

TCVN

TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

TCVN 10089:2013

EN 648:2006

Xuất bản lần 1

**GIẤY VÀ CÁC TÔNG TIẾP XÚC VỚI THỰC PHẨM –
XÁC ĐỊNH ĐỘ BỀN MÀU CỦA GIẤY VÀ CÁC TÔNG
ĐƯỢC LÀM TRẮNG BẰNG CHẤT HUỲNH QUANG**

Paper and board intended to come into contact with foodstuffs –

Determination of the fastness of fluorescent whitened paper and board

HÀ NỘI – 2013

Lời nói đầu

TCVN 10089:2013 hoàn toàn tương đương với EN 648:2006.

TCVN 10089:2013 do Ban kỹ thuật Tiêu chuẩn quốc gia TCVN/TC6 *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 và cáctông tiếp xúc với thực phẩm – Xác định độ bền màu của giấy và các tông được làm trắng bằng chất huỳnh quang

Paper and board intended to come into contact with foodstuffs –

Determination of the fastness of fluorescent whitened paper and board

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp xác định độ bền màu của giấy và cáctông có tiếp xúc với thực phẩm, được làm trắng bằng chất huỳnh quang. Có hai quy trình xác định được đưa ra, quy trình A áp dụng cho sản phẩm có thời gian tiếp xúc dài (ví dụ dùng bao gói thực phẩm) và quy trình B áp dụng cho sản phẩm có thời gian tiếp xúc ngắn (ví dụ như khăn giấy, giấy dùng trong nhà bếp, giấy dùng trong nhà).

2 Tài liệu viện dẫn

Các tài liệu viện dẫn là 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 3649 (ISO 186), *Giấy và cáctông – Lấy mẫu để xác định chất lượng trung bình*.

ISO 8787, *Paper and board – Determination of capillary rise – Klemm method* (Giấy và cáctông – Xác định sự tăng mao quản – Phương pháp Klemm).

3 Thuật ngữ và định nghĩa

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

3.1

Độ bền màu (fastness)

Không có sự lan truyền hiệu ứng tăng trắng huỳnh quang từ giấy sang giấy làm từ xơ sợi thủy tinh đã được bão hòa với một dung dịch thử và được đánh giá bằng mắt thường dưới ánh sáng tia cực tím so với một dãy các giấy so sánh.

4 Nguyên tắc

Mẫu thử được cho tiếp xúc với giấy làm từ xơ sợi thủy tinh đã được bão hòa với dung dịch thử và chịu một tải trọng trong khoảng thời gian xác định. Sự dây màu của giấy làm từ xơ sợi thủy tinh được đánh giá bằng cách so sánh với một dãy các giấy so sánh được làm trắng bằng chất huỳnh quang. Dung dịch thử được sử dụng là nước cất hoặc nước khử ion, axit axetic loãng, dung dịch mờ phồng nước bọt và dầu ô liu tùy thuộc vào loại tiếp xúc dự kiến.

5 Vật liệu và thiết bị, dụng cụ

5.1 **Giấy làm từ xơ sợi thủy tinh không nhuộm màu** có kích thước 60 mm x 90 mm. Giấy làm từ xơ sợi thủy tinh phải đáp ứng các điều kiện sau:

- a) định lượng 70 g/m²;
- b) tăng chiều cao mao quản từ 190 mm đến 210 mm trong 10 min, khi thử theo ISO 8787;
- c) không có chất tăng trắng huỳnh quang và hóa chất bền ướt;
- d) không có xơ sợi xenluylo.

5.2 **Giấy làm từ xơ sợi thủy tinh** có đường kính 30 mm. Giấy làm từ xơ sợi thủy tinh phải đáp ứng các điều kiện như nêu trong 5.1.

5.3 **Mặt kính đồng hồ** có đường kính 40 mm.

5.4 **Tấm thủy tinh** có kích thước 60 mm x 90 mm.

5.5 **Màng polyetylen**, không màu và trong suốt.

5.6 **Quả nặng** có khối lượng 1 kg.

5.7 **Đèn cực tím** có bước sóng UV – A (365 nm).

6 Thuốc thử

6.1 **Chất tăng trắng huỳnh quang (FWAs)** số 40622, phù hợp với Colour Index II xuất bản năm 1956 (The Society of Dyers & Colorists, P.O. Box 244, Perkin House, 82 Grattan Road, Bradford BDJ 2 JB, West Yorshire). Dung dịch của chất tăng trắng này phải có khả năng hấp thụ như sau.

Độ hấp thụ (0,350 ± 0,01) hoặc (0,420 ± 0,01)

Bước sóng 365 nm thay cho 350 nm

Độ dày cuvet 1 cm

Dung dịch thử 10 mg FWAs trong 1 lít nước (6.2).

Đo so với nước (6.2).

Độ sai lệch của độ hấp thụ này đưa ra sự điều chỉnh lượng chất tăng trắng huỳnh quang được sử dụng trong 11.1. Sự hiệu chỉnh phải được thực hiện phù hợp với độ hấp thụ nhận được.

6.2 Nước cất hoặc nước khử ion.

6.3 Dung dịch axit axetic 3 % (m/v).

6.4 Dung dịch mô phỏng nước bọt (5 g/l).

6.4.1 Thành phần của dung dịch mô phỏng nước bọt với pH $6,8 \pm 0,1$

Hóa chất	Phần khối lượng g/l
Magie clorua ($MgCl_2 \cdot 6H_2O$)	0,17
Canxi clorua ($CaCl_2 \cdot 2H_2O$)	0,15
Dikali hydrophosphate ($K_2HPO_4 \cdot 2H_2O$)	0,76
Kali cacbonat (K_2CO_3)	0,53
Natri clorua ($NaCl$)	0,33
Kali clorua (KCl)	0,75
Axit clohydric (1%, phần khối lượng)	Bổ sung cho đến khi pH bằng $6,8 \pm 0,1$

6.4.2 Điều chế dung dịch mô phỏng nước bọt

Hòa tan muối natri và kali vào khoảng 900 ml nước. Sau đó bổ sung canxi clorua và magiê clorua và khuấy cho đến khi tất cả các thuốc thử thêm vào tan hoàn toàn. Hiệu chuẩn máy đo pH bằng một dung dịch đệm theo quy định của nhà sản xuất. Sau đó nhúng điện cực của máy đo pH vào dung dịch mô phỏng nước bọt, khuấy một lúc và bổ sung dung dịch axit clohydric cho đến khi đạt được pH $6,8 \pm 0,1$. Cho dung dịch vào bình định mức 1 000 ml và bổ sung nước đến vạch mức. Bảo quản dung dịch tránh ánh sáng và phải bảo đảm dung dịch mô phỏng nước bọt có pH trong khoảng $6,8 \pm 0,1$ trước khi sử dụng.

CHÚ THÍCH Nếu dung dịch mô phỏng nước bọt được giữ lâu hơn 2 tuần thì nên sử dụng nước đã được đun sôi trong 10 min.

6.5 Dầu ô liu tinh cất có các đặc tính như sau:

- Chỉ số iot (Wijs)	80 đến 88
- Chỉ số khúc xạ tại $25^\circ C$	1,4665 đến 1,4679
- Độ axit (tính theo % axit oleic)	tối đa 0,5 %
- Chỉ số peroxit (tính theo mili đương lượng oxy trên 1 kg dầu)	tối đa 10

7 Lấy mẫu

Mẫu thử được lấy theo TCVN 3649 (ISO 186).

8 Chuẩn bị mẫu thử

Cắt hoặc dập một vài miếng mẫu thử có kích thước 50 mm x 20 mm từ mẫu cần kiểm tra. Các cạnh của mẫu thử phải nhẵn.

9 Quy trình A (tiếp xúc trong thời gian dài)

9.1 Ngâm hai tờ giấy làm từ xơ sợi thủy tinh không nhuộm màu (5.1) vào trong dung dịch thử (6.2, 6.3, 6.4 hoặc 6.5). Lấy các tờ giấy ra sau khi đã bao hòa dung dịch và loại dung dịch dư bằng cách vắt lên trên miệng của dụng cụ chứa.

9.2 Đặt một tờ giấy làm từ xơ sợi thủy tinh không nhuộm màu lên tấm thủy tinh (5.4) với mặt nhẵn quay lên trên. Ngay lập tức đặt mẫu thử (8) lên trên giấy làm từ xơ sợi thủy tinh không nhuộm màu. Phù tiếp lên trên bằng một tờ giấy làm từ xơ sợi thủy tinh không nhuộm màu đã bao hòa thứ hai, với mặt nhẵn của nó tiếp xúc với mẫu thử. Đặt tấm thủy tinh thứ hai (5.4) lên trên cùng và bọc toàn bộ tổ hợp này bằng màng polyetylen (5.5) để tránh các cạnh bị khô, đặt lên đó quả nặng có khối lượng 1kg (5.6) và để trong 24 h ở nhiệt độ $(23 \pm 2)^\circ\text{C}$ và tránh ánh sáng chiếu vào trực tiếp.

9.3 Nếu mẫu thử được kiểm tra có định lượng lớn hơn 140 g/m^2 thì phải sử dụng số lượng chẵn các tờ giấy làm từ xơ sợi thủy tinh không nhuộm màu (5.1) sao cho tổng định lượng của chúng vừa lớn hơn định lượng của mẫu thử.

Chuẩn bị tổ hợp như mô tả trong 9.2 với từng tờ giấy làm từ xơ sợi thủy tinh được bao hòa và làm ráo riêng biệt, sau đó được xếp sao cho số lượng các tờ giấy làm từ xơ sợi thủy tinh tiếp xúc với cả hai mặt của mẫu thử là nhau.

9.4 Sau khi để yên trong 24 h, mở tổ hợp ra. Đưa các tờ giấy làm từ xơ sợi thủy tinh không nhuộm màu lên 3 đĩa thủy tinh từ $\varnothing 8 \text{ mm}$ đến $\varnothing 10 \text{ mm}$ đặt cạnh nhau, với mặt tiếp xúc với mẫu thử quay lên trên, che chúng lại nhưng không tiếp xúc để tránh ánh sáng chiếu vào và để khô gió ở nhiệt độ môi trường. Giấy làm từ xơ sợi thủy tinh không nhuộm màu được làm bao hòa với dầu ô liu thì không được để khô.

10 Quy trình B (tiếp xúc trong thời gian ngắn)

10.1 Ngâm hai tờ giấy làm từ xơ sợi thủy tinh không nhuộm màu (5.1) vào trong dung dịch thử (6.2, 6.3, 6.4 hoặc 6.5). Lấy các tờ giấy ra sau khi đã bao hòa dung dịch và loại dung dịch dư bằng cách vắt lên trên miệng của dụng cụ chứa.

10.2 Đặt một tờ giấy làm từ xơ sợi thủy tinh không nhuộm màu lên tấm thủy tinh (5.4) với mặt nhẵn quay lên trên. Ngay lập tức đặt mẫu thử (8) lên trên giấy làm từ xơ sợi thủy tinh không nhuộm màu. Phủ tiếp lên trên bằng một tờ giấy làm từ xơ sợi thủy tinh không nhuộm màu đã bão hòa thứ hai, với mặt nhẵn của nó tiếp xúc với mẫu thử. Đặt tấm thủy tinh thứ hai (5.4) lên trên cùng và bọc toàn bộ tổ hợp này bằng màng polyetylen (5.5) để tránh các cạnh bị khô, đặt lên đó quả nặng có khối lượng 1kg (5.6) và để trong 10 min ở nhiệt độ $(23 \pm 2)^\circ\text{C}$ và tránh ánh sáng chiếu vào trực tiếp.

10.3 Nếu mẫu thử được kiểm tra có định lượng lớn hơn 140 g/m^2 thì phải sử dụng số lượng chẵn các tờ giấy làm từ xơ sợi thủy tinh không nhuộm màu (5.1) sao cho tổng định lượng của chúng vừa lớn hơn định lượng của mẫu thử.

Chuẩn bị tổ hợp như mô tả trong 9.2 với từng tờ giấy làm từ xơ sợi thủy tinh được bão hòa và làm ráo riêng biệt, sau đó được xếp sao cho số lượng các tờ giấy làm từ xơ sợi thủy tinh tiếp xúc với cả hai mặt của mẫu thử là như nhau

10.4 Sau khi để yên trong 10 min, mở tổ hợp ra. Đưa các tờ giấy làm từ xơ sợi thủy tinh không nhuộm màu lên 3 đĩa thủy tinh từ $\varnothing 8 \text{ mm}$ đến $\varnothing 10 \text{ mm}$ đặt cạnh nhau, với mặt tiếp xúc với mẫu thử quay lên trên, che chúng lại nhưng không tiếp xúc để tránh ánh sáng chiếu vào và để khô gió ở nhiệt độ môi trường. Giấy làm từ xơ sợi thủy tinh không nhuộm màu được làm bão hòa với dầu ô liu thì không được để khô.

11 Giấy so sánh

11.1 Dung dịch cho giấy so sánh

Chuẩn bị dung dịch gốc như sau (1000 mg/l).

Hòa tan 1 g chất tăng trắng huỳnh quang (6.1) vào trong 800 ml nước cất hoặc nước khử ion (6.2) và bổ sung nước đến 1 lít. Sử dụng dung dịch gốc này để chuẩn bị các dung dịch có nồng độ chuẩn sau.

Bảng 1 – Nồng độ chuẩn của các dung dịch gốc

Cấp đánh giá	Dung dịch FWA	FWA mg/l
1	125 ml dung dịch gốc pha loãng đến 1 lít	125
2	31 ml dung dịch gốc pha loãng đến 1 lít	31
3	8 ml dung dịch gốc pha loãng đến 1 lít	8
4	3 ml dung dịch gốc pha loãng đến 1 lít	3

Dung dịch gốc và dung dịch pha loãng phải thường xuyên được pha mới.

11.2 Chuẩn bị giấy so sánh được làm trắng bằng chất huỳnh quang

Sử dụng giấy làm từ xơ sợi thủy tinh (5.1 và 5.2) để làm giấy so sánh và được xử lý như sau:

Cắt các mẫu hình tròn có đường kính 30 mm từ giấy làm từ xơ sợi thủy tinh. Cho 100 µl dung dịch chuẩn có nồng độ xác định vào mặt kính đồng hồ đường kính 40 mm (5.3). Đặt các mẫu giấy hình tròn, làm từ xơ sợi thủy tinh lên mặt kính đồng hồ có dung dịch chuẩn và để cho dung dịch chuẩn này thấm đều vào giấy làm từ xơ sợi thủy tinh (có thể bằng cách sử dụng một cái chày). Đặt mẫu hình tròn đã được thấm dung dịch lên tờ giấy làm từ xơ sợi thủy tinh kích thước 90 mm x 60 mm. Để khô các tờ giấy chuẩn đã được chuẩn bị trong chỗ tối và đánh dấu theo cấp độ đánh giá tương ứng với dung dịch FWA.

Đối với phép thử độ bền màu trong dầu ô liu, sử dụng giấy so sánh được xử lý ngâm tiếp trong dầu ô liu (6.5). Để loại dầu thừa, ép nhanh các giấy so sánh vào giữa hai tờ giấy lọc khô.

12 Đánh giá

Sự dính màu của giấy làm từ xơ sợi thủy tinh ở mặt tiếp xúc với mẫu được so sánh với giấy so sánh đã được chuẩn bị theo 11.2 dưới đèn cực tím (5.7). Sử dụng tia cực tím ở trong khoảng bước sóng UV-A để chiếu vào mẫu. Khi sử dụng nhiều lớp giấy làm từ xơ sợi thủy tinh thì chỉ đánh giá lớp tiếp xúc với mẫu thử.

Có sự phân biệt giữa năm cấp đánh giá khác nhau: Cấp 1 biểu thị độ bền màu kém; cấp 5 biểu thị độ bền màu tốt. Cấp độ đánh giá của giấy so sánh gần giống nhất với giấy làm từ xơ sợi thủy tinh bị dính màu được lấy là cấp độ đánh giá của giấy được thử.

Sự phát huỳnh quang không rõ (các đốm sáng nhỏ) có thể xuất hiện trên giấy làm từ xơ sợi thủy tinh mà không phải do chất làm trắng huỳnh quang truyền sang. Hiện tượng này có thể được tạo ra do các thành phần trong giấy, từ các cạnh của mẫu thử hoặc bụi trong không khí và đó không phải là sự phai màu của chất tẩy trắng huỳnh quang. Bởi vậy, sự phát huỳnh quang nhỏ hơn tương đương với cấp độ 4 được coi là không có sự phai màu của chất làm trắng huỳnh quang và được đánh giá là cấp 5.

Nếu hai mặt của mẫu thử cho kết quả khác nhau thì báo cáo riêng kết quả của từng mặt.

CHÚ THÍCH Trong trường hợp giấy hoặc cáctông chỉ có một mặt tiếp xúc với thực phẩm (ví dụ để bao gói thực phẩm) và biết được mặt tiếp xúc đó thì chỉ tiến hành đánh giá với mặt đó.

13 Báo cáo thử nghiệm

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

- Viện dẫn tiêu chuẩn này;
- Kết quả thử;
- Ký hiệu giấy hoặc cáctông được thử; mặt được thử nếu áp dụng;

- d) Quy trình A hoặc B;
 - e) Dung dịch thử và các lưu ý có liên quan khi đánh giá;
 - f) Ngày thử;
 - g) Bất kỳ sai khác nào so với tiêu chuẩn này.
-