

**TCVN**

**TIÊU CHUẨN QUỐC GIA**

**TCVN 10978:2015**

**ISO 14453:2014**

Xuất bản lần 1

**BỘT GIẤY - XÁC ĐỊNH CHẤT HÒA TAN TRONG AXETON**

*Pulps - Determination of acetone-soluble matter*

**HÀ NỘI - 2015**

## Lời nói đầu

TCVN 10978:2015 hoàn toàn tương đương với ISO 14453:2014.

TCVN 10978:2015 do Ban kỹ thuật Tiêu chuẩn quốc gia TCVN/TC 6 Giấy và sản phẩm giấy biên soạn, Tổng cục Tiêu chuẩn Đo lường Chất lượng đề nghị, Bộ Khoa học và Công nghệ công bố.

### **Lời giới thiệu**

Lượng chất hòa tan trong axeton của bột giấy là thước đo hàm lượng chất chiết trong gỗ thường được gọi là nhựa. Các chất hòa tan trong axeton bao gồm các axit béo, axit nhựa, alcohol béo, sterol, điglyxerin và triglyxerin, steryl và các chất sáp.

Ngoài ra, các chất chiết trong axeton của bột giấy cơ học có thể chứa hợp chất phenol như lignan. Trong trường hợp bột giấy hóa học rửa chưa sạch, các chất chiết trong axeton sẽ bao gồm lignin hòa tan.

Xà phòng kim loại của axit béo và axit nhựa có trong bột giấy chưa rửa hoặc bột khử mực không chiết được ở các điều kiện quy định trong tiêu chuẩn này.

## Bột giấy - Xác định chất hòa tan trong axeton

*Pulps - Determination of acetone-soluble matter*

### 1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp xác định các chất hòa tan trong axeton có trong bột giấy.

Phương pháp này áp dụng được cho tất cả các loại bột giấy. Giới hạn dưới của phép xác định là khoảng 0,05 %. Giới hạn này có thể hạ thấp xuống bằng cách tăng lượng mẫu được phân tích.

### 2 Tài liệu viện dẫn

Các tài liệu viện dẫn sau rất cần thiết cho việc áp dụng tiêu chuẩn này. Đối với các tài liệu viện dẫn ghi năm công bố thì áp dụng bản được nêu. Đối với các tài liệu viện dẫn không ghi năm công bố thì áp dụng phiên bản mới nhất, bao gồm cả các sửa đổi.

TCVN 4407 (ISO 638), *Bột giấy – Giấy, cactông và bột giấy – Xác định hàm lượng chất khô*

ISO 7213<sup>1)</sup>, *Pulps – Sampling for testing* (Bột giấy – Lấy mẫu cho thử nghiệm).

### 3 Thuật ngữ và định nghĩa

Trong tiêu chuẩn này áp dụng các thuật ngữ và định nghĩa sau

#### 3.1

**Chất hòa tan trong axeton** (acetone-soluble matter)

Lượng vật liệu có thể chiết được bằng axeton từ mẫu bột giấy theo phương pháp quy định trong tiêu chuẩn này.

### 4 Nguyên tắc

Mẫu bột giấy được chiết bằng axeton trong bộ chiết Soxhlet (Lựa chọn A) hoặc trong bộ chiết Soxtec<sup>1)</sup> hoặc bộ chiết tương tự (Lựa chọn B).

<sup>1)</sup> TCVN 4360:2001, *Bột giấy - Lấy mẫu cho thử nghiệm* tương đương có sửa đổi với ISO 7213:1981.

## TCVN 10978:2015

**CHÚ THÍCH** Chiết bằng bộ chiết Soxtec được tiến hành với dung môi đun sôi thay cho dung môi ngưng tụ như trong trường hợp sử dụng bộ chiết Soxhlet. Ưu điểm chủ yếu của hệ thống Soxtec là thời gian chiết ngắn hơn và hồi lưu được phần lớn dung môi. Các phương pháp chiết khác, như chiết dung môi tăng tốc (ASE) có thể cho kết quả khác nhau và không thuộc phạm vi áp dụng của tiêu chuẩn này. Như đã nêu trong tài liệu tham khảo [2] và dựa trên một số nghiên cứu liên phòng thí nghiệm, gồm cả nội dung được nêu trong Phụ lục A, không có khác biệt lớn giữa hai phương pháp chiết này.

Sau khi chiết, dung môi được cho bay hơi và phần cặn còn lại được sấy khô ở nhiệt độ 105 °C.

Lượng các chất hòa tan trong axeton được tính theo phần trăm bột giấy khô.

## 5 Thuốc thử

5.1 Axeton ( $\text{CH}_3\text{COCH}_3$ ), loại phân tích.

**CẢNH BÁO** – Axeton là chất rất dễ cháy; bởi vậy chỉ nên gia nhiệt bằng điện hoặc hơi. Toàn bộ quá trình phải được thực hiện trong tủ hút và phải được giám sát trong suốt thời gian thử nghiệm. Cần thận không tiến hành ở nơi có lửa. Cần thận tránh không hít, nuốt phải dung môi hoặc để dung môi tiếp xúc với cơ thể.

## 6 Thiết bị, dụng cụ

Sử dụng các thiết bị, dụng cụ thông thường trong phòng thí nghiệm và các thiết bị, dụng cụ sau

### 6.1 Lựa chọn A

6.1.1 Bộ chiết Soxhlet, với các mối nối thủy tinh nhám, gồm bình chiết Soxhlet dung tích 250 ml, ống chiết Soxhlet và ống sinh hàn Graham hoặc Allihn.

**CHÚ THÍCH** Đối với các mẫu bột giấy có hàm lượng các chất chiết trong axeton thấp, có thể sử dụng ống chiết có dung tích lớn hơn.

6.1.2 Bếp điện, có công suất thích hợp, để có tốc độ chiết tối thiểu là bốn vòng trong một giờ. Có thể sử dụng bếp cách thủy.

### 6.2 Lựa chọn B

6.2.1 Bộ chiết Soxtec hoặc tương đương

6.2.2 Cốc chiết bằng nhôm hoặc thủy tinh.

---

<sup>1)</sup> Bộ chiết Soxtec chỉ là một ví dụ về sản phẩm phù hợp có sẵn trên thị trường. Thông tin này chỉ nhằm tạo thuận lợi cho người sử dụng tiêu chuẩn này và không phải là sự công nhận của ISO đối với sản phẩm. Có thể sử dụng sản phẩm tương đương nếu chúng cho kết quả như nhau.

### 6.3 Lựa chọn A và B

**6.3.1 Ống chiết**, bằng nhôm (oxit nhôm), cỡ lọc RA 98; bằng thủy tinh trung tính, có cỡ lọc nhanh; hoặc bằng xenlulo đã được chiết trước với axeton (5.1).

**6.3.2 Hạt chống sôi trào**, làm bằng sứ hoặc vật liệu tương tự, được chiết trước bằng axeton (5.1),

**6.3.3 Bông thủy tinh**, đã được chiết trước bằng axeton.

**6.3.4 Cốc lọc thủy tinh**, cỡ lọc 3.

**6.3.5 Đĩa cân**, bằng nhôm hoặc vật liệu nhẹ khác. Kiểm tra để bảo đảm các đĩa không giảm hoặc tăng khối lượng khi sấy khô như mô tả trong Điều 7.

**6.3.6 Tủ sấy**, có thông gió và có khả năng duy trì được nhiệt độ ở  $(105 \pm 2)^\circ\text{C}$ .

**6.3.7 Cân phân tích**, có độ chính xác đến 0,1 mg.

## 7 Lấy mẫu và chuẩn bị mẫu

Lấy đại diện một lượng mẫu bột khô gió đủ để có được hai mẫu thử, mỗi mẫu thử có khối lượng khoảng 10 g và hai mẫu thử để xác định hàm lượng chất khô. Nếu thấy (hoặc biết) khối lượng của chất chiết từ 10 g mẫu thử không quá 5 mg, thì phải lấy khối lượng mẫu lớn hơn. Đối với lấy mẫu từ các lô và hàng thương mại ủy thác, lấy theo ISO 7213. Nếu phân tích dạng mẫu khác thì phải báo cáo nguồn gốc của mẫu và nếu có thể nêu rõ quy trình lấy mẫu và đảm bảo mẫu thử được lấy theo Điều 8 là đại diện cho mẫu nhận được.

Sử dụng găng tay khi thao tác với mẫu. Để mẫu trong túi polyetylen hoặc bọc trong màng nhôm và giữ trong tủ lạnh. Nếu phải lưu giữ lâu, mẫu phải được để trong tủ đá.

Nếu hàm lượng chất khô của mẫu nhỏ hơn 90 %, để toàn bộ mẫu được khô gió qua đêm ở nhiệt độ phòng hoặc sấy khô trong tủ sấy ở nhiệt độ không được vượt quá  $40^\circ\text{C}$ .

**CHÚ THÍCH** Nên sấy lạnh thay cho để khô gió hoặc sấy trong tủ sấy nếu chất chiết được sử dụng để phân tích thành phần hóa học, tránh khả năng oxi hóa của các axit béo và axit nhựa.

Cắt hoặc xé mẫu thử thành các mảnh nhỏ có kích thước khoảng 1 cm x 1 cm. Xé bột giấy được sấy khô nhanh thành các mảnh có chiều rộng không lớn hơn 15 mm.

## 8 Cách tiến hành

### 8.1 Chiết bằng axeton

#### 8.1.1 Lựa chọn A

Tiến hành chiết hai mẫu song song.

Đề mẫu gần đạt cân bằng độ ẩm với môi trường xung quanh. Cân hai mẫu thử, mỗi mẫu khoảng 10 g chính xác đến 1 mg. Tại cùng thời điểm đó cân riêng thêm hai mẫu thử để xác định hàm lượng chất

## **TCVN 10978:2015**

khô theo TCVN 4407 (ISO 638). Khối lượng mẫu thử cần được điều chỉnh để khối lượng chất chiết lớn hơn 5 mg. Đối với các mẫu có khối lượng chất hòa tan trong axeton thấp, có thể sử dụng bộ chiết có dung tích lớn hơn để có thể tăng lượng mẫu dùng để chiết. Có thể chiết hai hoặc nhiều phần mẫu thử và gộp các phần dung môi lại trước khi cho bay hơi.

Cho một mẫu thử vào bộ chiết (6.1.1). Sử dụng ống chiết bằng xenlulo (6.3.1) hoặc đặt đĩa sứ xốp hoặc một nút bông thủy tinh (6.3.3), lên trên mẫu thử để tránh thất thoát mẫu. Kiểm tra để không có mảnh mẫu nào vượt quá đỉnh của ống xiphông. Luôn luôn sử dụng ống chiết nếu bột giấy bị xé nhỏ hoặc được sấy khô nhanh.

Cho hạt chống sôi trào (6.3.2) vào bình chiết (6.1.1) vào thêm một lượng axeton (5.1) tương đương 1,5 lần dung tích của bộ chiết. Lắp ống sinh hàn và bắt đầu chiết.

Đưa dung môi đến trạng thái sôi và điều chỉnh tốc độ chiết để đạt được tối thiểu 4 lần trong 1 giờ. Tổng thời gian chiết không nhỏ hơn 4 h.

### **8.1.2 Lựa chọn B**

Vận hành thiết bị chiết tự động theo hướng dẫn của nhà sản xuất thiết bị.

Tiến hành chiết hai mẫu thử song song.

Đề mẫu gần đạt cân bằng độ ẩm với môi trường xung quanh.

Cân hai mẫu thử, mỗi mẫu khoảng từ 5 g đến 10 g, chính xác đến 1 mg. Khối lượng của mẫu thử phụ thuộc vào mức chiết và dung tích của bộ chiết. Khối lượng của mẫu thử cần được điều chỉnh sao cho khối lượng chất chiết lớn hơn 5 mg. Nếu khối lượng chất chiết nhỏ hơn 5 mg, hai hoặc nhiều phần mẫu có thể được chiết và các phần dung môi sẽ được gộp lại trước khi cho bay hơi. Tại cùng thời điểm đó cân riêng thêm hai mẫu thử để xác định hàm lượng chất khô theo TCVN 4407 (ISO 638). Cho mẫu thử vào ống chiết (6.3.1).

Bổ sung trong khoảng 50 ml và 100 ml axeton (5.1) vào cốc chiết (6.2.2) và bắt đầu đun sôi. Các phần của mẫu thử phải ngập trong axeton. Chọn nhiệt độ chiết theo khuyến cáo của nhà sản xuất thiết bị.

Đề mẫu thử sôi trong khoảng thời gian ít nhất 15 min (xem chú thích), và sau đó chuyển ống chiết sang vị trí rửa và rửa trong 1 h.

**CHÚ THÍCH** Thông thường đun sôi trong 15 min là đủ đối với các mẫu có hàm lượng chất thấp (nhỏ hơn 0,5 %) như bột giấy hóa học tẩy trắng. Tuy nhiên, đối với mẫu có hàm lượng chất chiết cao (lớn hơn 0,5 %), gồm bột giấy chưa tẩy trắng, bột giấy cơ học, thời gian chiết kéo dài đến 1 h có thể cần thiết để bảo đảm chiết được hoàn toàn. Thời gian chiết này được khuyến cáo áp dụng lần đầu với các mẫu bột giấy này, hoặc các mẫu thử dạng mới, sau đó giảm thời gian chiết xuống nếu không có sự khác nhau rõ rệt giữa thời gian chiết 1 h và thời gian chiết ngắn hơn.

## 8.2 Thí nghiệm trắng

Tiến hành thí nghiệm trắng, sử dụng cùng dung môi và phương pháp chiết như với mẫu thử, nhưng ống chiết không có mẫu thử. Tiến hành thí nghiệm trắng cho mỗi lần sử dụng dung môi mới hoặc khi sử dụng một mẻ dung môi hồi lưu mới.

Nếu khối lượng cặn còn lại trong thí nghiệm trắng,  $b$  vượt quá 0,1 mg, thì phải ghi lại và cân nhắc khi tính toán kết quả.

**CHÚ THÍCH** Nếu một mẻ dung môi hồi lưu được sử dụng, người sử dụng phải xác định giới hạn trên của khối lượng cặn còn lại của mẫu trắng.

## 8.3 Bay hơi dung môi và sấy khô phần cặn chiết còn lại

Dung môi có thể được cho bay hơi trực tiếp trong bộ chiết Soxhlet (Lựa chọn A) hoặc trong bộ chiết Soxtec (Lựa chọn B). Có thể lựa chọn phương pháp chuyển dung dịch chiết vào ống Zymark và cho bay hơi trong thiết bị Zymark ở nhiệt độ 40 °C cùng với nitơ.

Cho dung môi bay hơi đến khi dịch chiết còn lại khoảng từ 25 ml đến 30 ml và chuyển phần còn lại vào đĩa cân bằng nhôm đã cân (6.3.5).

**CHÚ THÍCH 1** Nếu phần còn lại của dịch chiết được sử dụng cho các phép phân tích tiếp theo, sử dụng bình thủy tinh thay cho đĩa cân bằng nhôm, vì rất khó hòa tan phần chiết còn lại và khó lấy ra khỏi đĩa nhôm.

Rửa bình hoặc cốc 3 lần, mỗi lần bằng 5 ml axeton (5.1) và cho dung dịch rửa này vào đĩa nhôm.

Nếu dung dịch phần còn lại có các xơ sợi nhìn thấy được, lọc dung dịch này qua cốc lọc thủy tinh (6.3.4) trước khi cho bay hơi lần cuối.

Đề axeton trong đĩa nhôm bay hơi trong tủ hút và cuối cùng sấy khô phần còn lại của dịch chiết trong tủ sấy (6.3.7) ở nhiệt độ 105 °C đến khối lượng không đổi, trong khoảng 30 min.

**CHÚ THÍCH 2** Nếu chất chiết được dùng cho phân tích thành phần hóa học sau đó thì quá trình sấy khô phải thực hiện tại nhiệt độ thấp hơn, ví dụ ở 40 °C trong 2 h hoặc tốt hơn là sấy lạnh.

Làm nguội phần còn lại của dịch chiết trong đĩa nhôm trong bình hút ẩm đến nhiệt độ phòng và cân bằng cân phân tích (6.3.1) chính xác đến 0,1 mg,  $a$ .

## 9 Biểu thị kết quả

Tình hàm lượng các chất hòa tan trong axeton theo công thức sau:

$$X = \frac{(a - b)100}{m}$$

trong đó

$X$  là hàm lượng các chất hòa tan trong axeton của mẫu thử, tính bằng phần trăm;

$a$  là khối lượng phần còn lại của dịch chiết, tính bằng gam;



## TCVN 10978:2015

*b* là khối lượng còn lại của thí nghiệm trắng, tính bằng gam;

*m* là khối lượng của mẫu thử khô tuyệt đối, tính bằng gam.

### 10 Báo cáo thử nghiệm

Báo cáo thử nghiệm phải bao gồm các thông tin sau;

- a) Viện dẫn tiêu chuẩn này;
- b) Thời gian và địa điểm thử nghiệm;
- c) Nhận biết đầy đủ về mẫu được thử nghiệm;
- d) Thiết bị thử nghiệm sử dụng: Bộ chiết Soxhlet (Lựa chọn A) hoặc bộ chiết Soxtex hoặc bộ chiết tương tự (Lựa chọn B);
- e) Khối lượng mẫu thử chiết được đối với mỗi phép xác định và thời gian chiết ;
- f) Các kết quả, biểu thị bằng phần trăm của khối lượng mẫu bột giấy khô tuyệt đối;
- g) Bất kỳ sai khác nào so với tiêu chuẩn này mà có thể ảnh hưởng đến kết quả thử.

**Phụ lục A**  
(tham khảo)  
**Độ chụm**

### **A.1 Giới thiệu chung**

Các báo cáo về độ chụm nhận được từ các nghiên cứu năm 2002 của các phòng thí nghiệm từ Thụy Điển, Phần Lan, Nauy, Nam Phi và Thái Lan.

Số liệu về độ chụm dựa trên kết quả thử nghiệm của 21 phòng thí nghiệm đối với hai mẫu bột giấy là bột giấy kraft gỗ cứng và bột TMP. Quá trình thử nghiệm được tiến hành theo tiêu chuẩn này với thời gian chiết là 15 min và sử dụng bộ chiết Soxtec. Vì hàm lượng các chất chiết trong mẫu bột giấy TMP lớn hơn 0,5 %, nên thời gian chiết phải kéo dài hơn. Đối với phương pháp Soxhlet, các phòng thí nghiệm tham gia sử dụng cùng một điều kiện chiết như được quy định trong tiêu chuẩn này. Sáu phòng thí nghiệm sử dụng phương pháp Soxhlet, 15 phòng thí nghiệm sử dụng phương pháp Soxtec (14 đối với bột giấy TMP).

Việc tính toán kết quả được thực hiện theo ISO/TR 24498 <sup>[4]</sup>.

Giới hạn độ lặp lại và giới hạn độ tái lập được báo cáo là các đánh giá về chênh lệch lớn nhất được mong muốn trong số 19 trường hợp của 20 trường hợp khi so sánh hai kết quả thử nghiệm của vật liệu tương tự trong điều kiện thử nghiệm tương tự. Các đánh giá này có thể không đúng đối với các vật liệu khác nhau hoặc điều kiện thử nghiệm khác nhau.

**CHÚ THÍCH** Giới hạn của độ lặp lại và độ tái lập được tính bằng cách nhân độ lệch chuẩn của độ tái lập và độ tái lập với 2,77, trong đó  $2,77 = 1,96 \sqrt{2}$ .

Số liệu chung về độ lặp lại và độ tái lập được trình bày trong Bảng A.1 và A.2 đối với phương pháp Soxlet và trong Bảng A.3 đối với phương pháp Soxtec. Hệ số sai khác đối với mẫu bột giấy TMP thực hiện theo phương pháp Soxtec cao hơn vì do thực tế với thời gian chiết 15 min là không đủ trong trường hợp này, vì hàm lượng chất chiết lớn hơn 0,5 %.

## A.2 Độ lặp lại (phương pháp Soxhlet)

Bảng A.1 – Đánh giá độ lặp lại của phương pháp Soxhlet

Mẫu	Số phòng thí nghiệm	Hàm lượng chất tan trong axeton trung bình, %	Độ lệch chuẩn, $s_r$ (%)	Hệ số sai khác $C_{v,r}$ (%)	Giới hạn độ lặp lại
Bột giấy kraft gỗ cứng	6	0,167	0,004	2,40	0,011
Bột giấy TMP	6	1,186	0,036	3,04	0,100

## A.3 Độ tái lập (phương pháp Soxhlet)

Bảng A.2 – Đánh giá độ tái lập của phương pháp Soxhlet

Mẫu	Số phòng thí nghiệm	Hàm lượng chất tan trong axeton trung bình, %	Độ lệch chuẩn, $s_r$ (%)	Hệ số sai khác $C_{v,r}$ (%)	Giới hạn độ tái lập
Bột giấy kraft gỗ cứng	6	0,167	0,019	11,4	0,053
Bột giấy TMP	6	1,186	0,144	12,1	0,399

## A.4 Độ lặp lại (phương pháp Soxtec)

Bảng A.3 – Đánh giá độ lặp lại của phương pháp Soxtec

Mẫu	Số phòng thí nghiệm	Hàm lượng chất tan trong axeton trung bình, %	Độ lệch chuẩn, $s_r$ (%)	Hệ số sai khác $C_{v,r}$ (%)	Giới hạn độ lặp lại
Bột giấy kraft gỗ cứng	15	0,159	0,012	7,55	0,033
Bột giấy TMP	14	1,039	0,030	2,89	0,083

## A.5 Độ tái lập (phương pháp Soxtec)

Bảng A.4 – Đánh giá độ tái lập của phương pháp Soxtec

Mẫu	Số phòng thí nghiệm	Hàm lượng chất tan trong axeton trung bình, %	Độ lệch chuẩn, $s_r$ (%)	Hệ số sai khác $C_{v,r}$ (%)	Giới hạn độ tái lập
Bột giấy kraft gỗ cứng	15	0,159	0,019	11,9	0,053
Bột giấy TMP	14	1,039	0,126	12,1	0,349

**Thư mục tài liệu tham khảo**

- [1] Sitholé, B.B., Vollstaedt, P., and Allen, L.H., Comparison of Soxtec and Soxhlet Systems for Determining Extractives Content. Tappi J., **74** (11): 187 (1991).
  - [2] Bergelin, E., von Schoultz, S., Hemming, J., and Holmbom, B., Evaluation of methods for extraction and analysis of wood resin in Birch Kraft Pulp, Nordic Pulp and paper Res. J., **18** (2): 129 (2003).
  - [3] Determination of extract content in pulp and chip samples - Influence of various parameters, NSP Report No, 4 (Dec 2009).
  - [4] ISO/TR 24498, Paper, board and pulps - Estimation of uncertainty for test methods.
-