

Application Bulletin 412

Применение БИК спектроскопии в целлюлозно-бумажной промышленности

Отрасль

Целлюлозно-бумажная промышленность

Ключевые слова:

БИК-спектроскопия, бумага, целлюлоза, определение влаги, число каппа, содержание смол.

Обзор

Данная бюллетень применении содержит примеры применения БИК спектроскопии для определения важных параметров контроля качества целлюлозно-бумажного производства. Каждое применение коротко описывает используемую измерительную систему, а также рекомендацию по приборам и результаты измерений.

Введение

БИК спектроскопия, в сравнении с методами мокрой химии, позволяет значительно сократить время анализа. С применением данной техники становится возможным получать точные результаты большего количества партий в более короткий срок, что в конечном итоге приводит к повышению качества продукции и снижению затрат. В целлюлозно-бумажной промышленности БИК применяют для качественного и количественного анализа входящей продукции и определению содержания лигнина. Дискриминантный БИК анализ применяется для определения соотношения мягкой/твердой древесины, а также определения соотношения наружной и внутренней древесины. Кроме того, многие параметры целлюлозно-бумажного производства могут быть определены методом БИК, включая: число каппа, содержание лигнина, выход крафт-целлюлозы, талловое масло, влажность, смолы, оптическая яркость, соотношение мягкой/твердой древесины, коутинг и компонентный анализ (глина, диоксид титана, наполнители, зола и т.д.).

Содержание

No. 1: Определение процентного содержания мягкой древесины в образце целлюлозы.....	2
No. 2: Определение числа каппа в образцах целлюлозы	2
No. 3: Мониторинг числа каппа в смеси целлюлозной ваты.....	3
No. 4: Определение числа К. по в образцах целлюлозы выдувной линии.....	3
No. 5: Мониторинг лигнина в спрессованной целлюлозе.....	4
No. 6: Мониторинг содержания воска и фенолформальдегидных смол в древесном волокне.....	4
No. 7: Мониторинг содержания воска и фенольных смол в древесном волокне	5
No. 8: Мониторинг содержания супер абсорбентного полимера в измельченной целлюлозе	5
No. 9: Мониторинг содержания смол в бумаге.....	6
No. 10: Определение содержания влаги в бумаге и лака в бумаге с подложкой из фольги.....	6
No. 11: Определение пропионата кальция в бумаге...7	
No. 12: Мониторинг уровня коутингана четырех различных бумажных производствах	7
No. 13: Мониторинг триацетина и влаги в ацетатцеллюлозных волонках	8
No. 14: Мониторинг уровня нитроцеллюлозы в целлюлоза/нитроцеллюлозной упаковочной бумаге.....	8
No. 15: Мониторинг содержания асфальта в подложке мокрого расширения	9
No. 16: Мониторинг влажности в смеси для бумажного коутинга.....	9
No.17: Мониторинг уровня силикона в папиросной бумаге	10

№. 1: Определение процентного содержания мягкой древесины в образце целлюлозы

Обзор

Данное приложение демонстрирует применение БИК спектроскопии для определения содержания мягкой древесины в образцах целлюлозы (пульпы). Для демонстрации использованы два набора образцов для независимого подтверждения калибровок для лабораторных (круглые) и промышленных (квадратных) образцов.

Система

Model 5000, модуль по отражению, модуль переноса образцов. Данная модель прибора снята с производства. Ниже предоставлена информация о заменяющем оборудовании.

Эквивалентное рекомендуемое оборудование

NIRS XDS RapidContent Analyzer Solids 2.921.1120



№. 2: Определение числа каппа в образцах целлюлозы

Обзор

This NIR application is used to determine kappa number in blended wood pulp samples. Along with the samples, pure lignin, cellulose, and six unknowns were provided. Twenty-seven spectra were used for the calibration set and nine for the validation set.

Система

Model 5000, модуль по отражению, модуль вращения образца. Данная модель прибора снята с производства. Ниже предоставлена информация о заменяющем оборудовании.

Эквивалентное рекомендуемое оборудование

NIRS XDS RapidContent Analyzer Solids 2.921.1120



Отбор проб

Образцы помещались в стандартную чашку и анализировались в режиме отражения. Каждый образец делился на три части помеченные А, В, С. Регрессия построена при 2180 нм (корреляция фенольных гидроксильных групп лигнина). Получена стандартная ошибка 5.6. Вторая длина волны 1548 нм, добавленная в калибровочную модель, дает небольшое снижение стандартной ошибки до 5.2.

Результаты

Полученные результаты демонстрируют, что БИК спектроскопия может применяться для мониторинга числа каппа в образцах целлюлозы. Вопрос о применимости стандартной ошибки остается открытым.

№. 3: Мониторинг числа каппа в смеси целлюлозной ваты

Обзор

Данное приложение описывает мониторинг числа каппа в смеси целлюлозной ваты. В исследованных образцах число каппа варьируется в пределах от 3.4 до 33.9.

Система

Model 5000, модуль по отражению, модуль переноса образцов. Данная модель прибора снята с производства. Ниже предоставлена информация о заменяющем оборудовании.

Эквивалентное рекомендуемое оборудование

NIRS XDS RapidContent Analyzer Solids 2.921.1120



Отбор проб

Измерение образцов проведено в режиме отражения в диапазоне 1100–2500 нм. Для анализа используются специальную ячейку для образцов с неоднородной поверхностью. Регрессия методом наименьших квадратов проведена при 1680 нм (величина СОК 1.2).

Результаты

Полученные результаты демонстрируют, что БИК спектроскопия может быть использована для мониторинга числа каппа в смеси целлюлозной ваты влажной или сухой древесины.

№. 4: Определение К. по в образцах целлюлозы выдувной линии

Обзор

Данное применение описывает применение БИК спектроскопии для мониторинга К. по в целлюлозе выдувной линии. К. по используется для оценки числа каппа (логарифмически связано с числом каппа).

Система

Model 5000, модуль по отражению, модуль вращения образца. Данная модель прибора снята с производства. Ниже предоставлена информация о заменяющем оборудовании.

Эквивалентное рекомендуемое оборудование

NIRS XDS RapidContent Analyzer Solids 2.921.1120



Отбор проб

Измерение образцов проведено в режиме отражения в диапазоне 1100–2500 нм. Для анализа использовался модуль вращения. Различное поглощение наблюдается при длине волны 1680 нм и объясняется различным содержанием лигнина. Регрессия методом наименьших квадратов выполнена при 1672 нм (СОК 1). Однако, из-за различий в длине оптического пути в образцах рекомендуется включить в калибровку вторую длину волны. С этой целью добавлена длина волны 1436 нм (1672 нм/1436 нм, СОК 0.5).

Результаты

Полученные результаты демонстрируют, что БИК спектроскопия может быть использована для мониторинга К. по в целлюлозе выдувной линии. Улучшение метода можно провести после анализа числа каппа как эталонного метода на спрессованных образцах.

№. 5: Мониторинг лигнина в спрессованной целлюлозе

с

Данное приложение описывает применение БИК-спектроскопии для анализа лигнина в спрессованной древесной целлюлозе. Образцы разделены на две группы: первая использована для калибровки, а вторая для валидации и проверки. Содержание лигнина варьируется в диапазоне от 5.7 до 33.6%.

Система

Model 5000, модуль по отражению, модуль вращения образца. Данная модель прибора снята с производства. Ниже предоставлена информация о заменяющем оборудовании.

Эквивалентное рекомендуемое оборудование

NIRS XDS RapidContent Analyzer Solids 2.921.1120



Отбор проб

Все спектры получены в спектральном диапазоне 1100–2500 нм. Все спектры собраны в режиме отражения в стандартной чашке для образцов. Образцы разрезались и устанавливались в виде двойного слоя для обеспечения “бесконечного” оптического пути в режиме отражения. Между измерениями чашка поворачивают и проводят усреднение по пяти сканированиям. Для калибровки были выбраны две длины волны, включающие полосы поглощения лигнина и целлюлозы. Калибровка проведенная при 2172 + 1556 нм, которые привели к СОК 1%.

Результаты

Полученные результаты демонстрируют, что БИК-спектроскопия может быть использована для анализа лигнина в спрессованной древесной целлюлозе. Рекомендуется использовать специальную ячейку для образцов с неоднородной поверхностью.

№. 6: Мониторинг содержания воска и фенолформальдегидных смол в древесном волокне

Обзор

Данное приложение демонстрирует возможность применения БИК-спектроскопии для определения воска и фенолформальдегидных смол в древесном волокне. Были исследованы четыре образца: древесное волокно, древесное волокно, чистый воск, сублимированная фенолформальдегидная смола и древесное волокно с воском и фенолформальдегидной смолой.

Система

Model 5000, модуль по отражению, модуль переноса образцов. Данная модель прибора снята с производства. Ниже предоставлена информация о заменяющем оборудовании.

Эквивалентное рекомендуемое оборудование

NIRS XDS RapidContent Analyzer Solids 2.921.1120



Отбор проб

Измерение образцов проведено в режиме отражения в диапазоне 1100–2500 нм. Для анализа воска и смолы использовалась стандартная чашка для образцов, в то время как образцы древесного волокна помещались в специальную ячейку для образцов с неоднородной поверхностью. Показано, что для анализа содержания воска в волокнах используются длины волны 2250 или 2310 нм. Кроме того, для анализа воска в чистом материале также может быть использована длина волны 1725 нм. Для смол применяется диапазон при 1980 нм.

Результаты

Полученные результаты демонстрируют, что БИК-спектроскопия может быть использована для мониторинга содержания воска и смол в древесном волокне.

№. 7: Мониторинг содержания воска и фенольных смол в древесном волокне

Обзор

Данное приложение демонстрирует применение БИК-спектроскопии для анализа содержания воска и фенольных смол в древесном волокне. Диапазон содержания анализируемых компонентов в образцах: воск от 0.3 до 2.4% и смола от 1.3 до 4.3%.

Система

Model 5000, модуль по отражению, модуль вращения образца. Данная модель прибора снята с производства. Ниже предоставлена информация о заменяющем оборудовании.

Эквивалентное рекомендуемое оборудование

NIRS XDS RapidContent Analyzer Solids 2.921.1120



Отбор проб

Измерение образцов проведено в режиме отражения в диапазоне 1100–2500 нм. Перед измерением образцы помещались в стандартные чашки для анализа. Для смол калибровка выполнена при 2158 нм (СОК 0.4%). Мониторинг содержания воска выполнен при 1728 нм (СОК 0.1%).

Результаты

Полученные результаты демонстрируют, что БИК-спектроскопия может применяться для количественного определения воска и смол в древесном волокне.

№. 8: Мониторинг содержания супер абсорбентного полимера в измельченной целлюлозе

Обзор

Данное приложение демонстрирует применение БИК-спектроскопии для определения содержания супер абсорбентного полимера в измельченной целлюлозе. Проанализированы шесть образцов (две подложки для каждой концентрации) для подтверждения возможностей метода для различных диапазонов концентрации полимера от 0.0 до 44.9%.

Система

Model 5000, модуль по отражению. Данная модель прибора снята с производства. Ниже предоставлена информация о заменяющем оборудовании.

Эквивалентное рекомендуемое оборудование

NIRS XDS RapidContent Analyzer Solids 2.921.1120



Отбор проб

Измерение образцов проведено в режиме отражения в диапазоне 1100–2500 нм. Каждая подложка анализировалась в режиме отражения на отдельном зонде. Калибровка для полимеров выполнена при 1752 нм (СОК 6%). Кроме того, на данной длине волны наблюдается изменение концентрации полимера при движении зонда по поверхности подложки измельченной целлюлозы (наибольшая концентрация – в центре)

Результаты

Полученные результаты демонстрируют, что БИК-спектроскопия может использоваться для мониторинга распределения супер абсорбентного полимера в измельченной целлюлозе.

№. 9: Мониторинг содержания смол в бумаге

Обзор

Данное приложение демонстрирует применение БИК-спектроскопии для определения содержания смол в бумаге.

Система

Model 5000, модуль по отражению, модуль переноса образцов. Данная модель прибора снята с производства. Ниже предоставлена информация о заменяющем оборудовании.

Эквивалентное рекомендуемое оборудование

NIRS XDS RapidContent Analyzer Solids 2.921.1120



Отбор проб

Образцы разрезались на 7 полосок по 1.5 дюйма, для того чтобы поместить в ячейку для образцов с неоднородной поверхностью. Измерение образцов проведено в режиме отражения в диапазоне 1100–2500 нм. Для смол использовано три полосы в которых нет помех от спектра бумаги: 1688, 1766, и 2160 нм. Калибровка получена при 2160 нм (СОК 0.7%).

Результаты

Результаты показывают, что БИК-спектроскопия может применяться для определения содержания смол, с высокой чувствительностью, в бумаге Немелованная бумага не показывает спектральных вариаций, а значит и не вызывает помех при определении содержания смол.

№. 10: Определение содержания влаги в бумаге и лака в бумаге с подложкой из фольги

Обзор

Данное приложение демонстрирует применение БИК-спектроскопии для определения влаги и лака в бумаге с подложкой из фольги.

Система

Model 5000, модуль по отражению, модуль переноса образцов. Данная модель прибора снята с производства. Ниже предоставлена информация о заменяющем оборудовании.

Эквивалентное рекомендуемое оборудование

NIRS XDS RapidContent Analyzer Solids 2.921.1120



Отбор проб

Образцы разрезались на полоски 2 x 7 дюйма, для того чтобы поместить в ячейку для образцов с неоднородной поверхностью. За образцом помещался кусок пены для обеспечения воспроизводимости положения спрессованной бумаги относительно ячейки. Измерение проведено в режиме отражения. Наибольшая зависимость от содержания лака наблюдается в диапазоне 2100–2300 нм. Регрессия методом наименьших квадратов выполнена при 2346 нм.

Результаты

Результаты показывают, что БИК-спектроскопия является чувствительным методом для определения содержания влаги и лака в бумаге. В данном применении, усреднение проведено путем увеличения площади сканирования образца.

№. 11: Определение пропионата кальция в бумаге

Обзор

Данное приложение демонстрирует применение БИК-спектроскопии для определения пропионата кальция при распылении на бумагу.

Система

Монохроматор NIRSystems Model 6500 с модулем Rapid Content Analyzer. Данная модель прибора снята с производства. Ниже предоставлена информация о заменяющем оборудовании.

с

NIRS XDS RapidContent Analyzer Solids 2.921.1120



Отбор проб

Для изучения выбраны четыре образца с содержанием пропионата 0, 500, 900, и 2150 ppm. Образцы размещены в окне анализатора и вращались по 4 различным позициям, т.е. для калибровки было взято 16 спектров.

Результаты

Для математической обработки выбрана вторая производная (segment = 10, gap = 0). Простая линейная регрессия между производной спектра и значением отражения приводит к корреляции 0.98 при 1758 нм со Стандартной Ошибкой Калибровки (СОК) 112.5ppm.

№. 12: Мониторинг уровня коутинга на четырех различных бумажных производствах

Обзор

Данное приложение демонстрирует применение БИК-спектроскопии для мониторинга уровня коутинга в четырех разных типах бумаги.

Система

Model 5000, для анализа применялся выносной зонд по отражению. Данная модель прибора снята с производства. Ниже предоставлена информация о заменяющем оборудовании.

Эквивалентное рекомендуемое оборудование

NIRS XDS RapidContent Analyzer Solids 2.921.1120



Отбор проб

Измерение образцов проведено в диапазоне 1100–2500 нм. Образцы бумаги анализировались с помощью аксессуаров для удаленных измерений по отражению, т.е. с использованием оптоволоконного переноса БИК-излучения к поверхности образца. Спектры суспензионных покрытий были получены с использованием механизма транспортировки. Спектры собраны в кюветы с длиной оптического пути 20 мм. Для мониторинга коутинга на донорных листах, калибровка выполнена при 2316 нм (СОК 0.1% в диапазоне от 0 до 12%). Кроме того изучены и приемные листы. Неорганический слой, присутствующих в листах данного типа, может вызывать помехи. Покрытие на майларовой пленке может быть выполнено при 2300 или 2350 нм.

Результаты

Показано, что БИК-спектроскопия может быть использована для оценки уровня коутинга на бумаге и майларе. Выбранная бумага не обладает “бесконечной толщиной” для измерения в режиме отражения. Проведена обычная корректировка делением длин волны для переменной длины оптического пути. Т.к. выборка образцов достаточно мала, то провести данную корректировку затруднительно.

№. 13: Мониторинг триацетина и влаги в ацетатцеллюлозных волокнах

Обзор

Данное приложение демонстрирует применение БИК-спектроскопии для мониторинга триацетина и влаги в ацетатцеллюлозных волокнах. Образца включают в себя чистый ацетат целлюлозы и триацетин, а также фильтры с содержанием триацетина в диапазоне от 3.7 до 15.9%.

Система

Model 5000, модуль по отражению, модуль переноса образцов. Данная модель прибора снята с производства. Ниже предоставлена информация о заменяющем оборудовании.

Эквивалентное рекомендуемое оборудование

NIRS XDS RapidContent Analyzer Solids 2.921.1120



Отбор проб

Измерение образцов проведено в режиме отражения в диапазоне 1100–2500 нм. Стержни фильтров помещались на ячейку, которая включает около 30 стержней упорядоченных по одному направлению. Для мониторинга триацетина интерес представляют диапазон при 2360 и 1995 нм.

Результаты

Полученные результаты демонстрируют, что БИК-спектроскопия может применяться для мониторинга содержания триацетина и влаги в ацетатцеллюлозных волокнах.

№. 14: Мониторинг уровня нитроцеллюлозы в целлюлоза/нитроцеллюлозной упаковочной бумаге

Обзор

Данное приложение демонстрирует применение БИК-спектроскопии для измерения уровня нитроцеллюлозы в целлюлоза/нитроцеллюлозной упаковочной бумаге. Выбрано пять образцов с диапазоном концентраций от 59.4 до 70.8.

Система

Model 5000, модуль по отражению, модуль переноса образцов. Данная модель прибора снята с производства. Ниже предоставлена информация о заменяющем оборудовании.

Эквивалентное рекомендуемое оборудование

NIRS XDS RapidContent Analyzer Solids 2.921.1120



Отбор проб

Спектры чистых компонентов измерены в режиме отражения в диапазоне 1100–2500 нм. Чистые образцы в форме листов помещались в круглую чашку для измерений. Для калибровки, образцы упаковочной бумаги разрезались на квадраты 1.5 дюйма и помещались в ячейку для неоднородных образцов. Калибровка выполнена при 2346 нм (СОК 1). Для образцов содержащих красильные смолы, калибровка выполнена при 2240 нм (СОК 0.3)

Результаты

Полученные результаты демонстрируют, что БИК-спектроскопия для количественного определения нитроцеллюлозы в целлюлоза/нитроцеллюлозной упаковочной бумаге с и без добавления смол. Данный отчет также демонстрирует, что БИК является чувствительным методом для количественного анализа в присутствии целлюлозы и красильных смол.

№. 15: Мониторинг содержания асфальта в подложке мокрого расширения

Обзор

Данное приложение описывает применение БИК-спектроскопии для NIR мониторинга содержания асфальта в подложке мокрого расширения. Для калибровки использованы двадцать образцов с концентрацией асфальта от 30.9 до 35.6%. Для анализа взяты десять образцов с неизвестным содержанием концентрации асфальта.

Система

Model 5000, модуль по отражению, модуль переноса образцов. Данная модель прибора снята с производства. Ниже предоставлена информация о заменяющем оборудовании.

Эквивалентное рекомендуемое оборудование

NIRS XDS RapidContent Analyzer Solids 2.921.1120



Отбор проб

Измерение образцов проведено в режиме отражения в диапазоне 1100–2500 нм в ячейке для образцов с неоднородной поверхностью. Каждый образец проанализирован 4 раза – дважды с каждой из сторон. Т.к. асфальт не имеет какой-либо характеристической спектральной линии, то на практике невозможно провести регрессию методом наименьших квадратов по одной длине волны. Поэтому для построения калибровки регрессия рассчитана в спектральных диапазонах 1150–1375, 1500–1875, и 2100–2300 нм (для устранения влияния влаги). Использованы пять PLS факторов с СОК 0.9%.

Результаты

Полученные результаты показывают, что БИК-спектроскопия может применяться для количественного анализа содержания асфальта в подложке мокрого расширения.

№. 16: Мониторинг влажности в смеси для бумажного коутинга

Обзор

This NIR application is used to monitor moisture in polymers used in paper coating mixtures.

Система

Model 5500, модуль для анализа жидких образцов. Данная модель прибора снята с производства. Ниже предоставлена информация о заменяющем оборудовании.

Эквивалентное рекомендуемое оборудование

NIRS XDS RapidLiquid Analyzer 2.921.1410



№.17: Мониторинг уровня силикона в папиросной бумаге

Обзор

Данное приложение демонстрирует применение БИК-спектроскопии для мониторинга уровня силикона в папиросной бумаге. Использовано восемь образцов с содержанием силикона в диапазоне от 0.69 до 5.67%.

Система

Model 5000, для анализа применялся выносной зонд по отражению. Данная модель прибора снята с производства. Ниже предоставлена информация о заменяющем оборудовании.

Эквивалентное рекомендуемое оборудование

NIRS XDS Process Analyzer	2.928.0310
DirectLight/NonContact	

