

**TCVN**

**TIÊU CHUẨN QUỐC GIA**

**TCVN 10976:2015**

**ISO 9197:2006**

Xuất bản lần 1

**GIẤY CÁC TÔNG VÀ BỘT GIẤY -  
XÁC ĐỊNH CLORUA HÒA TAN TRONG NƯỚC**

*Paper, board and pulps - Determination of water-soluble chlorides*

**HÀ NỘI - 2015**

**Lời nói đầu**

TCVN 10976:2015 hoàn toàn tương đương với ISO 9197:2006. ISO 9197:2006 đã được rà soát và phê duyệt lại vào năm 2015 với bố cục và nội dung không thay đổi.

TCVN 10976:2015 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.

## Giấy, các tông và bột giấy - Xác định clorua hòa tan trong nước

*Paper board and pulps - Determination of water-soluble chlorides*

### 1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp xác định các chất clorua hòa tan trong nước có trong tất cả các loại giấy, các tông và bột giấy. Giới hạn dưới của phép xác định là 20 mg ion clorua trên một kilogram mẫu khô.

### 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 1867 (ISO 287), *Giấy và cáctông – Xác định độ ẩm – Phương pháp sấy khô*.

TCVN 3649 (ISO 186), *Giấy và cáctông – Lấy mẫu để xác định chất lượng trung bình*.

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

ISO 7213:1981<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 thuật ngữ và định nghĩa sau.

#### 3.1

**Các chất clorua hòa tan trong nước** (water-soluble chlorides)

(Đối với giấy, các tông và bột giấy) lượng ion clorua được chiết bằng nước lạnh và xác định ở các điều kiện quy định.

---

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

#### 4 Nguyên tắc

Mẫu thử được chiết với nước ở nhiệt độ phòng trong máy đánh toi. Lọc huyền phù thu được và nước lọc được dùng để xác định lượng ion chlorua bằng phương pháp sắc ký ion.

#### 5 Thuốc thử

Trong quá trình phân tích, chỉ sử dụng thuốc thử cấp phân tích và nước như quy định trong 5.1.

**5.1 Nước cất hoặc nước đã khử khoáng**, có độ dẫn điện nhỏ hơn 0,2 mS/m.

**5.2 Dung dịch chlorua gốc**,  $c(\text{Cl}) = 1000 \text{ mg/l}$ .

Sấy khô một lượng kaliclorua (KCl) ở nhiệt độ 140 °C. Cân 210,2 mg KCl và cho vào bình định mức 100 ml, hòa tan KCl và pha loãng bằng nước (5.1) đến vạch mức.

Có thể sử dụng dung dịch chuẩn có bán sẵn trên thị trường.

**5.3 Dung dịch chlorua hiệu chuẩn**

Pha loãng dung dịch chlorua gốc (5.2) thành dung dịch có phần khối lượng ion chlorua nhỏ hơn, ví dụ,  $c(\text{Cl}) = 10 \text{ mg/l}$ . Không sử dụng dung dịch chlorua hiệu chuẩn đã để lâu quá 1 tuần.

**5.4 Axit nitric**,  $c(\text{HNO}_3) = 1,3 \text{ mol/l}$

Bổ sung cẩn thận 90 ml dung dịch axit nitric đậm đặc,  $c(\text{HNO}_3) = 14 \text{ mol/l}$  (khoảng 65 %  $\text{HNO}_3$ ) vào 500 ml nước (5.1) và pha loãng đến 1 lít.

**5.5 Dung dịch bổ sung**, như quy định trong các hướng dẫn đối với phương pháp sắc ký ion.

#### 6 Thiết bị, dụng cụ

Dụng cụ thủy tinh và các thiết bị, dụng cụ khác sử dụng trong quá trình phân tích này phải sạch tuyệt đối. Ngâm tất cả các dụng cụ thủy tinh từ 5 min đến 10 min trong axit nitric (5.4) và sau đó tráng bằng nước (5.1). Rửa sạch kẹp, kéo, máy đánh toi dùng để chuẩn bị mẫu bằng nước.

**6.1 Máy đánh toi ướt**, máy khuấy tốc độ cao, có thể đánh toi hoàn toàn mẫu thử với mức độ xơ sợi bị hư hại thấp nhất.

**6.2 Thiết bị sắc ký ion**, gồm một bơm, kim phun có thể tích đã biết, hệ cột thích hợp để xác định các chất chlorua và một detector dẫn điện.

**6.3 Bơm tiêm**, loại A, dung tích 5 ml và có bộ lọc trước có chiều rộng lỗ lọc khoảng 0,2  $\mu\text{m}$ .

**6.4 Lưới lọc nước chè hoặc dụng cụ tương tự**, bằng thép không gỉ, để tách xơ sợi ra khỏi huyền phù.

## 7 Lấy mẫu và chuẩn bị mẫu

Nếu phép thử được tiến hành để đánh giá lô sản phẩm bột giấy, thì lấy mẫu theo ISO 7213. Nếu phép thử được tiến hành trên mẫu kiểu khác thì nêu rõ nguồn gốc của mẫu và nếu được, nêu rõ quy trình lấy mẫu được sử dụng. Từ mẫu nhận được, chọn các mẫu thử sao cho đại diện cho toàn bộ mẫu nhận được.

Quy trình tiếp theo khi lấy mẫu phụ thuộc vào từng trường hợp đặc biệt cụ thể. Đối với lấy mẫu từ lô bột giấy, giấy hoặc các tông nên thực hiện theo các hướng dẫn trong ISO 7213 hoặc TCVN 3649 (ISO 186).

Vì lượng các chất clorua trong mẫu có thể rất thấp, cần thận không làm nhiễm bẩn mẫu khi lấy mẫu. Sử dụng găng tay sạch trong suốt quá trình lấy mẫu và chuẩn bị mẫu thử.

Phòng thí nghiệm thực hiện phép phân tích phải không có bụi, không có hơi bốc từ các hợp chất chứa clo ví dụ như axit clohydric hoặc các loại dung môi clorua. Đặc biệt cần thận khi thực hiện phép phân tích này ở các phòng thí nghiệm tại nhà máy, nếu nhà máy sử dụng clo hoặc clo dioxit làm tác nhân tẩy trắng.

Giữ các mẫu thử được gói kín trong màng nhôm hoặc trong túi chất dẻo cho đến khi cần phân tích.

Phân tích mẫu thử càng sớm càng tốt sau khi lấy mẫu.

Xác định lượng chất khô trên một mẫu thử riêng theo phương pháp quy định trong TCVN 1867 (ISO 287) (đối với giấy và cactông) hoặc theo TCVN 4407 (ISO 638) (đối với bột giấy).

## 8 Cách tiến hành

Thực hiện quy trình trên hai mẫu song song. Mẫu thử trắng cũng phải được tiến hành song song cùng với toàn bộ phép xác định.

Cân khoảng 2 g đến 5 g mẫu thử chính xác đến 0,01 g. Tách các tờ các tông và tờ bột giấy dày thành các tờ mỏng hơn để ngâm được dễ dàng.

Chọn lượng mẫu thử sao cho phần khối lượng của ion clorua trong nước chiết nằm trong khoảng tối ưu của thiết bị sắc ký ion.

Chuyển mẫu thử đã cân vào trong máy đánh toi (6.1) và bổ sung 250 ml  $\pm$  2 ml nước (5.1) ở nhiệt độ 23 °C  $\pm$  2 °C. Đánh toi mẫu thử cho đến khi toi hoàn toàn, nhưng không được quá lâu.

Sau khi đánh toi, ngâm mẫu thử khoảng 1 h và vẫn khuấy nhẹ để bảo đảm chiết được hoàn toàn clorua. Sau khi ngừng khuấy nhẹ, ngay lập tức dùng bơm tiêm (6.3) lấy một phần huyền phù. Nếu thao tác này bị cản trở bởi các xơ sợi hoặc bó xơ sợi, dùng lưới lọc nước chè hoặc dụng cụ tương tự (6.4) để loại bỏ xơ sợi. Dung dịch mẫu thử phải hoàn toàn không có các vật liệu lơ lửng.

Vì hoạt động của thiết bị sắc ký ion (6.2) tùy thuộc vào thiết kế của thiết bị, nên trong tiêu chuẩn này không đưa ra hướng dẫn cụ thể. Vận hành thiết bị theo hướng dẫn của nhà sản xuất. Xem Phụ lục A.

## TCVN 10976:2015

Để xây dựng đường chuẩn, từ dung dịch clorua hiệu chuẩn (5.3) chuẩn bị năm dung dịch hiệu chuẩn với nồng độ trong một khoảng, ví dụ từ 1 mg/l đến 10 mg/l.

Vận hành thiết bị sắc ký theo hướng dẫn của nhà sản xuất với các dung dịch hiệu chuẩn và dung dịch mẫu thử.

Vẽ đồ thị giá trị đọc được của các dung dịch hiệu chuẩn tương ứng với nồng độ ion clorua của nó. Năm điểm của các dung dịch hiệu chuẩn phải nằm trên một đường thẳng. Nếu chúng không nằm trên đường thẳng, lặp lại việc xây dựng đường chuẩn với các dung dịch hiệu chuẩn khác có khoảng nồng độ cao hơn hoặc thấp hơn.

Kiểm tra việc lập đường chuẩn vài lần mỗi ngày và khi sử dụng các dung dịch hiệu chuẩn mới.

### 9 Biểu thị kết quả

Đọc nồng độ ion clorua của dung dịch mẫu thử từ đồ thị đường chuẩn. Tính phần khối lượng của ion clorua trong mẫu thử theo công thức

$$w_{Cl} = \frac{100V(\rho_{Cl} - \rho_{Cl,0})}{mX}$$

trong đó

$w_{Cl}$  là phần khối lượng của ion clorua trong mẫu, tính bằng miligam trên kg;

$\rho_{Cl}$  là nồng độ ion clorua của dung dịch mẫu đã lọc, tính bằng miligam trên lít;

$\rho_{Cl,0}$  là nồng độ ion clorua của dung dịch trắng, tính bằng miligam trên lít;

$V$  là thể tích nước (5.1) sử dụng; thể tích quy định là 250 ml;

$m$  là khối lượng của mẫu được lấy, tính bằng gam;

$X$  là phần khối lượng của chất khô trong mẫu, biểu thị bằng phần trăm.

Tính kết quả trung bình của hai mẫu tiến hành song song và báo cáo các kết quả dưới 20 mg/kg là "nhỏ hơn 20 mg/kg", và các kết quả lớn hơn hoặc bằng 20 mg/kg, chính xác đến 10 mg/kg.

### 10 Độ chụm

Các kết quả thử nghiệm sau đây thu được từ thử nghiệm liên phòng thực hiện bởi tổ chức thử nghiệm bột giấy, giấy và các tông Bắc Âu.

Chín phòng thí nghiệm đã tiến hành phân tích bốn mẫu theo quy định trong tiêu chuẩn này. Mỗi mẫu được phân tích song song. Phần khối lượng trung bình của ion clorua và độ lệch chuẩn (giữa các phòng thí nghiệm) đã được tính toán. Kết quả được cho trong Bảng 1.

Bảng 1

Mẫu	Phần khối lượng trung bình của ion clorua mg/kg	Độ lệch chuẩn mg/kg
Giấy cán láng bóng một mặt (MG) từ bột kraft tẩy trắng	(14,6 <sup>a</sup> )	(3,6)
Bột giấy kraft tẩy trắng làm từ gỗ bạch dương	27,1	6,6
Giấy photocopy 1	297	25
Giấy photocopy 2	1240	76

<sup>a</sup> Giá trị này nhỏ hơn giới hạn dưới của phép xác định

## 11 Báo cáo thử nghiệm

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

- Viện dẫn tiêu chuẩn này;
- Thời gian và địa điểm thử nghiệm;
- Đặc điểm của mẫu thử nghiệm;
- Kết quả được biểu thị theo Điều 9;
- Bất kỳ sai khác nào so với các quy định được nêu trong tiêu chuẩn này và các hiện tượng có thể ảnh hưởng đến kết quả thử.

**Phụ lục A**

(tham khảo)

**Hướng dẫn thực hành trong phòng thí nghiệm**

Quy trình được quy định trong tiêu chuẩn này có độ tin cậy dựa trên các thiết bị có tính phức tạp cao. Một số nhà sản xuất đã giới thiệu các loại thiết bị này trên thị trường. Các thiết bị có nguyên tắc cơ bản như nhau, nhưng khác nhau về chi tiết.

Nguyên tắc của tiêu chuẩn hóa là không quy định phải sử dụng thiết bị của nhà sản xuất riêng biệt nào. Vì lý do này, tổ chức tiêu chuẩn hóa không chỉ phải trung lập đối với sự cạnh tranh giữa các công ty mà còn phải tránh đưa ra các chỉ số kỹ thuật không cần thiết, cản trở sự cải tiến thiết bị.

Trong thực tế, diễn biến của quá trình phân tích không được mô tả một cách chi tiết trong tiêu chuẩn này giống như tài liệu sử dụng làm hướng dẫn thực hành trong phòng thí nghiệm. Đối với việc thực hiện phép phân tích cần phải có các thông tin chi tiết được cung cấp từ nhà sản xuất hoặc đã được thiết lập nội bộ thông qua các phép thử nghiệm sơ bộ. Ví dụ đặt lưu lượng chất lỏng, nhiệt độ, năng lượng, thời gian chờ.

