

Pulp – Cara uji panjang serat dengan analisis optik otomatis – Bagian 2: Metode cahaya tidak terpolarisasi

Pulps – Determination of fibre length by automated optical analysis – Part 2: Unpolarized light method

(ISO 16065-2:2014, IDT)

Daftar isi

Daftar isi	i
Prakata	ii
1 Ruang lingkup	1
2 Acuan normatif	1
3 Istilah dan definisi	1
4 Prinsip	3
5 Peralatan dan bahan penolong	3
6 Pengambilan contoh	5
7 Persiapan contoh	5
8 Prosedur	7
9 Perhitungan dan pernyataan hasil	11
10 Laporan hasil uji	13
Lampiran A (informatif) Presisi	15
Bibliografi	19

Prakata

Standar Nasional Indonesia (SNI) ISO 16065-2:2014 dengan judul *Pulp – Cara uji panjang serat dengan analisis optik otomatis – Bagian 2: Metode cahaya tidak terpolarisasi* merupakan adopsi identik dari ISO 16065-2:2014, *Pulps — Determination of fibre length by automated optical analysis — Part 2: Unpolarized light method* dengan metode terjemahan dua bahasa (bilingual), yang ditetapkan oleh BSN pada tahun 2019. Standar ini merevisi SNI ISO 16065-2:2010, *Pulp – Cara uji panjang serat dengan analisis optik otomatis – Bagian 2: Metode cahaya tidak terpolarisasi*. Revisi ini juga dimaksudkan untuk harmonisasi dengan standar internasional yang berlaku.

Standar ini merupakan bagian adopsi dari seri ISO 16065, *Pulps — Determination of fibre length by automated optical analysis*, yang terdiri dari dua bagian, yaitu :

- Bagian 1: Metode cahaya terpolarisasi
- Bagian 2: Metode cahaya tidak terpolarisasi

SNI ini disusun sesuai dengan ketentuan yang diberikan dalam:

- a) Peraturan BSN No. 2 Tahun 2018 tentang Pedoman Adopsi Standar dan Publikasi Internasional menjadi SNI.
- b) Peraturan Kepala BSN No. 4 Tahun 2016 tentang Pedoman Penulisan Standar Nasional Indonesia.
- c) Peraturan BSN No.12 Tahun 2018 tentang Perubahan Atas Peraturan Badan Standardisasi Nasional Nomor 1 Tahun 2018 tentang Pedoman Tata Cara Penomoran Standar Nasional Indonesia.

Pada saat SNI ini dipublikasikan, terdapat standar ISO dalam acuan normatif yang telah diadopsi menjadi Standar Nasional Indonesia (SNI), yaitu:

- a) ISO 638:2008, *Paper, board, and pulps - Determination of dry matter content - Oven-drying method* telah diadopsi secara identik menjadi SNI ISO 638:2014, *Kertas, karton, dan pulp — Cara uji kadar kering - Metode pemanasan dalam oven*
- b) ISO 4119:1995, *Pulps — Determination of stock concentration* telah diadopsi secara identik menjadi SNI ISO 4119:2014, *Pulp — Cara uji konsistensi stok*
- c) ISO 5263-1:2004, *Pulps — Laboratory wet disintegration — Part 1: Disintegration of chemical pulps* telah diadopsi secara identik menjadi SNI ISO 5263-1:2014, *Pulp - Disintegrasi kondisi basah di laboratorium - Bagian 1: Disintegrasi pulp kimia*
- d) ISO 5263-2:2004, *Pulps — Laboratory wet disintegration — Part 2: Disintegration of mechanical pulps at 20 °C* telah diadopsi secara identik menjadi SNI ISO 5263-2:2014, *Pulp — Disintegrasi kondisi basah di laboratorium - Bagian 2: Disintegrasi pulp mekanis pada suhu 20 °C*
- e) ISO 5263-3:2004, *Pulps — Laboratory wet disintegration — Part 3: Disintegration of mechanical pulps at ≥ 85 °C* telah diadopsi secara identik menjadi SNI ISO 5263-3:2014, *Pulp — Disintegrasi kondisi basah di laboratorium - Bagian 3: Disintegrasi pulp mekanis pada suhu ≥ 85 °C*
- f) ISO 7213:1981, *Pulps — Sampling for testing* telah diadopsi secara identik menjadi SNI ISO 7213:2015, *Pulp — Pengambilan contoh untuk pengujian*

Standar ini disusun oleh Komite Teknis, 85–01 Teknologi Kertas dan telah dikonsensuskan di Bogor pada tanggal 19 sampai dengan 21 September 2019 yang dihadiri oleh wakil-wakil dari pemerintah, produsen, konsumen, tenaga ahli, pakar di bidang pulp dan kertas, dan institusi terkait lainnya.

Apabila pengguna menemukan keraguan dalam standar ini maka disarankan untuk melihat standar aslinya, yaitu ISO 16065-2:2014 dan/atau dokumen terkait lain yang menyertainya.

SNI ini telah melalui tahap jajak pendapat pada tanggal 07 Oktober 2019 sampai dengan 05 November 2019 dengan hasil akhir disetujui menjadi SNI.

Perlu diperhatikan bahwa kemungkinan beberapa unsur dari dokumen standar ini dapat berupa hak paten. Badan Standardisasi Nasional tidak bertanggung jawab untuk pengidentifikasian salah satu atau seluruh hak paten yang ada.

Pulp – Cara uji panjang serat dengan analisis optik otomatis – Bagian 2: Metode cahaya tidak terpolarisasi

1 Ruang lingkup

SNI ISO 16065 bagian ini menetapkan cara uji panjang serat dengan analisis optik otomatis menggunakan cahaya tidak terpolarisasi.

Metode ini digunakan untuk semua jenis pulp. Akan tetapi, untuk kepentingan SNI ISO 16065 bagian ini, partikel serat yang lebih pendek dari 0,2 mm tidak dianggap sebagai serat dan oleh karena itu, tidak termasuk ke dalam hasil pengujian metode ini.

CATATAN ISO 16065-1 disepakati sebagai cara uji panjang serat menggunakan cahaya terpolarisasi.

2 Acuan normatif

Dokumen-dokumen berikut, secara keseluruhan atau sebagian, diacu secara normatif dalam dokumen ini dan sangat diperlukan untuk penerapannya. Untuk acuan bertanggal, hanya edisi tersebut yang digunakan. Untuk acuan tidak bertanggal, acuan dengan edisi terakhir yang digunakan (termasuk semua amandemennya).

ISO 638, *Paper, board, and pulps - Determination of dry matter content - Oven-drying method*

ISO 4119, *Pulps — Determination of stock concentration*

ISO 5263-1, *Pulps — Laboratory wet disintegration — Part 1: Disintegration of chemical pulps*

ISO 5263-2, *Pulps — Laboratory wet disintegration — Part 2: Disintegration of mechanical pulps at 20 °C*

ISO 5263-3, *Pulps — Laboratory wet disintegration — Part 3: Disintegration of mechanical pulps at ≥ 85 °C*

ISO 7213, *Pulps — Sampling for testing*

3 Istilah dan definisi

Untuk tujuan penggunaan Standar Nasional ini, istilah dan definisi berikut ini berlaku.

3.1

cahaya tidak terpolarisasi

cahaya yang tersusun dari gelombang cahaya dengan bidang getaran yang terorientasi secara acak

3.2

panjang rata-rata

L

jumlah seluruh panjang serat yang dihitung dibagi dengan jumlah serat

CATATAN Untuk perhitungan: Lihat Formula (3).

Pulps — Determination of fibre length by automated optical analysis — Part 2: Unpolarized light method

1 Scope

This part of SNI ISO 16065 specifies a method for determining fibre length by automated optical analysis, using unpolarized light.

The method is applicable to all kinds of pulp. However, fibrous particles shorter than 0,2 mm are not regarded as fibres for the purposes of this part of SNI ISO 16065 and, therefore, are not included in the results.

NOTE ISO 16065-1 deals with the determination of fibre length using polarized light.

2 Normative references

The following documents, in whole or in part, are normatively referenced in this document and are indispensable for its application. For dated references, only the edition cited applies. For undated references, the latest edition of the referenced document (including any amendments) applies.

ISO 638, *Paper, board and pulps — Determination of dry matter content — Oven-drying method*

ISO 4119, *Pulps — Determination of stock concentration*

ISO 5263-1, *Pulps — Laboratory wet disintegration — Part 1: Disintegration of chemical pulps*

ISO 5263-2, *Pulps — Laboratory wet disintegration — Part 2: Disintegration of mechanical pulps at 20 °C*

ISO 5263-3, *Pulps — Laboratory wet disintegration — Part 3: Disintegration of mechanical pulps at ≥ 85 °C*

ISO 7213, *Pulps — Sampling for testing*

3 Terms and definitions

For the purposes of this National Standard, the following terms and definitions apply.

3.1

unpolarized light

light composed of light waves whose planes of vibration are randomly oriented

3.2

mean length

L

total length of all fibres counted divided by the number of fibres

NOTE See Formula (3).

3.3**panjang rata-rata diboboti panjang** L_l

rata-rata distribusi panjang serat diboboti panjang

CATATAN Untuk perhitungan: Lihat Formula (4).**3.4****panjang rata-rata diboboti berat** L_w

rata-rata distribusi panjang serat diboboti berat

CATATAN Untuk perhitungan: Lihat Formula (5).**4 Prinsip**

Serat yang tersuspensi dalam air dilewatkan melalui sel pengukur dimana panjang serat individu diukur. Suatu sumber cahaya tidak terpolarisasi yang sesuai, digunakan untuk menghasilkan gambar dengan kontras tinggi antara serat dan latar belakangnya. Panjang serat rata-rata numerik dan diboboti serta distribusi panjang serat pulp dihitung.

5 Peralatan dan bahan penolong

Perlengkapan laboratorium yang biasa digunakan sebagai berikut.

5.1 Alat analisis panjang serat, terdiri dari bagian pengukur dan sistem pengangkut contoh.

Bagian pengukur terdiri dari sel pengukur yang dilewati serat dalam air. Pada salah satu sisi sel pengukur terdapat sumber cahaya tidak terpolarisasi yang seragam dan pada sisi yang sama atau berlawanan dari sel pengukur terdapat detektor yang sensitif [sebagai contoh, kamera dengan sensor CCD (*charge coupled device*)]. Aliran air mengarahkan serat dengan kedalaman fokus tidak lebih tebal dari 0,5 mm tegak lurus terhadap aliran contoh. Aliran contoh dapat dihentikan pada saat kamera CCD menangkap gambar. Detektor menunjukkan panjang serat dari gambar serat. Alat analisis harus mempunyai resolusi setara atau lebih baik dari 100 μm pada rentang antara 0 mm hingga 7 mm dan ketelitiannya minimal 0,01 mm.

5.1.1 Sistem pengukur, dibuat sedemikian rupa sehingga gelembung udara dan partikel bukan serat yang lebih besar dari 0,2 mm tidak berpengaruh pada hasil pengukuran.

5.2 Disintegrator, seperti yang dijelaskan dalam ISO 5263-1, ISO 5263-2 atau ISO 5263-3.

5.3 Serat verifikasi, dibuat dari rayon dengan panjang yang disarankan sekitar 0,5 mm, 3,0 mm dan 7,0 mm, dengan ketelitian 0,01 mm.

Serat harus disiapkan oleh produsen alat analisis bersama dengan data statistik yang memperlihatkan panjang rata-rata dan distribusi panjang dari setiap tipe serat verifikasi.

3.3

length-weighted mean length

L_l

average of the length-weighted fibre-length distribution

NOTE See Formula (4).

3.4

mass-weighted fibre length

L_w

average of the mass-weighted fibre-length distribution

NOTE See Formula (5).

4 Principle

Fibres suspended in water are routed through a measuring cell, where the lengths of individual fibres are measured. A suitable unpolarized light source is used to create the high-contrast image between fibres and the background. The numerical and weighted average fibre lengths and fibre-length distributions of pulp are calculated.

5 Apparatus and auxiliary materials

Ordinary laboratory equipment and the following are required.

5.1 Fibre-length analyser, consisting of a measurement section and a sample transport system.

The measurement section consists of a measuring cell, through which fibres in water are drawn. There is a uniform unpolarized light source on one side of the cell and a sensitive detector [for example, a charge coupled device (CCD) camera] on the same or on the opposite side of the measuring cell. The flow orientates the fibres into a focal depth no thicker than 0,5 mm normal to the sample flow. The sample flow may be stopped when the CCD camera takes a picture. The detector indicates the fibre length from the image of the fibre. The analyser shall have a resolution equal to or better than 100 μm over the range 0 mm to 7 mm, and an accuracy of at least 0,01 mm.

5.1.1 Measuring system, constructed so that air bubbles and non-fibrous particles greater than 0,2 mm do not have any effect on the results.

5.2 Disintegrator, as described in ISO 5263-1, ISO 5263-2 or ISO 5263-3.

5.3 Verification fibres, made of rayon with suggested lengths of about 0,5 mm, 3,0 mm and 7,0 mm, with an accuracy of 0,01 mm.

The fibres shall be provided by the producer of the analyser, together with statistical data showing the mean length and the length distribution of each type of verification fibre.

5.4 Pulp acuan¹⁾, pulp acuan komersial tersedia. Kuantitas pulp yang panjang serat diboboti panjang telah ditentukan sebelumnya menggunakan SNI ISO 16065 bagian ini.

CATATAN Pulp acuan *in-house* bisa digunakan juga.

5.5 Air pengencer, bebas dari bahan non-serat dan gelembung udara lebih besar dari 5 µm, dan mempunyai residu penguapan kurang dari 50 mg/L.

Partikel non-serat dapat dihilangkan dari air dengan cara penyaringan (ukuran pori 5 µm) dan gelembung udara dapat dihilangkan dengan cara pemanasan, vakum dan/atau didiamkan.

6 Pengambilan contoh

Jika pengujian ditujukan untuk mengevaluasi induk contoh pulp, contoh harus dipilih berdasarkan ISO 7213. Jika pengujian ditujukan untuk tipe contoh lainnya, laporkan sumber contoh dan apabila memungkinkan, sertakan prosedur pengambilan contoh yang digunakan.

Dari contoh yang diterima, pilih bahan uji sehingga dapat mewakili contoh keseluruhan.

7 Persiapan contoh

7.1 Disintegrasi

Jika contoh dalam keadaan kering, tentukan kadar kering bahan sesuai dengan ISO 638. Jika contoh dalam bentuk buburan, tentukan konsentrasi stok sesuai dengan ISO 4119.

CATATAN Untuk mengukur buburan pulp yang belum dikeringkan lebih baik tanpa disintegrasi, karena disintegrasi berlebihan dapat menghasilkan *finer* dan mengurangi panjang serat pada beberapa pulp.

7.1.1 Contoh pulp kering

Jika contoh dalam keadaan kering, sobek bahan uji menjadi potongan kecil sebelum perendaman. Sobek potongan secara merata sepanjang sisi tebal lembaran pulp. Melalui pemeriksaan secara visual, pastikan bahwa serat sudah terpisah dengan baik. Jangan memotong contoh, karena akan menyebabkan serat menjadi pendek. Rendam bahan uji sesuai dengan bagian ISO 5263 yang relevan.

Disintegrasi bahan uji, jika diperlukan (lihat catatan 7.1), gunakan peralatan yang dijelaskan bagian ISO 5263 yang relevan. Jika digunakan disintegrator yang dijelaskan dalam ISO 5263, waktu perendaman, berat kering pulp, jumlah air yang digunakan dalam proses disintegrasi dan jumlah putaran ditetapkan pada bagian ISO 5263 yang relevan. Gunakan air pengencer (5.5). Untuk menghilangkan *latency* dari pulp mekanis, ikuti rekomendasi yang diberikan dalam ISO 5263-3.

¹⁾ Pulp acuan tersedia, sebagai contoh, dari pemasok alat atau dari National Institute of Science & Technology, Gaithersburg, MD, USA (NIST). Pulp acuan diberikan dalam bentuk lembaran. Informasi ini diberikan untuk kenyamanan pengguna dokumen ini dan tidak ada pengakuan rekomendasi produk ini oleh ISO.

5.4 Reference pulp¹⁾, a commercial reference pulp is available. A quantity of pulp for which the length-weighted fibre length has previously been determined using this part of SNI ISO 16065.

NOTE In-house reference pulp may also be used.

5.5 Dilution water, free of non-fibrous material and air bubbles greater than 5 µm, and having an evaporation residue less than 50 mg/L.

Non-fibrous particles can be removed from the water by filtering (pore size 5 µm) and the air bubbles can be removed by the application of heat, vacuum and/or a settling time.

6 Sampling

If the test is being made to evaluate a pulp lot, the sample shall be selected in accordance with ISO 7213. If the test is made on another type of sample, report the source of the sample and, if possible, the sampling procedure used.

From the sample received, select specimens so that they are representative of the whole sample.

7 Preparation of sample

7.1 Disintegration

If the sample is in dried form, determine the dry matter content in accordance with ISO 638. If the sample is in slush form, determine the stock concentration, in accordance with ISO 4119.

NOTE It is preferable to measure never-dried pulps without disintegration, because excessive disintegration can generate fines and reduce the fibre length in some pulps.

7.1.1 Dry pulp samples

If the sample is in the dried form, tear the specimens into pieces before soaking. Tear the pieces evenly throughout the thickness of the pulp sheet. By visual assessment, ensure that the fibres are properly separated. Do not cut the sample, as this will cause fibre shortening. Soak the specimen, according to the relevant part of ISO 5263.

Disintegrate the specimens, if required (see the note in 7.1), using the apparatus described in the relevant part of ISO 5263. If the disintegrator described in ISO 5263 is used, the soaking time, the oven-dry mass of the pulp, the amount of water to be used in the disintegration, and the number of revolutions are specified in the relevant part of ISO 5263. Use the dilution water (5.5). For the removal of latency from the mechanical pulps, follow the recommendations given in ISO 5263-3.

¹⁾ Reference pulp is available, for example, from the device supplier or the National Institute of Science & Technology, Gaithersburg, MD, USA (NIST). The reference pulp is provided in sheet form. This information is given for the convenience of users of this document and does not constitute an endorsement by ISO of this product.

Untuk pulp yang mengandung bundelan serat [misal pulp termo-mekanis (*thermo-mechanical pulp*/TMP) dengan CSF tinggi] dan pulp kimiatermo-mekanis (*chemithermo-mechanical pulp*/CTMP), kemungkinan sulit untuk mengukur panjang serat, karena bundelan serat menyumbat sel aliran. Jika terjadi penyumbatan, maka penyaringan direkomendasikan untuk menghilangkan bundelan serat. Penyaringan mungkin dapat membiaskan hasil uji karena akan menghilangkan bundelan serat, yang terutama mengandung serat yang lebih panjang. Setelah penyaringan, yakinkan bahwa serat telah terpisah dan terdispersi secara sempurna.

PERHATIAN – Serat yang sangat panjang (misal *hemp*, *cotton*, *flax*) memerlukan teknik persiapan contoh khusus jika serat tersebut begitu panjang sehingga bagian serat-serat di luar batas pengukuran atau jika serat-serat tersebut menyebabkan penyumbatan sel pengarah serat.

7.1.2 Contoh pulp basah

Encerkkan hingga konsistensi yang dipersyaratkan, untuk pengukuran yang akurat mengikuti instruksi 7.2.

Contoh pulp basah dapat mengandung bundelan serat dan jika terjadi penyumbatan ikuti instruksi yang diberikan pada 7.1.1.

7.2 Pengenceran stok

Aduk dan ambil suspensi encer dari bahan uji yang telah terdispersi secara merata dari 7.1. Encerkkan melalui serangkaian pengenceran sampai konsentrasi yang direkomendasikan oleh pabrik pembuat alat, atau sampai konsentrasi yang ditentukan melalui pengujian diluar rentang konsentrasi. Pada saat mengambil contoh, suspensi encer harus diaduk secara kontinu. Jangan mengaduk dengan gerakan berputar karena pengenceran contoh tidak akan homogen.

CATATAN Ciduk dan tuangkan contoh secara berulang-ulang hingga diperoleh pengadukan yang diinginkan.

Fraksi massa yang disarankan untuk digunakan dalam metode ini adalah 0,010 % hingga 0,025 % untuk pulp kayu jarum, dan 0,004 % hingga 0,010 % untuk pulp kayu daun. Stok campuran harus diperlakukan sebagai pulp kayu daun. Untuk diperoleh pengukuran yang akurat, suspensi harus diencerkan menggunakan air pengencer (5.5).

8 Prosedur

8.1 Prosedur pengukuran

Suspensi harus diaduk secara kontinu untuk menjamin pengadukan yang sempurna. Ambil minimal 50 ml bagian uji dari contoh encer yang diaduk secara kontinu. Lakukan pengujian menurut instruksi dari pabrik pembuat alat. Jumlah minimum serat yang akan diukur harus sedemikian, hingga panjang rata-ratanya mencapai variansi yang stabil yaitu 0,01 mm (misal dengan pengukuran lebih banyak serat tidak mengubah nilai panjang rata-rata serat lebih dari 0,01 mm). Jika peralatan tidak memberikan nilai panjang serat secara kontinu selama pengujian, minimal 5.000 serat harus diukur.

For the pulps containing the fibre bundles [e.g. Canadian high-freeness thermo-mechanical pulp (TMP) and chemithermo-mechanical pulp (CTMP)], it can be difficult to measure the fibre length, since the fibre bundles can plug the flow cell. If plugging occurs, then screening is recommended to remove the fibre bundles. Screening can bias the results since it removes the fibre bundles, which preferentially contain the longer fibres. After screening, ensure that the fibres are completely separated and fully dispersed.

WARNING — Very long fibres (e.g. hemp, cotton, flax) can require some special sample preparation techniques, if they are so long that part of the fibres are outside the measuring window, or if they cause blocking of the fibre-orientating cell.

7.1.2 Wet pulp samples

Dilute to the consistency required for accurate measurements, following the instructions in 7.2.

Wet pulp samples can contain the fibre bundles, and if plugging occurs, follow the instructions given in 7.1.1.

7.2 Stock dilution

Stir and take an aliquot from the uniformly dispersed specimen from 7.1. Dilute by serial dilution, to the concentration recommended by the instrument's manufacturer, or to that determined by tests over the concentration range. When taking the sample, the diluted suspension shall be agitated continuously. Do not stir with a rotary movement because the sample dilution will not be homogenous.

NOTE Pouring the test sample back and forth will achieve the desired agitation.

The recommended mass fraction to be used in this method is 0,010 % to 0,025 % for softwood pulp, and 0,004 % to 0,010 % for hardwood pulp. Mixed stocks should be treated as hardwood pulps. In order to get accurate measurements, the suspension shall be diluted using dilution water (5.5).

8 Procedure

8.1 Measurement procedure

The suspension shall be agitated continuously to ensure complete mixing. Take at least a 50-ml test portion from the continuously agitated dilute sample. Carry out the test according to the instructions of the instrument manufacturer. The minimum number of fibres to measure shall be that at which the mean length reaches a steady-state variance of 0,01 mm (i.e. measuring more fibres does not change the mean-length value by more than 0,01 mm). If the apparatus does not continuously provide fibre-length values during a test, a minimum of 5.000 fibres shall be measured.

8.2 Prosedur verifikasi menggunakan serat verifikasi

8.2.1 Umum

Periksa kinerja alat secara teratur dan selalu setelah pembersihan. Prosedur verifikasi harus memasukkan pemeriksaan kalibrasi setiap minggu dan pemeriksaan kinerja setiap bulan. Jika alat analisis digunakan sewaktu-waktu, periksa kalibrasi sebelum setiap penggunaan.

8.2.2 Pemeriksaan kalibrasi dengan serat verifikasi

Lakukan pemeriksaan kalibrasi menggunakan serat verifikasi (5.3).

Pada saat pemeriksaan, catat data minimal 5.000 serat atau sampai tingkat koefisien variasi (*Coefficient of Variation/CV*) 1 % pada nilai panjang rata-rata tercapai. Siapkan porsi baru serat kalibrasi untuk setiap pemeriksaan.

Gunakan hanya serat verifikasi yang telah terdispersi pada hari yang sama dengan pemeriksaan kalibrasi, karena serat-serat rayon cenderung menggumpal.

Aduk suspensi serat ketika pengambilan suspensi encer dari suspensinya. Pastikan bahwa serat-serat tidak membentuk gumpalan. Apabila hal tersebut terjadi, pemeriksaan kalibrasi tidak dapat dilakukan.

Sangat penting untuk mengaduk suspensi pulp secara kontinu, untuk mencegah terjadinya pengendapan serat.

Bandingkan data panjang serat yang diperoleh dengan data serat verifikasi yang disediakan oleh pabrik pembuat alat. Jika hasil pemeriksaan kalibrasi terletak diluar batas toleransi yang diberikan, bersihkan sistem dan lakukan kalibrasi ulang. Jika data yang baru masih terletak diluar batas toleransi ikuti rekomendasi yang diberikan oleh pabrik pembuat alat analisis.

8.2.3 Pemeriksaan kinerja menggunakan pulp acuan

Pemeriksaan kalibrasi tidak cukup untuk memberikan gambaran yang sebenarnya dari fungsi alat analisis. Periksa kinerja alat analisis setiap bulan menggunakan serat-serat dari pulp acuan (5.4).

Siapkan dan analisis contoh pulp acuan mengikuti prosedur yang dijelaskan dalam SNI ISO 16065 bagian ini. Bandingkan data yang diperoleh dengan spesifikasi yang diberikan oleh pemasok pulp acuan, atau dengan pemeriksaan kinerja sebelumnya jika digunakan pulp acuan *in-house*. Batas toleransi untuk panjang serat diboboti panjang pulp kimia adalah $\pm 1,5$ %.

Jika pemeriksaan data berada di luar batas toleransi yang diberikan, bersihkan alat analisis dan lakukan pemeriksaan ulang. Jika data masih di luar toleransi yang diberikan, hubungi pabrik pembuat alat analisis untuk dilakukan perbaikan.

Pastikan bahwa bahan acuan tersedia untuk pemeriksaan kinerja selanjutnya. Jika tidak, pilih bahan yang sesuai untuk digunakan sebagai pulp acuan dan tentukan panjang serat diboboti panjang menggunakan SNI ISO 16065 bagian ini sebagai dasar untuk pembandingan berikutnya.

8.2 Verification procedure using verification fibres

8.2.1 General

Check the performance of the analyser regularly and always after cleaning. A verification procedure shall include a calibration check every week and a performance check every month. If the analyser is used infrequently, check the calibration prior to each use.

8.2.2 Calibration check with verification fibres

Run a calibration check using the verification fibres (5.3).

In the check, record data for at least 5.000 fibres or until a 1 % coefficient of variation (CV) level on the mean-length value is achieved. Prepare a new portion of calibration fibres for each check.

Use only verification fibres that have been dispersed on the same day as the calibration check is made, since rayon fibres tend to flocculate.

Stir the fibre suspension, when taking an aliquot from the suspension. Ensure that the fibres do not form flocks. If they do, the calibration check cannot be carried out.

It is very important that the pulp suspension is continuously agitated, to prevent fibres from settling.

Compare the fibre-length data obtained with the data provided for the verification fibres by the manufacturer. If the results of the calibration check lie outside the tolerance limits given, clean the system and run a new calibration check. If the new data still lie outside the tolerance limits, follow the recommendations given by the manufacturer of the analyser.

8.2.3 Performance check using reference pulp

The calibration check is not sufficient to give a true picture of the functioning of the analyser. Check the performance of the analyser every month using fibres from a reference pulp (5.4).

Prepare and analyse the reference-pulp sample following the procedure described in this part of SNI ISO 16065. Compare the data achieved with the specifications of the supplier of the reference pulp, or with the previous performance checks if an in-house reference pulp is used. The tolerance limit for a length-weighted fibre length of chemical pulps is $\pm 1,5$ %.

If the check data lie outside the tolerances given, clean the analyser and run a new check. If the data are still outside the tolerances given, contact the manufacturer of the analyser for service.

Ensure that reference material is available for future performance checks. If not, select a suitable material for use as a reference pulp and determine its length-weighted fibre length, using this part of SNI ISO 16065 to provide a basis for future comparisons.

9 Perhitungan dan pernyataan hasil

9.1 Metode perhitungan

Jumlah serat (n_i) dalam setiap kelas panjang (l_i) dihitung.

Untuk tiap kelas, persen frekuensi, f_i , dihitung menggunakan Formula (1):

$$f_i = \frac{n_i}{\sum n_i} \times 100 \quad (1)$$

Dan persen frekuensi diboboti panjang, f'_i , dihitung menggunakan Formula (2):

$$f'_i = \frac{n_i l_i}{\sum n_i l_i} \times 100 \quad (2)$$

keterangan

- n_i adalah jumlah serat dalam kelas ke- i ;
 l_i adalah nilai tengah panjang kelas ke- i , dalam milimeter;
 $\sum n_i$ adalah jumlah serat total dalam seluruh kelas;
 $\sum n_i l_i$ adalah jumlah hasil, $n_i \times l_i$ untuk seluruh kelas.

9.2 Karakteristik nilai distribusi

9.2.1 Panjang

Formula (3), (4) dan (5) digunakan untuk menghitung jumlah yang dipersyaratkan dan panjang serat rata-rata (jumlah lain mungkin dihitung untuk tujuan tertentu).

a. Panjang serat rata-rata:

$$L = \frac{\sum n_i l_i}{\sum n_i} \quad (3)$$

CATATAN 1 Panjang serat rata-rata numerik tidak selalu merupakan indikator yang paling berarti dari panjang serat, karena pengaruh serat pendek diutamakan. Formula yang lebih baik adalah panjang serat rata-rata diboboti panjang.

b. Panjang serat rata-rata diboboti panjang (L_l):

$$L_l = \frac{\sum n_i l_i^2}{\sum n_i l_i} \quad (4)$$

c. Panjang serat rata-rata diboboti berat (L_w):

$$L_w = \frac{\sum n_i l_i^3}{\sum n_i l_i^2} \quad (5)$$

9 Calculation and expression of results

9.1 Method of calculation

The number of fibres (n_i) in each class of length (l_i) is counted.

For each class, the percentage frequency by number, f_i , is calculated using Formula (1)

$$f_i = \frac{n_i}{\sum n_i} \times 100 \quad (1)$$

and the percentage length-weighted frequency, f'_i is calculated using Formula (2)

$$f'_i = \frac{n_i l_i}{\sum n_i l_i} \times 100 \quad (2)$$

where

- n_i is the number of fibres in the i th class;
- l_i is the central length of the i th class, in millimetres;
- $\sum n_i$ is the total number of fibres in all classes;
- $\sum n_i l_i$ is the sum of the products, $n_i \times l_i$ for all classes.

9.2 Characteristic distribution values

9.2.1 Lengths

Formula (3), (4), and (5) are used for calculating the required quantities and the mean fibre length (other quantities may also be calculated for particular purposes).

a) the mean length of the fibres:

$$L = \frac{\sum n_i l_i}{\sum n_i} \quad (3)$$

NOTE 1 The numerical mean fibre length is not always the most meaningful indicator of the fibre length, because the effect of short fibres is emphasized. A better formula is often the length-weighted mean fibre length.

b) the length-weighted mean length of the fibres (L_l):

$$L_l = \frac{\sum n_i l_i^2}{\sum n_i l_i} \quad (4)$$

c) the length-length-weighted mean length of the fibres (L_w):

$$L_w = \frac{\sum n_i l_i^3}{\sum n_i l_i^2} \quad (5)$$

CATATAN 2 Pada interpretasi panjang rata-rata diboboti panjang, diasumsikan bahwa seluruh serat mempunyai kekasaran serat yang identik. Pada interpretasi panjang rata-rata diboboti berat, diasumsikan bahwa kekasaran serat proporsional terhadap panjang. Proporsionalitas ini tidak berlaku untuk pulp mekanis dan pulp campuran.

9.2.2 Koefisien variasi

Hitung koefisien variasi (%) dari distribusi frekuensi menggunakan Formula (6):

$$CV = \frac{s}{L} \times 100 \quad (6)$$

dimana simpangan baku s , dalam milimeter, diberikan oleh Formula (7):

$$s = \left(\frac{\sum (l_i - L)^2 n_i}{\sum n_i} \right)^{1/2} \quad (7)$$

Sedangkan jika nilai L dan L_i dihitung, koefisien variasi (%) dapat dihitung menggunakan Formula (8):

$$CV = 100 \left(\frac{L_i}{L} - 1 \right)^{1/2} \quad (8)$$

9.2.3 Pernyataan distribusi frekuensi

Jika diperlukan grafik distribusi panjang, nyatakan

- dengan diagram frekuensi yang menggambarkan jumlah dan/atau persen serat-serat dalam setiap interval panjang yang digunakan, dinyatakan sebagai fungsi panjang, dan/atau
- dengan diagram frekuensi kumulatif yang menunjukkan persen sebagai fungsi serat yang lebih besar daripada panjang yang diberikan, dinyatakan sebagai fungsi panjang.

10 Laporan hasil uji

Laporan hasil uji harus mencakup informasi berikut:

- a) acuan ke SNI ISO 16065 bagian ini (yaitu SNI ISO 16065-2);
- b) tanggal dan tempat pengujian;
- c) seluruh informasi untuk mengidentifikasi contoh secara lengkap;
- d) tipe instrumen yang digunakan;
- e) contoh atau bahan uji disaring untuk menghilangkan bundelan serat atau tidak disaring;
- f) jumlah serat total yang diuji;
- g) panjang serat rata-rata diboboti panjang dan panjang serat rata-rata diboboti berat, jika diperlukan, panjang rata-rata numerik;
- h) diagram frekuensi dan diagram frekuensi kumulatif, grafik distribusi jika diperlukan;
- i) kelas interval yang digunakan, jika diperlukan;
- j) jumlah serat setiap kelas, jika diperlukan;
- k) perlakuan lainnya yang tidak ditetapkan SNI ISO 16065 bagian ini, atau dalam Standar Nasional sebagai acuan, atau dianggap sebagai pilihan, yang mungkin dapat memengaruhi hasil pengujian.

NOTE 2 In the interpretation of the length-weighted mean length, it is assumed that all fibres have identical coarseness. In the interpretation of the mass-weighted mean length, it is assumed that fibre coarseness is proportional to the length. This proportionality does not hold for mechanical pulps and pulp mixtures.

9.2.2 Coefficient of variation

Calculate the coefficient of variation (%) from the frequency distribution using Formula (6):

$$CV = \frac{s}{L} \times 100 \quad (6)$$

where the standard deviation s , in millimetres, is given by Formula (7):

$$s = \left(\frac{\sum (l_i - L)^2 n_i}{\sum n_i} \right)^{1/2} \quad (7)$$

However, if the values L and L_l are calculated, the coefficient of variation (%) can be calculated using Formula (8):

$$CV = 100 \left(\frac{L_l}{L} - 1 \right)^{1/2} \quad (8)$$

9.2.3 Expression of the frequency distribution

If a length-distribution graph is required, express it

- by frequency diagram representing the number and/or the percentage of the fibres in each length interval employed, expressed as a function of the length, and/or
- by a cumulative frequency diagram indicating the percentage as a function of fibres greater than a given length, expressed as a function of the length.

10 Test report

The test report shall give the following information:

- a) a reference to this part of SNI ISO 16065 (i.e. SNI ISO 16065-2);
- b) the date and place of testing;
- c) all information for complete identification of the sample;
- d) the type of instrument used;
- e) whether the sample, or specimen, was screened to remove fibre bundles;
- f) the total number of fibres tested;
- g) the length-weighted mean length and mass-weighted mean length of the fibres, and, if required, the numerical mean length;
- h) the frequency diagram and the cumulative frequency diagram, if a distribution graph is required;
- i) the class intervals used, if required;
- j) the number of fibres in each class, if required;
- k) any operations not specified in this part of SNI ISO 16065, or in the National Standards to which reference is made, or regarded as optional, which might have affected the results.

Lampiran A (informatif)

Presisi

A.1 Umum

Data presisi berdasarkan lima contoh pulp [dua kayugarum, satu kayudaun, satu TMP (*Thermomechanical Pulp*), dan satu kayuasah bertekanan (*pressurized groundwood/PGW*)] yang diuji oleh empat laboratorium yang berbeda, sesuai dengan SNI ISO 16065 bagian ini. Empat tipe peralatan komersial digunakan, yaitu Pulp Expert²⁾, Morfi²⁾, FibreLab²⁾, dan Fibre Master²⁾. Setiap laboratorium menggunakan tipe peralatan yang berbeda.

Perhitungan telah dilakukan sesuai dengan ISO/TR 24498.

Batas *repeatability* dan *reproducibility* yang dilaporkan adalah estimasi perbedaan maksimum yang harus diperkirakan dalam 19 dari 20 kejadian, ketika membandingkan dua hasil pengujian untuk bahan yang sejenis dengan yang dijelaskan dalam kondisi pengujian yang sejenis. Estimasi ini mungkin tidak berlaku untuk bahan yang berbeda atau kondisi pengujian yang berbeda.

CATATAN Batas *repeatability* dan *reproducibility* dihitung dengan mengalikan simpangan baku *repeatability* dan *reproducibility* dengan 2,77, dimana $2,77 = 1,96 \sqrt{2}$.

Data *pooled repeatability* dan *pooled reproducibility*, disajikan pada Tabel A.1 dan Tabel A.2, secara berurutan.

²⁾ Pulp Expert, Morfi, FibreLab, dan Fiber Master adalah contoh produk yang sesuai, mungkin masih tersedia secara komersial. Informasi ini diberikan untuk kenyamanan pengguna dokumen ini dan bukan merupakan persetujuan ISO dari produk-produk ini.

Annex A (informative)

Precision

A.1 General

The precision data are based on five pulp samples [two softwoods, one hardwood, one TMP, and one pressurized groundwood (PGW)] tested by four different laboratories, according to this part of SNI ISO 16065. Four types of commercial apparatus were used, namely, Pulp Expert²⁾, Morfi²⁾, FibreLab²⁾, and Fibre Master²⁾. Each laboratory used a different type of apparatus.

The calculations have been made according to ISO/TR 24498.

The repeatability and reproducibility limits reported are estimates of the maximum difference which should be expected in 19 of 20 instances, when comparing two test results for material similar to those described under similar test conditions. These estimates could not be valid for different materials or different test conditions.

NOTE Repeatability and reproducibility limits are calculated by multiplying the repeatability and reproducibility standard deviations by 2,77, where $2,77 = 1,96 \sqrt{2}$.

The pooled repeatability and reproducibility data are presented in Tables A.1 and A.2, respectively.

²⁾ Pulp Expert, Morfi, FibreLab, and Fibre Master are examples of suitable products that may still be available commercially. This information is given for the convenience of users of this document and does not constitute an endorsement by ISO of these products.

A.2 Repeatability

Tabel A.1 — Estimasi *repeatability* metode uji

Contoh	Jumlah laboratorium	Panjang rata-rata diboboti panjang mm	Simpangan baku s_r mm	Koefisien variasi $C_{V,r}$ %	Batas <i>repeatability</i> r mm
Pulp kayujarum, tidak digiling	4	2,07	0,027	1,3	0,08
Pulp kayujarum, digiling	4	2,10	0,090	4,3	0,25
Pulp kayudaun, tidak digiling	4	0,75	0,053	7,1	0,15
Pulp termomekanis (TMP) (CSF = 134)	4	1,60	0,037	2,3	0,11
Pulp kayuasah bertekanan (PGW) (CSF = 65)	4	0,88	0,040	4,6	0,11
CATATAN Canadian Standard Freeness.					

A.3 Reproducibility

Tabel A.2 — Estimasi *reproducibility* metode uji

Contoh	Jumlah laboratorium	Panjang rata-rata diboboti panjang mm	Simpangan baku s_R mm	Koefisien variasi C_{VR} %	Batas <i>reproducibility</i> R mm
Pulp kayujarum, tidak digiling	4	2,07	0,11	5,2	0,30
Pulp kayujarum, digiling	4	2,10	0,11	5,3	0,30
Pulp kayudaun, tidak digiling	4	0,75	0,061	8,2	0,17
Pulp termomekanis (TMP) (CSF = 134)	4	1,60	0,27	16,7	0,75
Pulp kayuasah bertekanan (PGW) (CSF = 65)	4	0,88	0,17	19,7	0,47
CATATAN Canadian Standard Freeness.					

A.4 Perbandingan hasil antara instrumen menggunakan cahaya yang tidak terpolarisasi dan terpolarisasi dan dengan mikroskop

Contoh yang sama seperti yang disebutkan di atas juga dianalisis dengan instrumen menggunakan cahaya terpolarisasi dan dengan mikroskop. Korelasi dengan hasil cahaya terpolarisasi dan mikroskop masing-masing adalah 97,9 % dan 96,9 %.

A.2 Repeatability

Table A.1 — Estimation of the repeatability of the test method

Sample	Number of laboratories	Length-weighted mean fibre length mm	Standard deviation s_r mm	Coefficient of variation $C_{V,r}$ %	Repeatability limit r mm
Softwood, unrefined	4	2,07	0,027	1,3	0,08
Softwood, refined	4	2,10	0,090	4,3	0,25
Hardwood, unrefined	4	0,75	0,053	7,1	0,15
Thermo-mechanical pulp (TMP) (CSF = 134)	4	1,60	0,037	2,3	0,11
Pressurized groundwood (PGW) pulp (CSF = 65)	4	0,88	0,040	4,6	0,11
NOTE Canadian Standard Freeness.					

A.3 Reproducibility

Table A.2 — Estimation of the reproducibility of the test method

Sample	Number of laboratories	Length-weighted mean fibre length mm	Standard deviation s_R mm	Coefficient of variation C_{VR} %	Reproducibility limit R mm
Softwood, unrefined	4	2,07	0,11	5,2	0,30
Softwood, refined	4	2,10	0,11	5,3	0,30
Hardwood, unrefined	4	0,75	0,061	8,2	0,17
Thermo-mechanical pulp (TMP) (CSF = 134)	4	1,60	0,27	16,7	0,75
Pressurized groundwood (PGW) pulp (CSF = 65)	4	0,88	0,17	19,7	0,47
NOTE Canadian Standard Freeness.					

A.4 Comparison of results between instruments using unpolarized and polarized light and by microscopy

The same samples as mentioned above were also analysed with instruments using polarized light and by microscopy. The correlation with the polarized light and microscopy results were 97,9 % and 96,9 %, respectively.

Bibliografi

- [1] CLARK, J. D'A. *Pulp Technology and Treatment for Paper*, Second Edition. 1985. Miller Freeman Publications Inc., San Francisco, Chapter 17
- [2] ILVESSALO-PFÄFFLI, M-S., ALFTHAN, G. *The measurement of Fibre Length With a Semi-Automatic Recorder*. *Paperi ja Puu*, 39:11, (1957), pp. 509 to 516
- [3] OLSON, J.A., ROBERTSON, A.G., FINNIGAN, T.D., TURNER, R.H.R. *An Analyzer for Fibre Shape and Length*. *JPPS*, 21: 11, (1995), pp. J367 to J373
- [4] ISO/TR 24498, *Paper, board and pulps — Estimation of uncertainty for test methods*

Informasi pendukung terkait perumus standar

[1] Komtek/Sub Komtek perumus SNI

Komite Teknis 85-01, Teknologi Kertas

[2] Susunan keanggotaan Komtek perumus SNI

Ketua : Edy Sutopo
Sekretaris : Yasmita
Anggota : Emil Satria
Rr. Citra Rapati
Andoyo Sugiharto
Heronimus Judi Tjahjono
Nina Elyani
Dharmawan
Susi Sugesty
Uu Wahyudin
Papua Yunianto
Nurmayanti
Liana Bratasida

[3] Konseptor rancangan SNI

Balai Besar Pulp dan Kertas

[4] Sekretariat pengelola Komtek perumus SNI

Pusat Standardisasi Industri - Badan Penelitian dan Pengembangan Industri
Kementerian Perindustrian