

## Att ta massaprov och analysera dess koncentration i laboratorium.

Vi kan i de flesta fall inte mäta koncentration direkt. I stället måste vi mäta någon fysikalisk variabel som är proportionell till koncentrationen. Dessa variabler proportionella till koncentration är även delvis beroende av andra faktorer, så som massatyp, fillerinnehåll, etc. På grund av detta måste koncentrationsmätare kalibreras individuellt i varje mätpunkt, och dessutom måste kalibreringen övervakas kontinuerligt under processens gång.

Pålitlig provtagning och bestämning av provets koncentration är nödvändig för korrekt och noggrann kalibrering av koncentrationsmätaren. Provtagning och laboratorieanalys innefattar en mängd av möjliga fel vilka måste minimeras. Detta kan uppnås genom yttersta noggrannhet och genom att använda bästa möjliga utrustning och de bästa tillgängliga metoderna.

Det finns standarder för bestämning av massakoncentration, så som Tappi, T 240 om-88, SCAN - C 17 :64 och CPPA D-16. Generellt sett tillämpas sällan dessa standarder i detalj. I stället, har nästan alla bruk utvecklat sin egen, i de flesta fall förenklad, procedur och arbetsstandard. Många alternativ är även tillgängliga för analysutrustningen.

## PROVTAGARE

För att bestämma massakoncentrationen vid ett specifikt tillfälle, i de flesta fall massakoncentration för massa som transporteras i en processledning, måste vi ha en massa-provtagare installerad i ledningen, från vilken provet kan tas och samlas upp i ett provmottagningskärl.

För att försäkra sig om en proper provtagning måste hastigheten på provflödet från provtagningsventilen vara måttligt för att förhindra stänk eller överfyllnad av mottagningskärlet. Flödesvolymen begränsas i provtagarens ventilsektion, vilken skall vara relativt liten. I tillägg, skall tömningsröret efter ventilsektionen ha en relativt stor diameter för att säkerställa att massaprovet flödeshastighet inte blir för hög.

Provvolymer skall representera medelkoncentrationen i processledningen så noggrant som möjligt vid varierande processtryck och flödeshastigheter. Om provtagningsutrustningen består av en kulventil som måste hållas delvis öppen för att begränsa flödet, filtreras vatten genom den skarpkantade öppningen och vi får ett prov vars

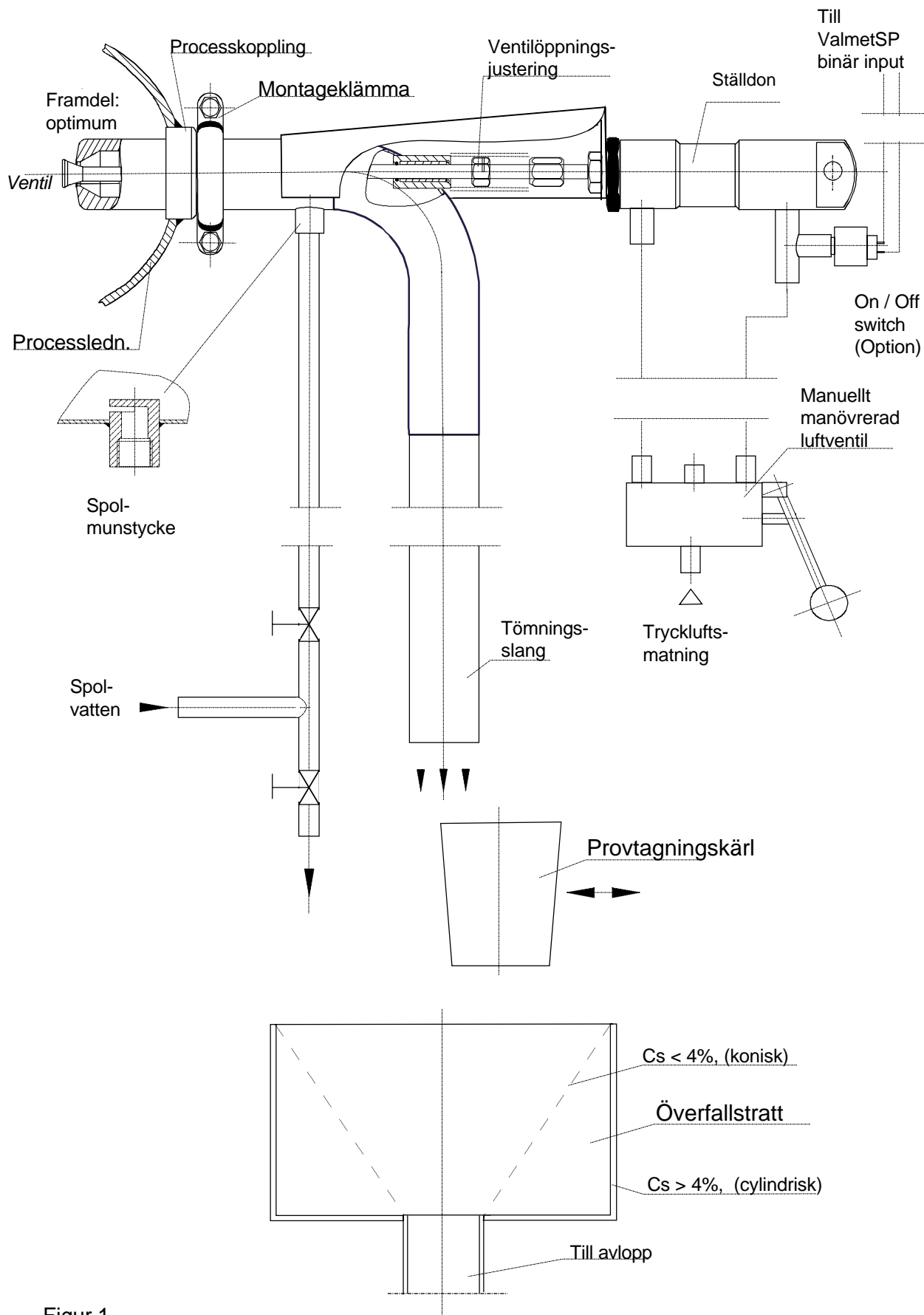
koncentration är för låg. Typiskt är koncentrationen lägre än genomsnittet i närheten av rörväggen. Därför, om vi tar ut provet från rörets väggarea, vilket är vanligt för provtagare med kulventil, kommer provvolymen att ha en för låg koncentration.

Provtagningsutrustningen och hur den är installerad har en avgörande effekt på hur representativt provet blir. Figur 1 visar Metso's (Valmet) pneumatiska NOVE provtagare installerad i processen, och Figur 2 visar motsvarande manuellt manövrerade provtagare. NOVE är användbar för alla silade massatyper mellan 0-8% koncentration. Figur 3 visar NOVE H, vilken passar för alla massatyper mellan 0-18% koncentration. Typ A är avsedd för silad massa, medan Typ B även kan användas för osilad massa.

NOVE's framdel skjuter in i processledningen genom "lågkoncentrations-skiktet" som flödar längs rörväggen. Avstängningsventilen är installerad i framdelen. Detta förhindrar all uppbyggnad av massaklumpar framför stängningsmekanismen, vilket skulle hindra provtagningen. Detta tenderar ofta till att hända vid användandet av kulventil. Ett lugnt flöde kan justeras in för olika tryck och koncentrationsområden. Mängden massa som går till avloppet blir liten. Proceduren är säker och ingen massa stänker på den som sköter provtagningen. En NOVE försedd med ställdon kan installeras på en optimal plats för provtagning, från vilken provet, genom en utloppsslang, kan tömmas till ett lätt-tillgängligt ställe. Det är även möjligt att installera utloppsslangar från flera NOVE till en enda överfallsträtt och på detta sätt förenkla arbetet för den som utför provtagningen.

# NOVE, pneumatisk provtagare, för 0 - 8%Cs med tillbehör

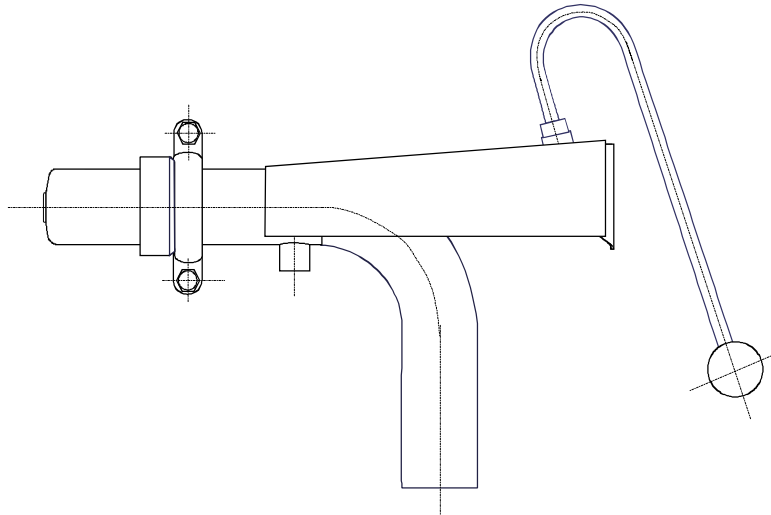
22.05.1998, MH



Figur 1

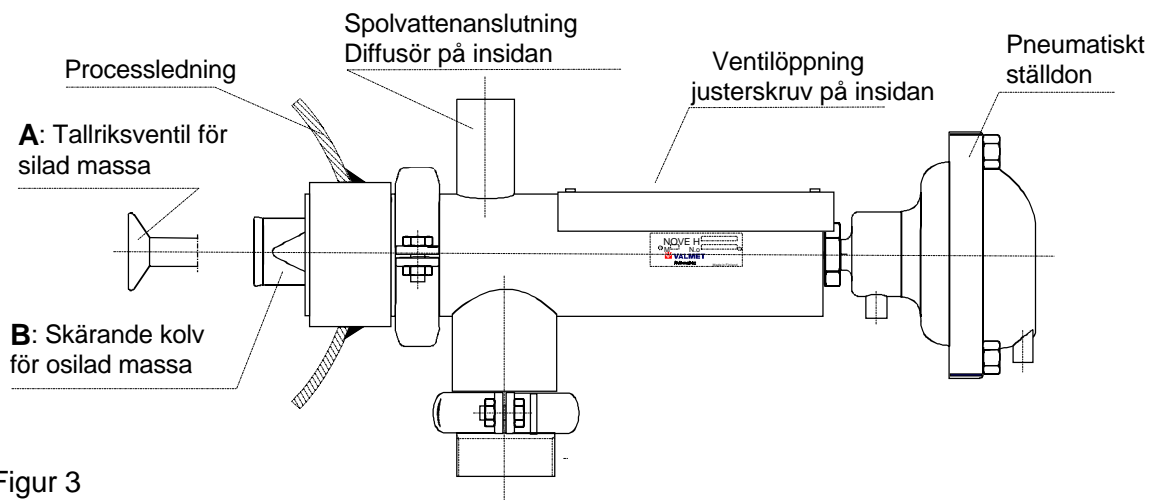
Provtagaren kan rensas efter varje gång för att förhindra massa att torka inuti NOVE och utloppsslangen, vilket kan orsaka fel vid nästa prov och i värsta fall förhindra ytterligare provtagning utan arbetskrävande rengöring. Då NOVE inte har några gummi-packningar bibehåller den sin pålitlighet under mycket lång tid.

## NOVE, manuell provtagare för 0 - 8%Cs



Figur 2

## NOVE H A eller B provtagare för 0 - 18%Cs

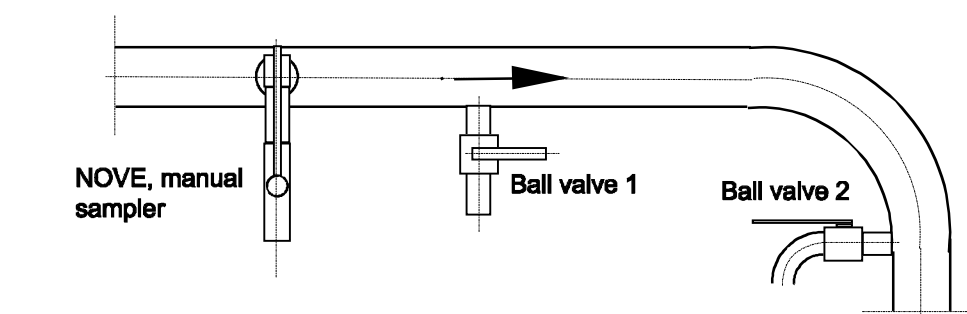
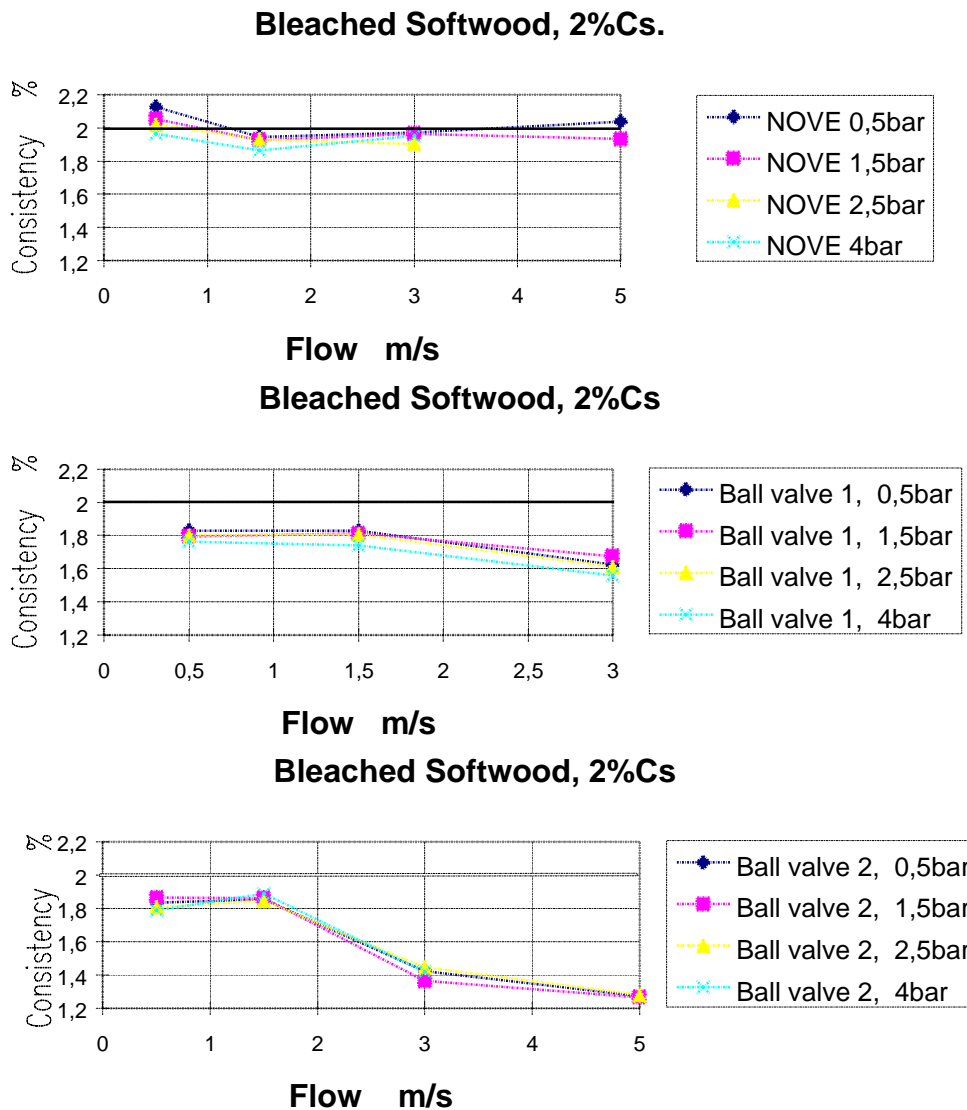


Figur 3

Provtagaren skall installeras på ett ställe i processledningen som representerar genomsnittlig koncentration.

Pasi Reisto utförde 1989 en studie i provtagning och koncentrationsanalys vid universitetet i Uleåborg genom att använda universitetets cirkulationsslinga. Här är ett exempel från studien:

Figur 4 visar tre provtagare monterade i en processledning: NOVE, Kulventil1 och Kulventil 2. Analysresultaten av proven tagna med dessa visas grafiskt som funktioner av processtryck och flödeshastighet då den aktuella koncentrationen var konstant 2%. Vid detta test varierade differensen mellan provkoncentrationen och verklig koncentration mellan (0.0 – 0.1)%Cs till 0.7%Cs.



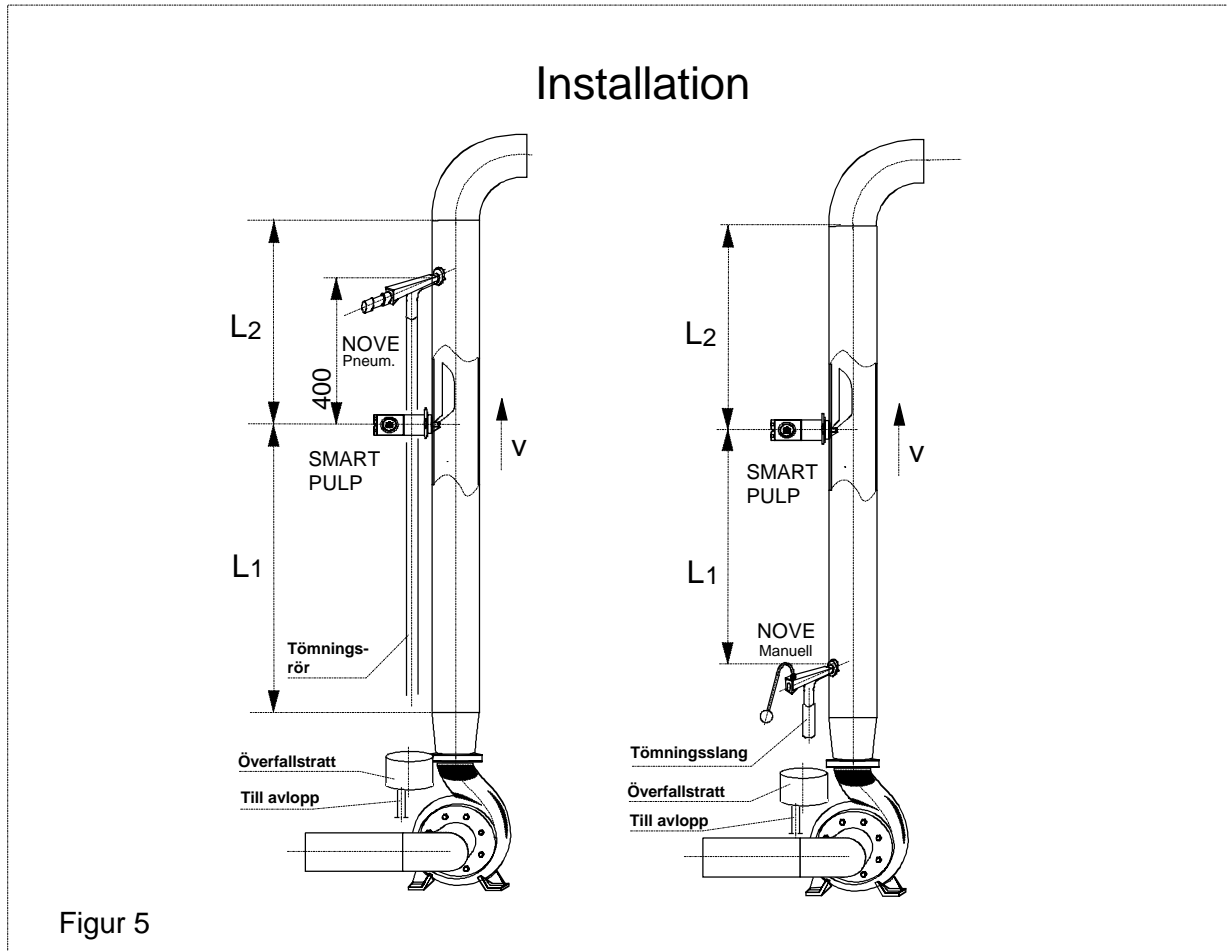
Figur 4

Figur 5 illustrerar NOVE's installationsmetoder. En manuellt manövrerad NOVE är i de flesta fall installerad på ett lättåtkomligt ställe efter massapumpen. Provtagarens montering relativt pumpen måste vara korrekt för att säkerställa att provet skall bli så representativt som möjligt och att provtagaren stör koncentrationstransmitteren så lite som möjligt. Denna installationsmetod är den vanligast använda i dag, och representativiteten för det erhållna provet blir tillfredsställande.

Vår erfarenhet har visat att bästa möjliga representativiteten erhålls genom att montera

provtagaren nedströms koncentrationsmätaren. Denna installationsmetod bör alltid användas tillsammans med mikrovågsmätare. Vid denna typ av installation är det nästan alltid nödvändigt att använda NOVE försedd med ett pneumatiskt ställdon och en tömnings slang alt. rör. I tillägg måste alltid NOVE förses med ett rör för vattenspolning och alla rör måste stagas noga för att undvika svängningar. För uppsamling av överflödande massa bör man montera en överfallstratt under provtagaren, och ett rör från tratten till avlopp. En konformad tratt rekommenderas vid koncentrationer upp till 4%, och en cylindrisk för koncentrationer över 4%.

o



## JUSTERING AV PROVFLÖDET

Då processen är igång och fungerar normalt, skall man justera ställskruven för NOVE's ventilöppning (Fig. 1) för att göra flödet så litet att den önskade provvolymen flödar till provmottagningskärlet utan stänk och utan risk för överfyllning av kärlet. Emellertid bör inte flödet inte nedjusteras mer än nödvändigt. Ytterligare manuell begränsning av flödet under provtagningsperioden är förbjudet.

## ATT TA ETT PROV

Fiber- / vattensuspensionen är ytterst inhomogen. Fibrer tenderar till att fästa vid varandra och bilda flockar, och fibrer är 1.5 till 1.7 gånger tyngre än vatten. Koncentrationen på massan i processledningen varierar därför i varje tvärsnitt av röret relativt tiden och stället i tvärsnittsplanet. Koncentrationens utbredningsmönster påverkas av massans flödeshastighet, massatyp, rörkonstruktion, pumptyp, pumpvarvtal, ventiler etc., spädvattenmängd, spädvattentemperatur, massakoncentration, fillers, och stabiliteten

i de föregående processerna. Till exempel, är det omöjligt att ha en likformig spädning i botten av en tank för högkoncentrerad massa under tömning. En varvtalsstyrd pump blandar spädvattnet dåligt med massan vid lågt varvtal. Om spädvattnets temperatur avviker mycket från massans blir blandningen svår att utföra.

Ett asymmetriskt flöde alstras efter pumpar och rörkrökar, vilket genererar koncentrationsavvikelser i olika punkter av rörets tvärsnitt.

Man kan fråga sig hur det över huvud taget är möjligt att ta ett representativt prov även om provtagarens konstruktion och installation är bästa möjliga. Ju längre tid provet får flöda till provbehållaren desto mer representativt blir provet. Detta skulle emellertid resultera i en orimlig provvolym, från vilken det blir omöjligt att samla upp en representativ volym för analys.

Vi får ett bättre resultat om vi tar flera provvolym i 1 liters behållare (cirka 700 ml eller c:a 500 ml då koncentrationen är som högst 1%) direkt från provtagaren och genom separat analys av koncentrationen från varje kvantitet.

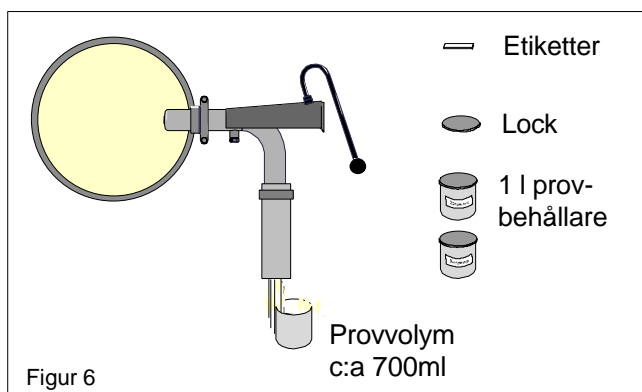
Erforderlig utrustning och materiel: 1-liters provbehållare med lock, identifikationsetiketter, anteckningsblock, och en korg eller transportkärra för behållarna.

Provtagningsprocedur (Fig. 6):

Ta 3 prover per mätställe.

1. Förvissa dig om att processen är stabil
2. Aktivera transmitters "sampling mode", d.v.s. medelvärdeskalkylering. Om koncentrationstransmittern inte har denna funktion, anteckna uppmätt värde.
3. Tillåt massa att flöda till avlopp under 3-10 sekunder (beroende av längden på tömningsröret) från provtagaren.
4. Fyll på med c:a 700 ml (eller c:a 500 ml då konc.värdet som högst är 1%) med massa i behållaren. **OBS!**: Reducering av provvolymen genom att hålla ut massa från behållaren är förbjudet, då detta skulle vara förödande för provets representabilitet.
5. Vänta 10 sekunder
6. Repetera steg 3 och 4.
7. Bekräfta till koncentrationsmätaren att provtagningen är tillända. Om denna funktion inte är tillgänglig, skriv åter ner uppmätt värde och beräkna medelvärdet av detta värde och värdet som antecknades i steg 2.
8. Spola ren provtagaren och överfallstratten.
9. Skriv identifieringsdata på etiketterna och fäst dessa på behållarna..

Om du vill göra en tvåpunkts- eller multipunktskalibrering av transmittern, måste du nu ändra koncentrationen och upprepa ovan beskriven procedur.



## BESTÄMNING AV KONCENTRATION

Koncentration definieras som viktprocentsatsen av torrt fibermaterial i en fiber/vattensuspension.

Då vi tog tre prov vid samma koncentration, bestämmer vi separat koncentrationen av de tre provkvantiteterna.

### FÖR-SPÄDNING I LABORATORIUM

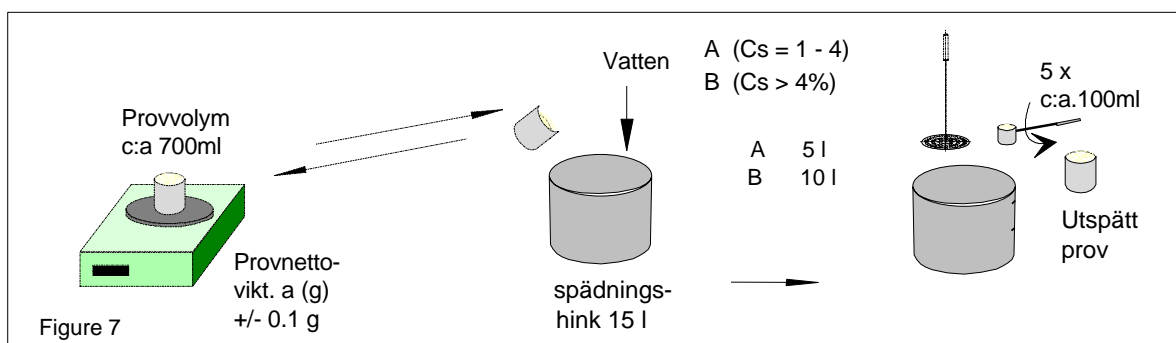
Innan bestämning av koncentrationen för-späder vi ett prov vars koncentration är över 1%Cs till mindre än 1%Cs genom tillsats av erforderlig mängd spädvatten.

Utrustning: En 100 ml skopa vars djup är ungefär lika med diametern (Fig. 11); en 15 liters hink för spädning ; en omrörare bestående av en 140 mm skiva tillverkad av 2 mm plåt och försedd med 13-15 mm perforeringar och ett handtag fastsatt rätvinkligt i centrum av skivan (fig. 12); en 2000 g våg med 0.1 g noggrannhet; 1 liters behållare med lock; mätbehållare för spädvatten.

För-spädningsprocedur (Fig. 7):

1. Om koncentrationen är 1%Cs till 4%Cs, håll vattenvolym A (5 l) i hinken för spädning.
2. Väg provkvantitetens nettovikt (a) med 0.1 g noggrannhet (full provbehållare minus behållarens egen vikt).
3. Häll provkvantiteten i spädhinken samt rengör och torka provbehållaren.
4. Rör noggrant om spädhinkens innehåll med omröraren. Under tiden, skopa upp 5 fulla skopor med massa i samma 1 liters provbehållare.

Om koncentrationen är över 4%Cs, fortsätt som ovan beskrivet, men håll volym B (10 l) vatten i spädningshinken.

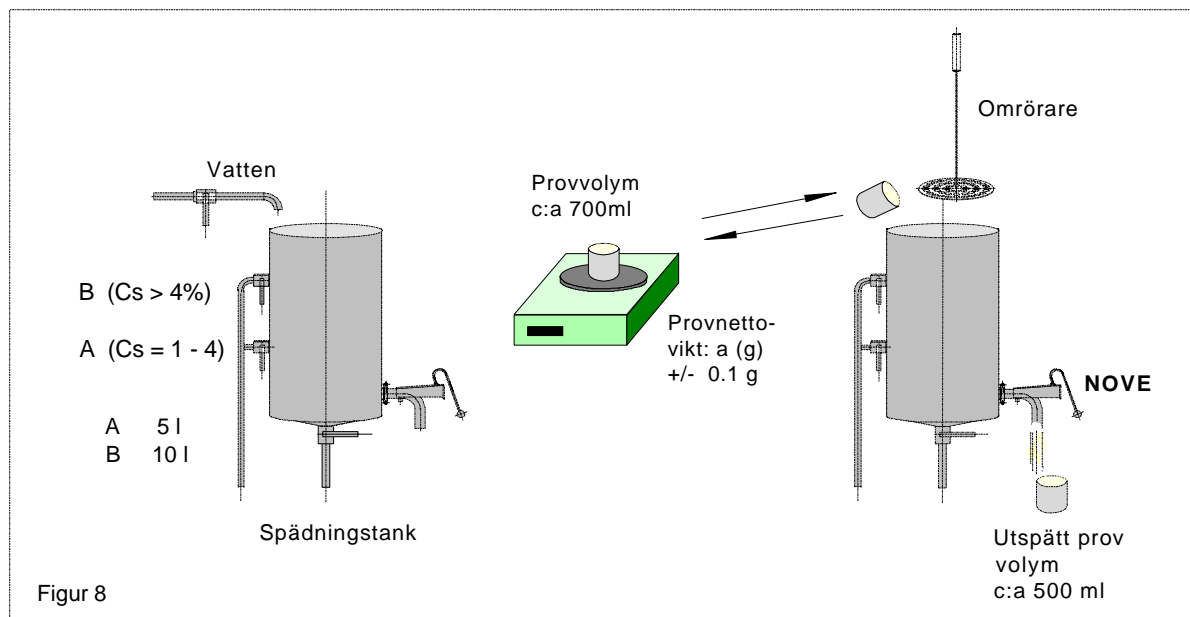


För att mäta spädvattenvolym kan du konstruera en vägg- eller konsol-monterad tank. (Fig. 13), vars exakta volym/massa (1 l = 1000 g) A och B du kan fastställa medelst en precisionsmätbehållare eller genom vägning. Volym A kan repeteras exakt genom att hålla den nedre ventilen fullt öppen, så att överflödigt vatten rinner ut och på så sätt åstadkomma att vattennivån hamnar på exakt samma nivå vid varje fyllning. På samma sätt kan volym B hållas konstant med hjälp av den övre ventilen. Den konstanta vattenvolymen kan tömmas genom att öppna tankens bottenventil. Det finns ingen anledning att installera NOVE i tanken om den endast används för vattenmätning.

Emellertid kan du även använda tanken direkt för spädning, som visas i Fig.8. I detta fall stänger du överflödesventilen då vattenvolymen är konstant och håller i masskvantiteten

för spädning direkt i tanken.

Efter noggrann omrörning, ta ut c:a 500 ml genom NOVE till en provbehållare



## PROVETS BEHANDLING I LABORATORIET

### Filtrering

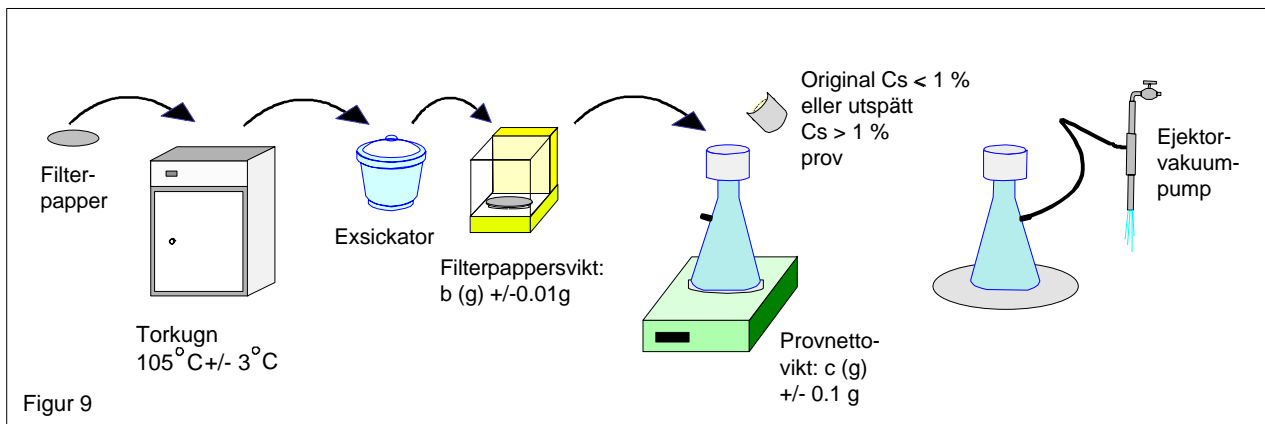
Utrustning och materiel:

- Filterpapper, diameter 110 mm
- Büchnertratt, 110 mm
- Vakuumflaska, 2000 ml
- Tätningar till vakuumflaska
- Vattendriven vakuumpump (ejektor)
- Vakuumslang
- Slangklämmor
- Torkugn
- Exsickator
- Våg, min. 2000 g, precision 0.1 g
- Våg, min. 100 g, precision 0.01 g

Filtreringsprocedur (Fig. 9)

1. Torka filterpapperet i torkugnen vid 105 grad.C, kyl det sedan i exsickatorn innehållande silicagelkristaller. Torktiden måste bestämmas experimentiellt så att papperets vägningsresultat inte ändras även om torkningstiden blir förlängd.
2. Väg filterpapperet anteckna vikten(b) med 0.01g noggrannhet i underkant av papperet.
3. Placera filterpapperet i Büchnertratten med viktmarkeringen nedåt. Vät papperet noga och pressa det mot botten. OBS! Filterpapperet måste placeras så att filtreringen blir så snabb som möjligt.
4. Placera Büchnertratten med vakuumflaskan på vågen, återställ vågen, håll en provkvantitet i tratten, och anteckna nettovikten (c) med 0.1 g noggrannhet.
5. Ta bort flaskan från vågen och anbringa 0.9 till 0.95 bar negativt tryck till flaskan.

6. Då provet har filtrerats, ta bort filterkakan från tratten. Försäkra dig om att inga fibrer finns kvar på trattens kant. Om några fibrer har kommit in i filtrervattnet, sug igenom vattnet igen genom filterkakan. Eventuellt måste du använda ett tätare filterpaper.



## Torkning och vägning

### Utrustning och materiel:

- Snabbtork
- Torkugn
- Exsickator
- Precisionsvåg, min. 100 g, noggrannhet 0.01 g

### Procedur för torkning och vägning (Fig. 10)

a) och e) Torka filterkakan i torkugn vid  $105^{\circ}\text{C} \pm 3^{\circ}\text{C}$ . Torkningstiden måste vara tillräckligt lång, så att viktresultatet ej ändras även om torkningstiden skulle bli förlängd.

b) och f) Kyl den torra filterkakan i exsickatorn. OBS!: Silicagelkristallerna i exsickatorn måste då och då torkas i torkugnen.

c) och g) Fastställ vikten (d) på den torkade filterkakan med 0.01 g noggrannhet.

d) Alternativ 1: Torka kakan i snabbtorken så länge att vikten inte förändras även om torkningstiden skulle bli förlängd.

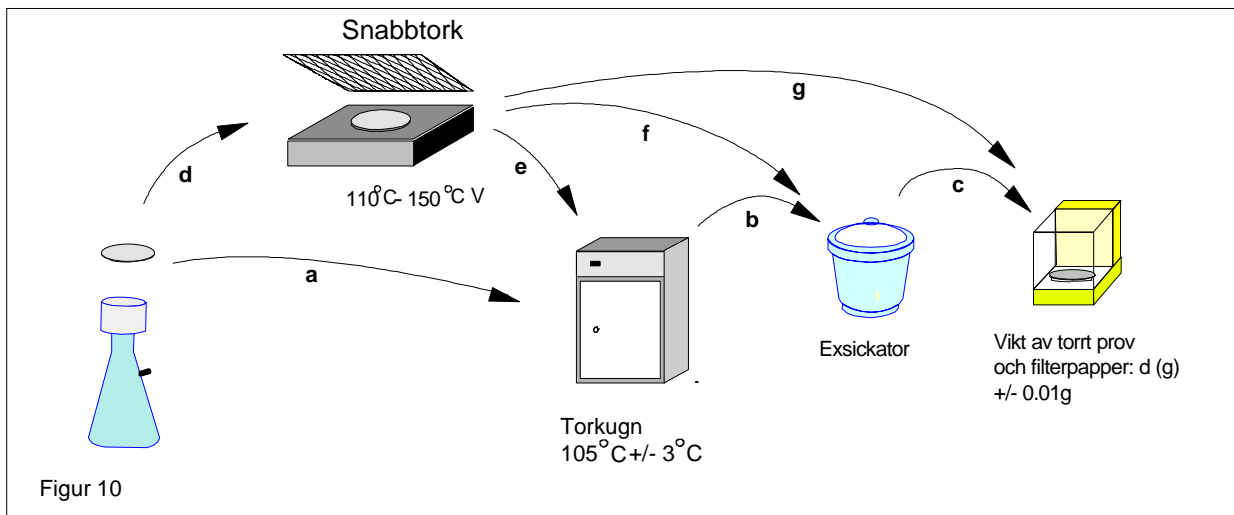
Alternativ 2: För-torka filterkakan i snabbtorken och sluttorka i torkugnen.

Du kan välja olika alternativ för att utföra ovanstående procedur:

Kombination a – b – c medför bäst noggrannhet, men tar längre tid.

Kombination d/2 – e – b – c förkortar arbetstiden avsevärt, och den uppnådda noggrannheten blir tillfredsställande.

Kombination d/1 – g förkortar arbetstiden till ett minimum, och den uppnådda noggrannheten blir någorlunda acceptabel.



## UTRÄKNING AV KONCENTRATIONEN

Kalkyleringsmetoden beror på hur provet späds ut:

1. Koncentration upp till 1%Cs. Provet behövde inte spädas ut:

$$p = \frac{100(d - b)}{c}$$

2. Koncentrationen var 1 - 4%Cs. Utspädning till omkr. 5 liter:

$$p = \frac{A + a}{a} * \frac{100(d - b)}{c}$$

3. Koncentrationen var över 4%Cs. Utspädning till omkr. 10 liter:

$$p = \frac{B + a}{a} * \frac{100(d - b)}{c}$$

a = Vikt i gram, av massamängd före utspädning

b = Vikt i gram, av torrt filterpapper

c = Vikt i gram, av massamängd före filterering

d = Vikt i gram, av torr filtrerad massakaka

A = Massa, i gram (1l = 1000g, A ≈ 5l), av spädvatten

B = Massa, i gram (1l = 1000g, B ≈ 10l), av spädvatten

Beräkna slutligen medelvärdena av varje konc.mätpunkts fastställda resultat.

## TILLFÖRLITLIGHET AV DE FASTSTÄLLDA KONCENTRATIONSRESULTATEN

Som vi nämnde tidigare, har provtagning och analysen av proven flera källor till otillförlitlighet. Att få en riktigt representativ provkvantitet i provbehållaren utgör det största problemet. Ju högre koncentrationen är, desto svårare blir det att anskaffa ett representativt prov.

Massaprovetts representativitet försämras dessutom då provet späds ut. Hur mycket

det försämras beror på den omsorg som visas vid behandling av provet. Vi måste även vara omsorgsfulla vid bestämning av konc.värdet, men varje fel producerat i detta läge är vanligtvis försumbart jämfört med de möjliga fel som görs vid provtagningen. TAPPI - standarden definierar följande uppskattning av precisionen:

Repeterbarhet = 10%

Reproducerbarhet = okänt

Till exempel, 10% repeterbarhet för 3%Cs massa ger: 3%Cs +/- 0.3%Cs!

Enligt vår erfarenhet, då alla etapper är utförda med bästa möjliga utrustning och så noggrant som möjligt, är det möjligt att uppnå 4% repeterbarhet i stabila processförhållanden.

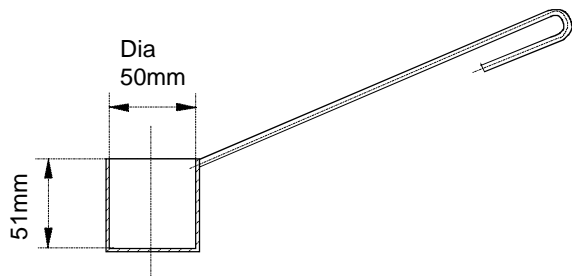
Pålitligheten kan förbättras genom att ta ett tillräckligt antal prov i samma koncentrationsmät punkt. Det är tillrådligt att ta 5 prov vid samma mät punkt, vid kalibrering av en koncentrationstransmitter. På samma sätt tas totalt 10 prover för två-punktskalibreing av en koncentrationstransmitter. I praktiken tas sällan så många prov på grund av att så mycket arbete erfordras för proceduren. Emellertid rekommenderar vi starkt att minst 3 prov tas ut vid varje kalibreringspunkt.

Ett prov per mätställe tas vanligtvis vid normal provtagning för kontrolländamål.

Det finns ingen anledning omkalibrera transmittern omedelbart med anledning av avvikelse vid ett sådant enkelprovs analysresultat och transmitterns visning.

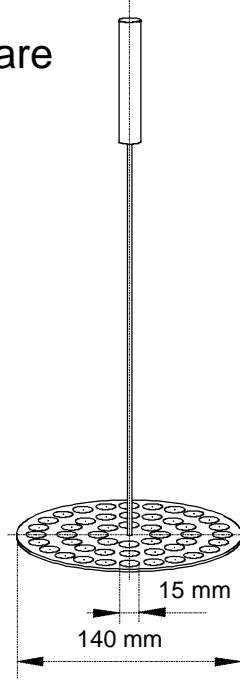
I stället är det tillrådligt att avvakta flera prov innan en eventuell omkalibrering utförs.

## Skopa



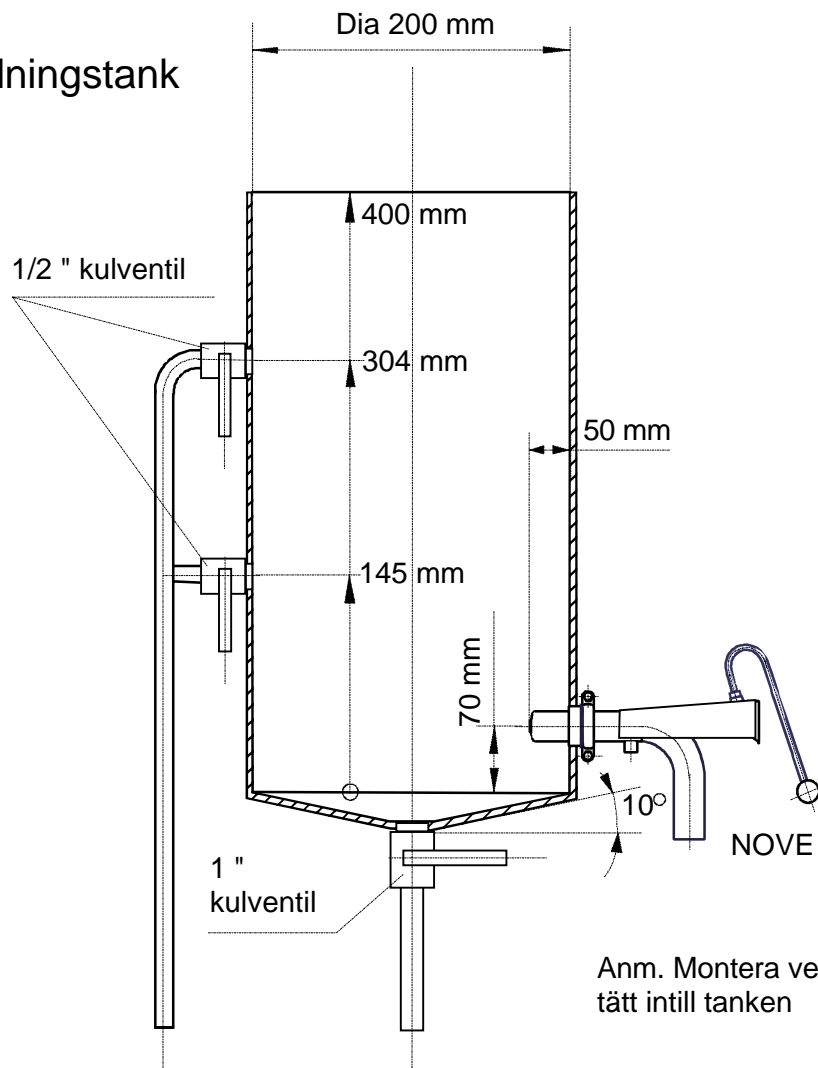
Figur 11

## Omrörare



Figur12

## Spädningstank



Figur 13

Anm. Montera ventilerna tätt intill tanken

Artikeln är författad av Matti Hietaranta  
Metso Automation Inc.  
Översatt och redigerad av  
Satron Instruments AB, Lars Nilson 2003



Box 201, 661 24 SÄFFLE  
Tel. 0533-137 20, Fax 0533-102 69,  
[p&p@satron.se](mailto:p&p@satron.se)