta az $ERIC_{unpr}$ kifejezés értéke egyenlővé tehető 0-val.

Ha különböző papírok festéktelenítését kell összehasonlítani célszerű a megfelelő nem nyomott papírt használni.

Egyenlet 4: IE_{ERIC} , %

$$IE_{ERIC} = \frac{ERIC_{UP} - ERIC_{DP}}{ERIC_{UP} - ERIC_{unpr}} \cdot 100$$

5.7 ERIC

Az ERIC számítást az ISO 22754 és a TAPPI T 567 om-09 szabvány szerint kell végezni:

Egyenlet 5: ERIC

$$ERIC = (k_{Sheet} / k_{ink}) \cdot 10^6$$

A minta R_0 és R_∞ értékeit 950 nm-en kell meghatározni, az ISO 9416-nak megfelelően. Ha könnyű súlyú minta nem érhető el akkor győződjünk meg arról hogy a rendelkezésre álló szórás koefficiens megbízhatóan reprezentálja a vizsgált mintát. Ebben az esetben az s és az ERIC értékeket együtt kell bemutatni a jelentésbe.

5.8 Szűrlet Sötétedés

A szűrlet sötétedés mértéke a szűrő párna szűrletét membrán szűrőn átszűrve kapott membrán szűrő párna Y világosság érték és a tiszta csapvíz átszűrésével kapott referencia érték különbsége (lásd 4.2 fejezet INGEDE Módszer 1).

A szűrlet membránszűrő párna $Y_{szűrlet}$ és a referencia membrán szűrő párna $Y_{referencia}$ világosságát azonos körülmények között határozzuk meg. Kivonva az $Y_{szűrlet}$ értéket az $Y_{referencia}$ értékéből, elhanyagolva az összes a szűrlet minőségét befolyásoló de a péphez nem hozzárendelhető befolyásoló tényezőt kapjuk a Szűrlet Sötétedést ($\Delta Y = Y_{referencia} - Y_{szűrlet}$).

5.9 Szennyező részecske mérés (A) művelete

Az "A" szennyező részecske terület meghatározását egy szkener alapú képanalizáló rendszerrel végezzük.

Mintánként minimum két laboratóriumi mintalap mindkét oldalát kiértékeljük képanalizáló rendszerrel. Minimum 4 mérés számtani átlagát számítjuk ki. Az így kapott érték adja "A" szennyező részecske területet.

Szekennelési körülmények:

A sima gyűrődésektől és hullámoktól mentes lapokat behelyezzük a síkszkennerbe. A lapokat külön-külön egyenként szkenneljük be. Háttérként átlátszatlan famentes másolópapírt használunk (minimum 5 réteg, világosság $Y = 84 \pm 2$, megvilágítás $C/2^\circ$ és 420 nm-es él szűrő). Minden mintalap elülső és hátsó oldalát egyszer kell beszkennelni 8-bites szürke modus, 600 dpi és visszavert fény paramétereiket alkalmazva.

Ha a szkennert több mint 15 percig nem használtuk egy üres szkennelést kell végezni bármilyen új mérés előtt.

A kép analízis szoftver paramétereinek beállítása: A küszöbértékeket és a méret szerinti osztályozást lásd a mellékletben.

DOMAS képanalizáló rendszer alkalmazása esetén a következő paraméterek az ajánlottak:

- A küszöbértéket az "ingede2.sw" fájl határozza meg
- A méret osztályozást a "ingede2.kls" fájl határozza meg
- Válaszd: "peremes kerek minta ("Circular specimen with border") ha a minta kerek
- Válaszd a küszöbérték módszer fájlt (threshold method "file") és válaszd az "ingede2.sw"-t.
- Válaszd méret osztályozás azonos "átmérőjű kör" ("circle equivalent diameter") és válaszd a "ingede2.kls"-t.
- Válaszd: kép forrás szkennelt sorozat ("scan series") és válaszd a "specks_1.scn"-t.
- Állítsd be a minta számot ("No of specimens") "4"-re
- Válaszd: "mérési sorozatok átlagai" ("Average series of results")

SIMPALAB (Techpap SAS) szoftver használata esetén:

Válaszd a "Ingede2.cfg" családot és vedd figyelembe az előre beállított paramétereket az optikai jellemzők mérésekor. A mérési küszöbértéket, a méret osztályozást (50–100 μm , 100–150 μm , ...) és más az "ingede2.cfg" fájlban előre meghatározott és automatikusan beállított paramétereket.

6 Jelentés

Laboratóriumi mintalapok és szűrő párnák mérésekor ahol a lap alját és tetejét külön mérik, a két érték átlagát is mindig meg kell adni. Ha a két érték lényegesen eltér egymástól akkor mind a két adatot külön-külön is meg kell adni.

A jelentés a következőket tartalmazza:

- Az optikai mérésnek alávetett minta típusa (laboratóriumi mintalap vagy szűrőpárna).
- A fény típusa és a megfigyelési szög amelyekre az értékeket számítottuk.

- A nem festéktelenített és a festéktelenítet pép minták fényabszorpciós koefficiensét k -t, m^2/kg , a fényszórási koefficiensét s -t, m^2/kg , ERIC vagy a 700 nm-en mért R_∞ értékeit valamint a Festéktelenítés (IE) mértékét %-ban kifejezve.

A szűrlet minták jellemzésére a jelentésben fel kell sorolni mind két optikai mérés $Y_{szűrlet}$ és $Y_{referencia}$ átlagait.

7 Hivatkozások

7.1 Az idézett szabványok és Módszerek

- ISO 187: Paper, board and pulps: Standard atmosphere for conditioning and testing and procedure for monitoring the atmosphere and conditioning of samples DIN EN ISO 4119: Pulps: Determination of stock concentration (in German).
- IFRA Newsshade 2003, IFRA Special Report 1.11.2.
- INGEDE Method 1: Test sheet preparation of pulps and filtrates from deinking processes.
- ISO 2469 (2007): Paper, board and pulps – Measurement of diffuse radiance factor
- ISO 2470-1 (2009): Paper, board and pulps – Measurement of diffuse blue reflectance factor – Part 1: Indoor daylight conditions (ISO brightness)
- ISO 2471 (2009) Paper and board – Determination of opacity (paper backing) – Diffuse reflectance method
- ISO 5269-2 (2004): Pulps – Preparation of laboratory sheets for physical testing – Part 2: Rapid-Köthen method.
- ISO 5631-1 (2009): Paper and board – Determination of colour by diffuse reflectance – Part 1: Indoor daylight conditions (C/2 degrees)
- TAPPI T 567 om-09: Determination of effective residual ink concentration by infrared reflectance measurement.
- ISO 22754:2008: Determination of the effective residual ink concentration (ERIC number) by infrared reflectance measurement
- ISO 9416 (2009): Determination of light scattering and absorption coefficients (using Kubelka-Munk theory)

7.2 A használt eszközök eredete

DOMAS

- Fájlok:
"ingede2.sw", and "ingede2.kls": www.INGEDE.org
- Szoftverek:
"DOMAS Calibration Tester", PTS Heidenau and Munich www.ptspaper.de
- Szkenner:
DOMAS Scanner *Advanced*, PTS Heidenau and Munich

- Képanalizáló szoftver:
DOMAS 3.0, PTS Heidenau and Munich

SIMPALAB

- Fájlok:
"ingede2.cfg"
- Szoftverek:
SIMPALAB_[]_3.00.[1x], Techpap SAS Grenoble

Szkenner:

A kompatibilis szkennerek listája elérhető a Techpap SAS Grenoble (sales@techpap.com) honlapon.

Kapcsolat:

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

Melléklet

Küszöbérték meghatározás

A következő képletet kell használni: Küszöbérték = átlag – k_faktor

A két értékpár között lineáris interpoláció adja meg a kívánt küszöbértéket.

átlag (8-bit szürke érték)	k_faktor
167,42	35,81
202,01	30,43
221,37	30,91
239,17	35,38
248,16	33,75

DOMAS szoftver használatakor a mérés küszöböt az "ingede2.sw" fájl határozza meg (lásd szoftver melléklet).

Techpap SIMPALAB szoftver használatakor a mérés küszöböt az "ingede2.cfg" fájl határozza meg.

Méret osztályozás

A méret osztályt egy ekvivalens körátmérővel határozzuk meg.:

-tól (µm)	-ig (µm)
> 50	≤ 100
> 100	≤ 150
> 150	≤ 200
> 200	≤ 250
> 250	≤ 500
> 500	≤ 50 000

DOMAS szoftver használatakor a Méretosztályt az "ingede2.kls" fájl határozza meg (lásd szoftver melléklet).

Techpap SIMPALAB szoftver használatakor a Méretosztályt az "ingede2.cfg" fájl határozza meg.