



INGEDE Metodo 4

Aprile 2013

Analisi delle particelle adesive nelle paste.

Questo documento è stato originariamente sviluppato e proposto da INGEDE, dai suoi membri e dai suoi partner di ricerca. Nel contesto del progetto di EcoPaperLoop, il Metodo INGEDE 4 è stato tradotto in diverse lingue. In caso di qualsiasi discrepanza nella traduzione, l'unica versione valida è quella in lingua Inglese.

Introduzione

Le particelle adesive nelle paste provengono da componenti adesivi della carta da macero. Essi causano problemi durante la produzione e trasformazione della carta, nonché difetti di qualità.

Questo metodo è ampiamente accettato per misurare le particelle adesive contenute nelle paste.

1 Scope

Il presente Metodo INGEDE è usato per analizzare le particelle adesive nelle paste.

2 T Termini e definizioni

Particelle adesive, Macrostickies:

Particelle adesive provenienti dalla carta da macero che possono essere analizzate sui residui di un processo di epurazione eseguito in laboratorio (si veda anche il relativo metodo Zellcheming).

3 Principio

Il metodo descrive una procedura di epurazione eseguita in laboratorio su paste, simulando un processo per il riciclo della carta. Lo scarto di questa procedura di epurazione è utilizzato in modo tale che le particelle adesive possano essere determinate mediante un sistema di analisi di immagine.

4 Apparecchiature e dispositivi ausiliari

4.1 Apparecchiature

4.1.1 Spappolamento

Può essere utilizzato ogni strumento che soddisfi i requisiti della norma ISO 5263-1.

4.1.2 Screening

Le particelle adesive possono essere separate dalla sospensione di impasto di carta riciclata utilizzando diversi strumenti di epurazione da laboratorio. Eventuali strumenti sono: frazionatore Haindl (ZM V/1,4/86), il frazionatore Somerville (TAPPI T 275 sp-07) o il Pulmac Master Screen (TAPPI 274 sp-08).

4.1.3 Piastra a fessure

Per le paste da disinchiostare, si consiglia l'uso di fessure della larghezza di 100 micron. Altre larghezze devono essere segnalate come deviazione dal metodo.

NOTE:

Le indagini di epurazione con piastre a fessure nominalmente della stessa larghezza hanno mostrato significative differenze nel risultato di screening (vedi INFOR Progetto 118). La larghezza massima della fessura è correlata con l'area delle particelle adesive. Pertanto si raccomanda di misurare la larghezza di tutte le fessure sulla piastra. E' disponibile il metodo di prova Zellcheming per i requisiti di qualità di piastre a fessure in strumenti di epurazione da laboratorio.

4.1.4 Disidratazione ed essiccazione dello scarto

Può essere utilizzato per la disidratazione e l'essiccazione dello scarto, qualsiasi dispositivo che soddisfi i requisiti della norma ISO 5269, per esempio lo strumento Rapid-Köthen. Inoltre, è necessaria una stufa che soddisfi le specifiche della norma ISO 287.

4.1.5 Analisi dell'immagine

Per le misurazioni viene utilizzato un sistema di analisi dell'immagine, che comprende uno scanner orizzontale e un PC con un programma di controllo e di analisi appropriato. Lo scanner deve essere calibrato per garantire la riproducibilità delle misure.

Requisiti tecnici dello scanner orizzontale:

- Area di scansione \geq ISO A4
- Risoluzione ottica di scansione \geq 2.000 dpi
- Intensità del colore 48 bit
- Densità ottica DMAX \geq 4,0

Requisiti per la precisione della misurazione dello scanner orizzontale, dopo il periodo di riscaldamento (vedere il manuale dello scanner) e in condizioni di scansione (vedere il capitolo **Fehler! Verweisquelle konnte nicht gefunden werden.**).

- La riproducibilità del valore di grigio medio (8 bit) è di ± 1 . Ciò significa che un campione ISO A4 deve essere sottoposto a scansione 10 volte senza alcun movimento del campione; tutti i valori medi di grigio, dell'area totale del campione, dovrebbero essere all'interno di 2 valori di grigio.
- Deviazione del valore di colore (RGB 8 bit) ≤ 5 . Ciò significa che dopo la calibrazione, un'immagine scannerizzata di obiettivo IT8 non dovrebbe discostarsi più di ± 5 dai valori di colore R, G, B in ogni canale del file di riferimento associato.

Scanner Adatto: DOMAS ScannerAdvanced o Techpap SIMPALAB Scanner

"ScannerAdvanced" è un nome dato da PTS ad uno scanner commerciale che è stato accreditato da PTS stesso. Questo scanner viene fornito con la versione di software 3.0 DOMAS. Il software

è in grado di rilevare le particelle bianche su sfondo nero. Il pacchetto software adatto è DOMAS 3.0 e il relativo scanner per analisi d'immagine, così come il software Techpap SIMPALAB.

4.2 Materiale per il test

Può essere utilizzato il seguente materiale di prova:

- L'inchiostro a base d'acqua nera, e. g. Pelikan No. 4001
- Carta siliconata su un lato (60 g/m²)
- Carta da filtro: porosità da media a grande, velocità di filtrazione media, prodotta in macchina, buona resistenza all'acqua, bianco, ad esempio, Munktell Filtrak 1289, diametro 240 millimetri
- speciale polvere di allumina fusa: bianca, particelle con bordi netti, granulometria 220 secondo il metodo FEPA.

(Possibili fornitori vedi capitolo 7.4)

5 Procedura

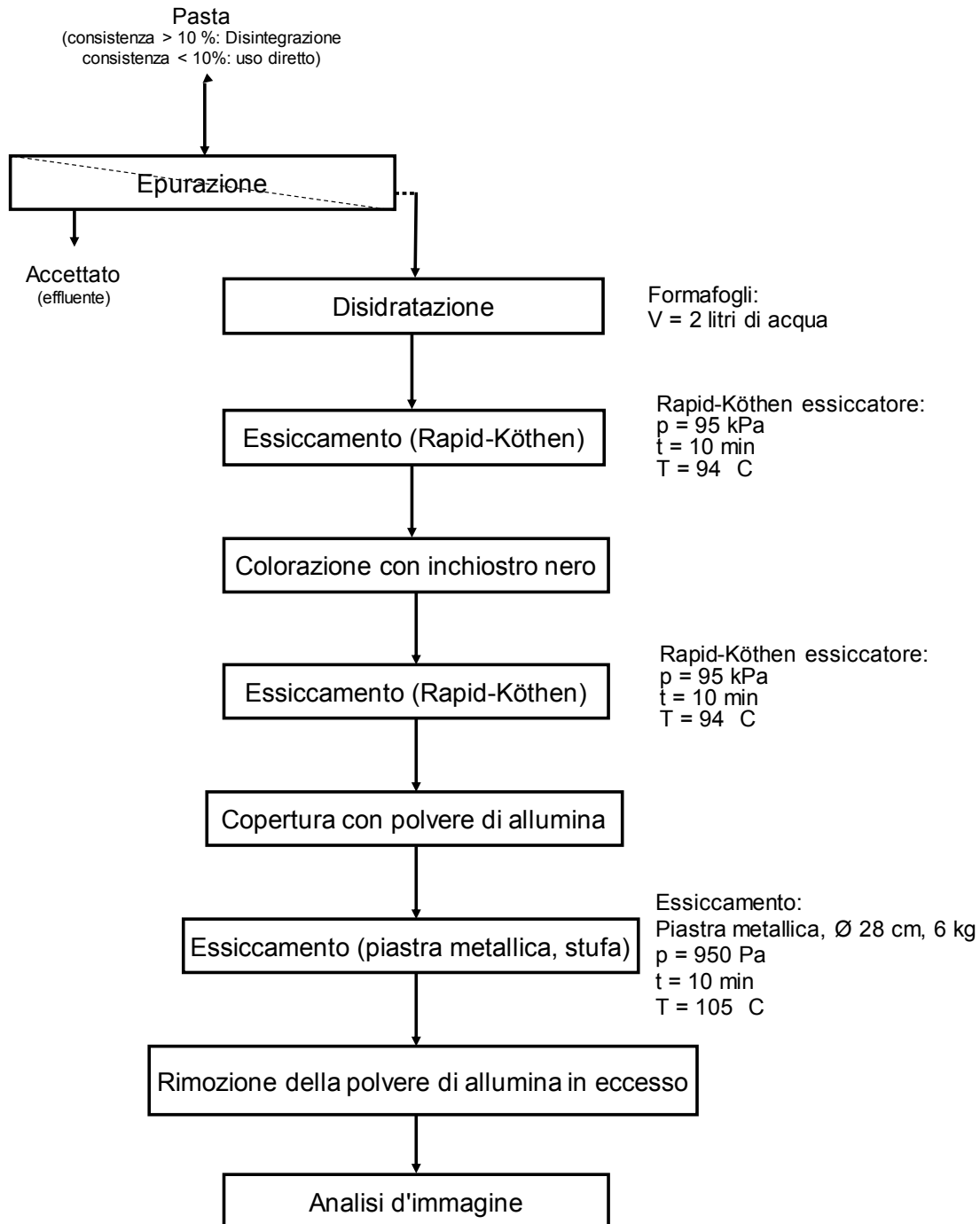


Figure 1: Test procedure INGEDE Method 4

5.1 Campionamento e preparazione del campione

Le sospensioni di paste, con una consistenza fino al 10 % possono essere utilizzate direttamente per l'epurazione, senza ulteriore preparazione. Paste con una maggiore consistenza devono essere spapolate prima dell'epurazione. 50 g di pasta (peso calcolato al secco in stufa a 105 °C) viene spapolata in un volume di acqua di 2000 ± 25 ml. Lo spapolamento si effettua in un dispositivo secondo la norma ISO 5263-1 in cui il processo di spapolamento è limitato a cinque minuti. Periodi più lunghi di stress meccanici devono essere evitati per prevenire variazioni della distribuzione dimensionale delle particelle adesive nel campione.

5.2 Epurazione**5.2.1 Generale**

Per avere un corretto valore statistico del contenuto di particelle adesive, è consigliato utilizzare tre aliquote di campione, ciascuna di 50 gr di prodotto (peso calcolato al secco in stufa a 105 °C). Alcune paste possono creare difficoltà durante l'epurazione a causa di un alto contenuto di fibra lunga o di un alto livello di contaminazione. In questo caso la quantità di materiale, può essere suddivisa in porzioni (ad esempio 2 × 25 g) e/o il tempo di epurazione può essere allungato. Nel caso si utilizzi il Pulmac Master screen è preferibile la riduzione del campione rispetto al cambiamento della procedura di epurazione. Una riduzione della quantità del campione è necessaria anche se la quantità di adesivi è così alta da provocare una eccessiva sovrapposizione degli stessi.

Qualsiasi variazione deve essere riportata.

Quando si utilizza una piastra in plastica, lo stress meccanico può causare un deterioramento del materiale e delle fessure della piastra. Per questo motivo si consiglia l'uso di una piastra metallica.

5.2.2 Panoramica sulle condizioni di epurazione

La tabella seguente fornisce una panoramica sulle attrezzature e condizioni di epurazione.

Tabella 1: condizioni di epurazione

Apparecchiatura	Riferimenti	Flusso d'acqua	Oscillazioni	Durata (aggiunta pasta + successiva epurazione)
Haindl classifier	ZM V/1.4/86	10 l/min	480 oscillazioni per minuto	5 min + 5 min
Somerville tester	T 275 sp-07	8,6 l/ min	700 rpm	2 min + 18 min
Pulmac Master Screen	T 274 sp-08	Dipende dalle impostazioni del programma (Modus B)		

5.2.3 Haindl classifier

L'epurazione con l'Haindl classifier viene eseguita secondo ZM V/1.4/86, senza utilizzare l'unità McNett. Al fine di garantire lo screening di 50 g di pasta (al secco in stufa) senza problemi, al contrario di ZM V/1.4/86 le condizioni di screening devono essere impostate come segue. La frequenza dell'agitazione della membrana deve essere aumentata a 480 oscillazioni minuto (massimo numero di oscillazioni). A causa del conseguente aumento di turbolenza nella camera dello strumento, l'altezza della parete cilindrica del contenitore dovrebbe essere aumentato da 130 mm a 370 mm. Il contenitore può essere alzato con un piano in vetro acrilico. Il flusso dell'acqua di lavaggio deve essere di 10 litri al minuto per tutta la durata dell'epurazione. Dopo aver aggiunto tutto il campione nell'arco di 5 min, la pasta continua ad essere sottoposta ad epurazione per ulteriori 5 minuti, fino a completamento della prova.

5.2.4 Somerville tester

L'epurazione in un Somerville tester viene eseguita facendo riferimento al metodo T275 sp-07. 50 g di pasta al secco in stufa viene versata nella vasca dello strumento, entro i primi 2 minuti dei 20 minuti della durata complessiva della prova.

5.2.5 Pulmac Master Screen

Quando si utilizza il Pulmac Master screen, 50 g di pasta (al secco in stufa) vengono aggiunti nel contenitore. L'epurazione che segue è automatica. L'impostazione del programma dovrebbe essere "Modus B". Prima dell'inizio della prova, deve essere posto un filtro di carta bagnato sulla tela nell'unità di disidratazione (filtro automatico), in modo da trattenere lo scarto quando l'epurazione sarà completata.

5.3 Disidratazione dello scarto

Lo scarto viene rimosso dalla piastra a fessure e raccolto in un contenitore, utilizzando circa un litro di acqua. Lo scarto viene disidratato nel forma fogli (modello-Köthen Rapid), raccogliendolo sopra un filtro di carta bianca inumidita utilizzato come supporto. Si consiglia di utilizzare il forma fogli in modalità manuale. Quando lo scarto e un litro supplementare di acqua sono nel forma fogli, viene avviata l'aerazione prima della disidratazione. A disidratazione avvenuta, il campione viene posto su un cartoncino, facendo attenzione ad appoggiare il lato ove non vi sia depositato lo scarto. Se dopo contrasto (capitolo 5.5), la quantità di adesivi è così alta, tanto che le particelle di adesivo si sovrappongono tra loro, lo scarto deve essere suddiviso su diversi filtri di carta. È anche possibile separare accuratamente gli adesivi sovrapposti direttamente sul filtro o trasferire i grandi frammenti di adesivi su un ulteriore filtro. Grandi particelle adesive di forma cubica devono essere trasferite su un filtro aggiuntivo (nel passaggio successivo le particelle più piccole e piatte sono meglio coperte dalla polvere di allumina).

Quando si utilizza il Pulmac Master screen, lo scarto viene disidratato automaticamente nell'unità utilizzando lo stesso tipo di carta da filtro. Il campione disidratato può essere rimosso a fine epurazione. Anche esso viene adagiato su un piano, facendo attenzione ad appoggiare il lato ove non vi sia depositato lo scarto..

5.4 Essiccazione

Il filtro con il campione di scarto così ottenuto viene poi ricoperto con un foglio di carta siliconata, facendo attenzione di mettere a contatto il lato siliconato con il lato del filtro dove vi sono depositate le sostanze adesive. Successivamente il campione viene essiccato per 10 minuti nella piastra di asciugatura del forma fogli (modello Rapid-Köthen) a 94 °C e una pressione di 95 kPa.

5.5 Esame delle particelle adesive

Dopo l'essiccamento, le particelle adesive vengono esaminate utilizzando le loro proprietà adesive al fine di fornire il contrasto necessario per l'analisi di immagine. Prima di rimuovere la carta siliconata protettiva, il campione viene raffreddato per un breve periodo. Alcune particelle adesive più consistenti potrebbero aderire alla carta siliconata e di conseguenza essere nuovamente ritrasferite sulla carta da filtro.

Il campione essiccato viene poi immerso in un bagno di inchiostro nero a base acquosa, in modo che l'intera superficie sia coperta. Il campione tinto viene poi posato, con il lato inferiore, su un foglio di carta assorbente (foglio di cellulosa sbiancato o tessuto carta), in modo da assorbire l'eccesso di inchiostro. Successivamente il campione viene essiccato per altri 10 minuti con il lato superiore ricoperto con il foglio di carta siliconata usata precedentemente.

Al fine di evitare un inquinamento dello strumento di essiccazione da parte dell'inchiostro, il campione dovrebbe essere collocato tra due cartoncini durante l'asciugatura.

Successivamente, dopo un breve raffreddamento, il campione viene interamente ricoperto da uno spesso strato uniforme di una speciale polvere di allumina bianca. Quindi il campione viene posto tra due cartoncini e messo in stufa a 105 °C per 10 minuti. Al campione viene applicata una pressione di 950 Pa (6 kg di piastra metallica, Ø 28 cm) per fissare la polvere sulle zone adesive.

La piastra metallica deve essere conservata in stufa e tenuta a temperatura elevata (105 °C). A procedura completata, il campione viene tolto dalla stufa. L'eccesso di polvere deve essere rimosso con un pennello a setola morbida, (es. pennello morbido da cosmetica) senza esercitare pressione, mantenendo il campione in posizione verticale.

Dopo aver evidenziato le particelle adesive, ispezionale visivamente. È importante che non si sovrappongano. L'ispezione visiva serve anche per verificare se tutte le impurità idrofobiche bianche, come pezzi di pellicola di plastica, siano stati rimossi. Per fare questo, i componenti devono essere eliminati o rimossi con una pinzetta, oppure, devono essere contrassegnati con un pennarello indelebile nero in modo che non vengono rilevati durante l'analisi dell'immagine successiva.

5.6 Analisi dell'immagine

Il campione così preparato, viene poi analizzato utilizzando un sistema di analisi dell'immagine. Quando si seleziona l'area da misurare, la zona selezionata, deve essere idonea per l'analisi del maggior numero di particelle adesive ottenute durante l'epurazione. Dovrebbe essere selezionata la più grande area di misura possibile.

Devono essere misurati mediante analisi di immagine 3 provini per campione. Quindi si procederà a calcolare la media aritmetica dei 3 valori.

Condizioni di scansione: I fogli devono essere privi di pieghe e onde e distesi sullo scanner. Un cartone nero e opaco, dovrebbe essere utilizzato come sfondo. Ogni campione dovrebbe essere scansionato una volta, sul lato superiore, con contrasto di grigio a 8-bit, 600 dpi e luce riflessa.

Se lo scanner è inattivo per più di 15 minuti, deve essere fatta, prima di qualsiasi nuova misura, una scansione a vuoto.

Parametrizzazione del software dell'analisi d'immagine: Il valore soglia e la classificazione delle dimensioni sono definite di seguito.

Una diversa impostazione di valore soglia è considerata come una deviazione da questo metodo e deve essere riportata.

Quando si impostano i limiti delle classi dimensionali, viene inserito, come limite inferiore, la dimensione delle fessure della piastra utilizzata per l'epurazione (normalmente 100 micron). Non ci si aspetta di rilevare particelle di adesivo più piccole a causa dell'aumento della superficie delle particelle stesse associate al processo di essiccazione. La classe dimensionale superiore non deve avere un limite massimo, in modo da poter analizzare tutte le particelle adesive presenti.

La quantità di pasta utilizzata (normalmente 50 g al secco in stufa) deve essere inserita come riferimento per il software di analisi dell'immagine per calcolare l'area delle sostanze adesive , come descritto nel capitolo 5.7.

In caso di utilizzo del sistema di analisi di immagine DOMAS, sono consigliati i seguenti parametri:

- Impostare "Slot width" a "100" (micron)
- Selezionare " Circular sample with border"
- Selezionare "Light contrasted stickies"
- Selezionare Threshold method "fixed threshold" e impostare il parametro a "95"
- Selezionare "Size classification" con "circle equivalent diameter" e selezionare "ingede4.kls"
- Impostare "Pulp mass depended" e "...g"
- Selezionare "Image source" "scan series" Selezionare "stickies_1.scn"
- Impostare "No. of samples" a "3"
- Selezionare "Average series of results"

NOTE:

Se la quantità di particelle adesive è molto elevata, si consiglia di ridurre la quantità di particelle sul filtro di carta, invece di cambiare la soglia. In tal caso seguire le stesse procedure eseguite in caso di sovrapposizioni (capitoli 5.3 e 5.5).

In caso di utilizzo di software Techpap SIMPALAB:

- Aprire " Family "(da" menu Parameter)

- Selezionare "ingede4.cfg" dalla lista

Tutte le impostazioni sono pre-installate per la misurazione delle sostanze adesive. La soglia di misurazione, le dimensioni per la classificazione (100-200 micron, ...) ed altri parametri sono già determinati nel file "ingede4.cfg", e impostati automaticamente.

5.7 Calcolo del contenuto delle particelle adesive

I risultati dell'analisi d'immagine, dovrebbero essere espressi in mm² di particelle adesive per m² di campione. Questo valore deve essere poi convertito in mm² di particelle adesive per kg di pasta (vedi equazione 1). L'area del campione che è stata effettivamente misurata dal sistema di analisi di immagine, in relazione alla superficie del filtro di carta (o al massimo il diametro interno del forma fogli) e la quantità di materiale usato per l'epurazione (normalmente 50g al secco in stufa) devono essere riportati.

Equazione 1: Area particelle adesive in mm²/kg

$$\text{Macrosticky area} = \frac{\text{Sticky area in } \frac{\text{mm}^2}{\text{m}^2} \cdot \text{Specimen area in m}^2}{\text{Amount of material in kg}}$$

L'utilizzo di 50 g di pasta al secco in stufa e la disidratazione utilizzando lo strumento Rapid-Köthen determinano un fattore di correzione di 0,634 per convertire l'area delle particelle adesive in area per unità in peso di pasta. La media matematica dei singoli risultati deve essere calcolata per i tre provini che sono stati preparati da ogni campione di pasta.

Si consiglia di calcolare il coefficiente di variazione e ripetere le misurazioni se il coefficiente di variazione è superiore al 10 %.

Le misurazioni possono essere mostrate separatamente per le singole classi dimensionali o come area totale degli adesivi per tutte le classi dimensionali.

6 Report

Quanto segue deve essere riportato nel verbale di prova:

- Identificazione del campione
- Tipo di strumento utilizzato per l'epurazione
- Tipo di piastra a fessure usata
- Tipo di analisi di immagine utilizzata
- Impostazione di soglia, se diversa da quanto previsto
- Contenuto medio di sostanze adesive in mm²/kg dei tre campioni singoli e coefficiente di variazione
- Qualsiasi deviazione dal presente metodo.

7 Riferimenti

7.1 Standard e metodi citati

- ZELLCHEMING Technical Leaflet RECO 1, 1/2006 "Terminology of Stickies"; www.zellcheming.com/service/, follow "leaflet" and "RECO"
- ZM V/1.4/86: Simultaneous determination of shives and fibre fraction content (in German); www.zellcheming.com/service/, follow "leaflet" and "TEST"
- ZELLCHEMING Technical Leaflet RECO 1, "Anforderungen an die Güte von Schlitzplatten für Labor-Sortieraggregate" (engl.: "Quality Requirements of Slotted Plates for Laboratory Screening Devices"); www.zellcheming.de
- TAPPI T 275 sp-07: Screening of Pulp (Somerville-Type Equipment)
- TAPPI T 274 sp-08: Laboratory screening of pulp (Master Screen-type instrument)
- ISO 5263-1 (2004): Pulps – Laboratory wet disintegration – Part 1: Disintegration of chemical pulps
- ISO 5269-2 (2005): Pulp – Preparation of laboratory sheets for physical testing – Part 2: Rapid-Köthen method
- ISO 287 (2009): Paper and Board – Determination of moisture content – Oven drying method
- FEPA: www.fepa-abrasives.org

7.2 Bibliografia e altri documenti correlati

- Ackermann, C.; Putz, H.-J.; Götsching, L.: INGEDE Method for the Analysis of Macro Stickies in DIP. Das Papier 51 (1997), no. 6, 271-282 (in German)
- Ackermann, C.; Putz, H.-J.; Götsching, L.: Improved Macrostickiness Analysis for DIP based on Screening. Progress in Paper Recycling 7 (1998), no. 2, 22-32

- German INFOR Project 118: Improvement of Reproducibility of standardized Macrosticky Methods (Final Report: PMV/PTS September 2009)
- H.-J. Putz, E. Hanecker: Untersuchung relevanter Einflüsse auf Makrostickyergebnisse. Wochenblatt für Papierfabrikation, 139 (2011), no.2, 116-123

7.3 Fonti

Il presente metodo INGEDE è basato sul progetto INGEDE Project 38 94 PTS/PMV "Developing methods for performing quantitative analyses of micro- and macrostickies".

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

7.4 Riferimenti per l'acquisto del materiale

Carta Siliconata:

- 60 g/m², per esempio Gieselmann Stanztechnik GmbH, Germany, www.gieselmann-stanztechnik.de

Speciale allumina in polvere:

- Elektrokorund Alodur SWSK 220 da Treibacher Schleifmittel
- Fornitura da PMV (Papierfabrikation und Mechanische Verfahrenstechnik), TU Darmstadt, Alexanderstraße 8, 64283 Darmstadt, Germany

Filtri di carta:

- Type 1289, Munktell & Filtrak GmbH, Niederschlag 1, 09471 Bärenstein, Germany, www.munktell.com

Inchiostro:

- Pelikan No. 4001 o Parker Quink

DOMAS

- File:
"ingede4.kls": www.ingede.org
- Software
"DOMAS Calibration Tester", PTS Heidenau and Munich
- Scanner:
DOMAS ScannerAdvanced, PTS Heidenau and Munich
- Image analysis software:
DOMAS 3.0, PTS Heidenau and Munich

SIMPALAB

- File:
"ingede4.cfg"
- Software:
Simpalab, current version 3.02.00 Techpap SAS Grenoble
- Scanners:

Una lista di scanner compatibili è disponibile da Techpap SAS Grenoble (www.techpap.com, sales@techpap.com).

Contatto:

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

Allegato A

Classificazione dimensionale

Definizione delle classi dimensionali (diametro equivalente di un cerchio:

da (μm)	a (μm)
>100	≤ 200
>200	≤ 300
>300	≤ 400
>400	≤ 500
>500	≤ 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	$\leq 200\ 000$

Utilizzando il software DOMAS, la classificazione dimensionale è determinata usando il file "ingede4.kls" (vedi allegati del software).

Utilizzando il software Techpap SIMPALAB, la classificazione dimensionale è determinata usando il file "ingede4".