TCVN **T I Ê U C H U Ẩ N Q U Ố C G I A**

TCVN 4361 : 2007

ISO 302 : 2004

Xuất bản lần 3

BỘT GIẤY – XÁC ĐỊNH TRỊ SỐ KAPPA

Pulps – Determination of Kappa number

HÀ NỘI - 2007

Lời nói đầu

TCVN 4361 : 2007 thay thế TCVN 4361 : 2002.

TCVN 4361 : 2007 hoàn toàn tương đương ISO 302 : 2004.

TCVN 4361 : 2007 do Ban kỹ thuật Tiêu chuẩn 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.

Xuất bản lần 3

Bột giấy – Xác định trị số Kappa

Pulps – Determination of Kappa number

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp xác định trị số Kappa của bột giấy. Trị số Kappa liên quan trực tiếp đến lượng lignin (độ cứng) hoặc khả năng tẩy trắng của bột.

Tiêu chuẩn này áp dụng cho tất cả các loại bột giấy hoá học và bán hoá học chưa tẩy trắng trong phạm vi trị số Kappa từ 1 đến 100. Đối với các loại bột có trị số Kappa trên 100, sử dụng clo để tách lignin như mô tả trong ISO 3260.

Để phép thử chính xác và có được độ chụm cao, lượng mẫu thử phải được điều chỉnh sao cho lượng dung dịch permanganat tiêu hao ở trong khoảng từ 20 % đến 60 % lượng dung dịch đã cho vào.

CHÚ THÍCH: Không có mối liên quan chung và rõ ràng giữa trị số Kappa và hàm lượng lignin của bột. Mối liên quan phụ thuộc vào loại nguyên liệu và phương pháp tách lignin. Tất cả các thành phần bị ôxi hóa bởi $KMnO_4$, không phải chỉ có lignin sẽ làm tăng lượng tiêu hao $KMnO_4$, và do đó tăng trị số Kappa (xem [7]). Nếu sử dụng trị số Kappa để tính hàm lượng lignin của bột, mỗi loại bột có một trị số riêng để tính.

2 Tài liệu viện dẫn

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

TCVN 4407 : 2001 Bột giấy- Xác định độ khô.nnnnnnnn

ISO 7213 *Pulp - Samling for testing* (Bột giấy - Lấy mẫu để thử).

3 Thuật ngữ và định nghĩa

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

3.1

Khả năng ôxi hóa (oxidation capacity)

lượng permanganat tương đối bị ô xi hóa tính theo (MnO_2) của tổng khả năng ô xi hóa .

3.2

Tổng khả năng ô xi hóa (total oxidation capacity)

khả năng ô xi hóa (lượng permanganat tiêu hao) khi tất cả permanganat bị ô xi hóa thành Mn^{2+}.

3.3

Trị số Kappa của bột (kappa number of pulp)

số mililít của dung dịch kali permanganat 0,02 mol/l tiêu hao cho 1 g bột (được tính trên cơ sở sấy khô) trong điều kiện qui định.

CHÚ THÍCH: Kết quả được hiệu chỉnh đến giá trị tương ứng nhận được khi lượng permanganat tiêu hao trong phép thử là 50 % của tổng khả năng oxy hoá ở nhiệt độ 25 °C.

4 Nguyên tắc

Bột được đánh tơi cho phản ứng với một lượng dung dịch kali permanganat qui định trong một thời gian nhất định. Số lượng bột được chọn để sao cho khoảng 50 % tổng khả năng ôxi hóa của permanganat còn lại không tiêu thụ hết vào cuối thời gian phản ứng.

Các phản ứng chính như sau:

1) Lượng lignin còn lại + các thành phần khác có thể bị ôxi hóa + MnO_4^- + $4H^+ \rightarrow$ lignin bị ôxi hóa + các thành phần khác bị ôxi hóa + MnO_4^- dư + MnO_2 + $2H_2O$

2) $2MnO_4^- + 10I^- + 16H^+ \rightarrow 2Mn^{2+} + 5I_2 + 8H_2O$

3) $MnO_2 + 4H^+ + 2I^- \rightarrow Mn^{2+} + 2H_2O + I_2$

4) $2S_2O_3^{2-} + I_2 \rightarrow S_4O_6^{2-} + 2I^-$

CHÚ THÍCH: Theo tính toán lý thuyết và quan sát thí nghiệm, sự tiêu hao 60 % (khối lượng/khối lượng) thực tế là điểm cuối cùng của sự tiêu hao đối với các ion permanganat, tại thời điểm này các ion đã được khử thành MnO_2. Sự ô xi hóa tiếp theo, được thực hiện theo MnO_2, được xem là “ngoài phạm vi”. Bằng cách cho thêm dung dịch Kali Iốt, phản ứng sẽ dừng lại và iốt tự do được chuẩn độ với dung dịch natri thiosunfat. Giá trị đạt được sẽ được điều chỉnh thành 50 % lượng tiêu hao của tổng khả năng ô xi hóa của permanganat.

5 Thuốc thử và vật liệu

Chỉ sử dụng hoá chất phân tích tinh khiết và nước cất hoặc nước có chất lượng tương đương.

5.1 Axit sunphuric, c(H_2SO_4) =2,0 mol/l .

Cẩn thận cho 112 ml axit sunphuric, H_2SO_4, tỷ trọng 1,84 g/l, vào trong khoảng 600 ml nước. Để lạnh và pha loãng với 1 lít nước.

5.2 Kali iôd, c(KI) =1 mol/l.

Hoà 166 g kali iôd, KI, với nước trong bình định mức 1 000 ml và đổ đầy đến vạch của bình.

5.3 Kali permanganat, c($KMnO_4$) = (0,020 ± 0,001) mol/l.

Hoà 3,161 g kali permanganat, $KMnO_4$, với nước trong bình định mức 1 000 ml và đổ đầy đến vạch của bình.

CHÚ THÍCH: Dung dịch mới ổn định ít nhất 6 tháng nếu để trong chai màu tối.

5.4 Natri thiosunphat, c($Na_2S_2O_3$) = (0,200 0 ± 0,0005) mol/l.

Hoà 49,65 g natri thiosunphat, $Na_2S_2O_3$. $5H_2O$ với nước trong bình định mức 1 000 ml và đổ đầy đến vạch của bình.

5.5 Chất chỉ thị tinh bột, dung dịch 2 g/l.

CHÚ THÍCH: Có thể sử dụng các dung dịch chuẩn có bán sẵn.

6 Thiết bị, dụng cụ

Sử dụng các thiết bị thông thường trong phòng thí nghiệm và các thiết bị dưới đây.

6.1 Máy khuấy, có dạng cánh quạt, được làm bằng thuỷ tinh hoặc vật liệu không gỉ (có thể sử dụng cánh khuấy từ được bọc bên ngoài bằng chất dẻo hoặc thuỷ tinh).

6.2 Thiết bị đánh tơi ướt, có tốc độ cao, có khả năng đánh tơi bột hoàn toàn và ít ảnh hưởng đến xơ sợi.

6.3 Bể ổn định nhiệt, có khả năng duy trì được nhiệt độ trong cốc phản ứng ở (25,0 ± 0,2) °C (xem 8.3 phần điều chỉnh nhiệt độ).

6.4 Đồng hồ bấm giây, có khả năng đo được 10 phút với độ chính xác đến 1 giây.

CHÚ THÍCH Các máy phân tích trị số Kappa tự động có thể được sử dụng nếu chúng tuân theo tiêu chuẩn này và có các kết quả giống nhau.

7 Lấy mẫu và chuẩn bị mẫu

7.1 Lấy mẫu

Nếu phép thử được tiến hành để đánh giá một lô bột, mẫu sẽ được lấy phù hợp với ISO 7213. Nếu phép thử được tiến hành với một loại mẫu khác, nguồn lấy mẫu và nếu có thể cả quy trình lấy mẫu phải ghi lại trong báo cáo thử nghiệm.

Phải đảm bảo phần mẫu thử được lấy đại diện cho bột.

Sự có mặt của một lượng nhỏ dịch nấu sẽ ảnh hưởng đến trị số Kappa, cho nên mẫu thử phải được rửa thật sạch.

7.2 Chuẩn bị mẫu

Chuẩn bị vật liệu thử theo một trong các quy trình sau.

7.2.1 Bột khô gió

Xé hoặc cắt bột thành các miếng nhỏ.

7.2.2 Bột ướt đã được sàng chọn, tách hết nước ở mẫu bột bằng các lọc bằng phễu Buechner hoặc bằng cách ly tâm, tránh làm mất các xơ sợi. Để mẫu bột khô trong không khí, hoặc sấy khô ở nhiệt độ không quá 105 °C và xé thành các miếng nhỏ.

7.2.3 Bột chưa được sàng chọn, thông thường thì mẫu được sàng trước khi tẩy trắng hoặc các xử lý khác, nhưng nếu mẫu được lấy từ bột chưa được sàng, thì loại bỏ các phần thô bằng cách sàng. Chọn một quy trình cho kết quả tương tự như kết quả thu được từ sàng công nghiệp. Mô tả phương pháp sàng trong báo cáo thử nghiệm. Tiếp tục chuẩn bị mẫu như mô tả ở 7.2.2.

CHÚ THÍCH: Nếu mẫu bột chứa một lượng bột thô đáng kể, quy trình sàng có thể dẫn đến những kết quả không chính sác. Một giá trị tin cậy hơn có thể đạt được bằng cách tách xơ sợi của mẫu trước khi tiến hành xác định. Ghi phương pháp tách sợi trong báo cáo thử nghiệm.

8 Cách tiến hành

8.1 Qui định chung

Tiêu chuẩn này qui định hai cách tiến hành khác nhau. Một cách được sử dụng trong phạm vi trị số Kappa từ 5 đến 100 và cách khác được sử dụng trong phạm vi trị số Kappa từ 1 đến 5.

Sự khác biệt chính giữa các cách tiến hành là số lượng bột và lượng $KMnO_4$ sử dụng và cách tính toán. Do giai đoạn khuấy khó thực hiện khi xác định trị số Kappa dưới 5, nên giảm lượng bột và permagnat.

Trong cả hai cách tiến hành đều theo 8.2 và 8.3. Các cách tiến hành riêng rẽ được mô tả trong 8.3.1 và 8.3.2.

Tiến hành xác định hai lần song song.

CHÚ THÍCH: Các thí nghiệm ở các nước Bắc Âu đã cho thấy việc xác định trị số Kappa theo cách tiến hành với trị số Kappa từ 5 đến 100 cho các kết quả tương đương với các kết quả thu được theo cách tiến hành với trị số Kappa từ 1 đến 5, trong phạm vi trị số Kappa từ 4 đến 6.

8.2 Thí nghiệm trắng

Tiến hành thí nghiệm trắng như qui trình được mô tả ở 8.3, nhưng không có bột. Ghi lại thể tích, V_1, chính xác đến 0,1 ml, của dung dịch natri thiosunfat (5.4) tiêu hao tại thời điểm chuyển mầu của phản ứng. Lượng dung dịch natri thiosunfat tiêu hao chỉ được sai lệch lớn nhất là $\pm$ 1 % so với giá trị lý thuyết (25,0 ml).

8.3 Tiến hành xác định

Trước khi cân các mẫu thử để xác định trị số Kappa và hàm lượng chất khô, điều hoà mẫu thử ít nhất 20 phút, hoặc cho đến khi đạt được khối lượng không đổi, gần mức cần bằng trong môi trường.

Cân một lượng bột chính xác đến 0,001 g, sao cho với lượng này, lượng kali permanganat sẽ tiêu hao khoảng 50 % (5.3). Các ví dụ về lượng bột thích hợp được đưa ra trong Bảng 1 và Bảng 2. Lượng permanganat tiêu hao phải nằm trong khoảng từ 20 % và 60 % (khối lượng/khối lượng) lượng dung dịch cho vào (xem [10]).

Cùng lúc đó, cân một mẫu thử riêng biệt để xác định hàm lượng chất khô theo ISO 638, hoặc theo bất kỳ phương pháp nào khác để xác định hàm lượng chất khô để cho được kết quả tương tự.

Bảng 1 – Khối lượng bột khô tuyệt đối thích hợp khi trị số Kappa từ 5 đến 100

Trị số Kappa	Khối lượng mẫu, g
5	4,5
6	4,0
8	3,0
10	2,5
15	1,5
20	1,2
25	1,0
30	0,9
35 đến 45	0,6
50 đến 55	0,5
60 đến 70	0,4
80 đến 90	0,3
100	0,25

Bảng 2 – Khối lượng bột khô tuyệt đối thích hợp khi trị số Kappa từ 1 đến 5

Trị số Kappa	**Khối lượng mẫu**, g
1	5,5
2 đến 3	4,0
4	3,0
5	2,5

Để tránh khó khăn ở giai đoạn khuấy khi trị số Kappa thấp (có nghĩa là 5 trong phạm vi trị số Kappa từ 5 đến 100, và từ 1 đến 2 trong phạm vi trị số Kappa từ 1 đến 5), lượng mẫu thử phải nhỏ hơn lượng tương ứng với khoảng 50 % của toàn bộ khả năng ôxi hóa của permanganat. Tuy nhiên, lượng mẫu vẫn phải tương ứng với ít nhất 20 % của toàn bộ khả năng ôxi hóa của permanganat.

Đánh tơi mẫu thử trong 300 ml nước cất cho đến khi xơ sợi phân tán hoàn toàn và không còn các bó xơ sợi to. Tránh các phương pháp đánh tơi làm xơ bị cắt ngắn. Rửa thiết bị đánh tơi với khoảng 90 ml nước cất. Nếu sử dụng cốc đánh tơi và cốc phản ứng là một, tiến hành đánh tơi trong 390 ml nước cất.

Đặt cốc vào bể ổn định nhiệt (6.3), điều chỉnh và duy trì nhiệt độ ở 25,0 °C ± 0,2 °C trong suốt quá trình phản ứng. Việc lựa chọn sử dụng bể ổn định nhiệt, nhiệt độ dung dịch mẫu thử trong thời gian phản ứng phải được ghi lại. Tuy nhiên, nhiệt độ của dung dịch mẫu thử cần phải ở trong khoảng 20 °C và 30 °C. Nếu nhiệt độ không ở trong khoảng 25,0 °C ± 0,2 °C thì phải hiệu chỉnh kết quả. Đọc nhiệt độ sau thời gian phản ứng 5 phút và lấy nhiệt độ này làm nhiệt độ phản ứng trung bình.

Điều chỉnh máy khuấy (6.1) để tạo ra xoáy nước có độ sâu khoảng 25 mm trong hỗn hợp phản ứng. Điều rất quan trọng là phải khuấy cho phù hợp.

8.3.1 Trị số Kappa từ 5 đến 100

Dùng pipet lấy 50 ml ± 0,1 ml dung dịch kali permanganat (5.3) và 50 ml axit sunfuric (5.1) cho vào cốc. Để hỗn hợp này đạt đến 25 °C, nhanh chóng bổ sung hỗn hợp này vào mẫu thử đã được đánh tơi và đồng thời bấm đồng hồ bấm giây (6.4). Rửa cốc với khoảng 10 ml nước cất và bổ sung phần rửa này vào hỗn hợp phản ứng. Tổng thể tích dung dịch là 500 ml. Sau 10 min ± 15 s, cho thêm chính xác 10 ml dung dịch kali iốt (5.2).

Ngay sau đó chuẩn độ iốt tự do bằng dung dịch natri thiosunfat (5.4). Cho thêm một vài giọt dung dịch chất chỉ thị tinh bột (5.5) vào cuối quá trình chuẩn độ (xem đoạn thứ hai từ dưới lên của điều 8.3.2). Ghi lại thể tích, V_2, lượng natri thiosunfat (5.4) bị tiêu hao ở phản ứng, chính xác đến 0,1 ml.

8.3.2 Trị số Kappa từ 1 đến 5

Dùng pipet lấy 25,0 ml ± 0,1 ml dung dịch kali permanganat (5.3) và 50 ml axit sunfuric (5.1) cho vào cốc. Để hỗn hợp này đạt đến 25 °C, nhanh chóng bổ sung hỗn hợp này vào mẫu thử đã được đánh tơi và đồng thời bấm đồng hồ bấm giây (6.4). Rửa cốc với khoảng 35 ml nước cất và bổ sung phần rửa này vào hỗn hợp phản ứng. Tổng thể tích dung dịch là 500 ml. Sau 10 min ± 15 s, cho thêm chính xác 10 ml dung dịch kali iốt (5.2).

Ngay sau đó chuẩn độ iốt tự do với dung dịch natri thiosunfat (5.4). Cho thêm một vài giọt dung dịch chất chỉ thị tinh bột (5.5) vào cuối quá trình chuẩn độ (xem đoạn thứ hai của điều này). Ghi lại thể tích, V_2, lượng natri thiosunfat (5.4) bị tiêu hao ở phản ứng, chính xác đến 0,1 ml.

Sự bay hơi của iốt ảnh hưởng rõ rệt trong việc xác định trị số Kappa. Thời gian giữa lúc bổ sung dung dịch kali iốt tại cuối thời điểm phản ứng, và hoàn thành việc chuẩn độ tiếp theo, phải càng ngắn càng tốt, đặc biệt khi chuẩn độ mẫu trắng.

Không bổ sung chất chỉ thị tinh bột cho đến khi phần lớn iốt bị khử bởi thiosunfat, bởi vì chất chỉ thị tinh bột sẽ ngăn cản việc giải phóng các iốt tự do từ kali iốt .

Nếu quá trình chuẩn độ được thực hiện trong một máy chuẩn độ tự động sử dụng điện cực bạch kim, thì không cần thiết phải bổ sung chất chỉ thị tinh bột.

9 Tính toán kết quả

9.1 Trị số Kappa từ 5 đến 100

Trị số Kappa, *X* được tính theo công thức sau:

$$V_a = \frac{(V_1 - V_2)c}{0,1}$$

$$X_1 = \frac{V_a d}{m}$$

$$X_2 = \frac{V_a d}{m}[1 + 0,013(25 - t)]$$

trong đó

X_1 là trị số Kappa không có nhiệt độ điều chỉnh;

X_2 là trị số Kappa có nhiệt độ điều chỉnh;

V_a là thể tích dung dịch kali permanganat (5.3) tiêu hao trong khi xác định, tính bằng mililit;

V_1 là thể tích dung dịch natri thiosunphat (5.4) tiêu hao trong thí nghiệm mẫu trắng, tính bằng mililit;

V_2 là thể tích dung dịch natri thiosunphat (5.4) tiêu hao trong mẫu thí nghiệm, tính bằng mililit;

c là nồng độ của dung dịch natri thiosunphat (5.4), tính bằng mol trên lít;

0,1 là hệ số, được lấy từ phép tính nồng độ đương lượng gam của dung dịch kali permanganat và stoichiometry của phản ứng trong khi chuẩn độ (f = 0,02 x 5);

d là hệ số hiệu chỉnh đến 50 % (khối lượng/khối lượng) lượng permanganat tiêu hao; d phụ thuộc vào giá trị của V_a (xem Bảng 3);

m là khối lượng khô của mẫu thử, tính bằng gam;

t là nhiệt độ thực tế của phản ứng, tính bằng nhiệt độ Celsius.

Bảng 3 – Hệ số hiệu chỉnh *d*, được biểu thị là hàm số của V_a (trị số Kappa từ 5 đến 100)

V_a	*d*									
ml	**0**	**1**	**2**	**3**	**4**	**5**	**6**	**7**	**8**	**9**
10	0,938	0,942	0,946	0,950	0,954	0,958	0,962	0,966	0,970	0,975
20	0,979	0,983	0,987	0,991	0,996	1,000	1,004	1,009	1,013	1,017
30	1,022									

CHÚ THÍCH: Hệ số hiệu chỉnh *d* được dựa trên cơ sở các thực nghiệm với trị số Kappa được tính theo công thức sau:

$$\log_{10} X = \log_{10} \frac{V_a}{m} + 0{,}00093(2l_a - 50)$$

9.2 Trị số Kappa từ 1 đến 5

Trị số Kappa, *X*, biểu thị bằng số, được tính theo công thức sau:

$$V_b = \frac{(\frac{V_1}{2} - V_2)c}{0{,}1}$$

$$X_1 = \frac{V_b d}{m}$$

$$X_2 = \frac{V_b d}{m}[1 + 0{,}013(25 - t)]$$

trong đó:

X_1 là trị số Kappa không có nhiệt độ điều chỉnh;

X_2 là trị số Kappa có nhiệt độ điều chỉnh;

V_b là thể tích dung dịch kali permanganat (5.3) bị tiêu hao trong khi xác định trị số Kappa từ 1 đến 5, tính bằng mililit;

V_1 là thể tích dung dịch natri thiosunphat (5.4) tiêu hao trong thí nghiệm mẫu trắng khi xác định trị số Kappa từ 5 đến 100, tính bằng mililit.

V_2 là thể tích dung dịch natri thiosunphat (5.4) tiêu hao trong khi xác định trị số Kappa từ 1 đến 5, tính bằng mililit;

c là nồng độ của dung dịch natri thiosunphat (5.4), tính bằng mol trên lít;

0,1 là hệ số, được lấy từ phép tính nồng độ đương lượng gam của dung dịch kali permanganat và stoichiometry của phản ứng trong khi chuẩn độ (f = 0,02 x 5);

d là hệ số hiệu chỉnh đến 50 % (khối lượng/khối lượng) của permanganat tiêu hao; d phụ thuộc vào giá trị của V_a (xem Bảng 4);

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

t là nhiệt độ thực tế của phản ứng, tính bằng nhiệt độ Celsius.

Bảng 4 – Hệ số hiệu chỉnh *d*, được biểu thị là hàm số của V_b (trị số Kappa từ 1 đến 5)

V_b	*d*									
ml	**0**	**1**	**2**	**3**	**4**	**5**	**6**	**7**	**8**	**9**
0						1,022	1,026	1,030	1,035	1,039
10	1,044	1,048	1,053	1,057	1,062	1,066				

CHÚ THÍCH: Trị số Kappa có thể được tính theo công thức sau:

$$\log_{10} X = \log_{10} \frac{V_b}{m} + 0,00093.2V_b$$

9.3 Biểu thị kết quả

Trị số Kappa của bột là giá trị trung bình của hai lần xác định và được lấy với độ chính xác như sau:

- Trị số Kappa $\leq$ 50: lấy chính xác đến 0,1;
- 50 $<$ trị số Kappa $\leq$ 100: lấy chính xác đến 0,5.

9.4 Thí dụ tính toán

Khối lượng mẫu thử khô gió 1,100 g

Hàm lượng chất khô của mẫu 91,5 % (khối lượng/khối lượng)

Khối lượng mẫu thử làm khô trong tủ sấy (91,5/100) x 1,100 g = 1,006 g

Thể tích dung dịch natri thiosunphat (5.4) tiêu hao trong thí nghiệm trắng, V_1 25,2 ml

Thể tích dung dịch natri thiosunphat (5.4) tiêu hao trong trong mẫu thí nghiệm, V_2 9,5 ml

Nồng độ của dung dịch natri thiosunphat (5.4), c 0,1910 mol/l

Thể tích dung dịch kali permanganat (5.3) tiêu hao trong mẫu thí nghiệm, V_a

$$\frac{(25,2-9,5)\times 0,1910}{0,1} = 30,0ml$$

Hệ số hiệu chỉnh, d 1,022

Trị số Kappa, X_1

$$\frac{30,0\times 1,022}{1,006} = 30,5$$

10 Độ chụm

10.1 Bột đối chiếu

Để bảo đảm kết quả được chính xác, nên lấy một loại bột có trị số Kappa đã biết trong cùng phạm vi như của mẫu thử được phân tích để đối chiếu. Bột đối chiếu phải để ở chỗ khô, mát và tối.

10.2 Độ lặp lại

Bốn mẫu bột được phân tích trong hai phòng thí nghiệm khác nhau với thiết bị được điều khiển bằng tay và trong bảy phòng thí nghiệm khác nhau với thiết bị tự động. Mỗi phòng thí nghiệm phân tích các mẫu thử bột khác nhau mười lần.

Kết quả được biểu thị là giá trị trung bình và hệ số chung của các biến thiên như sau:

Bảng 5 – Độ lặp lại của thí nghiệm xác định trị số Kappa

Giá trị của trị số Kappa	Thiết bị điều khiển bằng tay	
	Giá trị trung bình	Hệ số chung của các biến thiên, %
4	3,8 đến 4,3	0,7 đến 1,2
10	10,1 đến 10,6	0,6 đến 1,1
16	16,1 đến 16,5	0,9 đến 1,3
40	40,9 đến 42,5	0,4 đến 0,8
Giá trị của trị số Kappa	**Thiết bị tự động**	
	Giá trị trung bình	**Hệ số chung của các biến thiên, %**
4	4,3 đến 4,5	0,6 đến 3,1
10	10,2 đến 10,7	0,6 đến 1,5
16	16,1 đến 16,7	0,5 đến 1,7
40	42,3 đến 42,8	0,4 đến 1,2

10.3 Độ tái lập

Bốn mẫu bột được phân tích trong chín phòng thí nghiệm khác nhau, trong hai phòng thí nghiệm với thiết bị điều khiển bằng tay và trong bảy phòng với thiết bị tự động. Độ tái lập được biểu thị là hệ số của biến thiên tại bốn giá trị khác nhau của trị số Kappa

Bảng 6 - Độ tái lập của thí nghiệm xác định trị số Kappa

Giá trị của trị số Kappa	Giá trị trung bình	Hệ số của biến thiên, %
4	4,3	5,4
10	10,3	1,9
16	16,4	1,3
40	42,4	1,4

11 Báo cáo thử nghiệm

Báo cáo thử nghiệm gồm các thông tin sau:

a) tất cả các thông tin để nhận dạng hoàn toàn mẫu thử;

b) viện dẫn tiêu chuẩn này;

c) thời gian và địa điểm thí nghiệm;

d) kết quả, như qui định ở 9.3;

e) có sử dụng thiết bị tự động hay không ;

f) cách tiến hành được sử dụng (8.3.1 hoặc 8.3.2);

g) khối lượng của bột được thử nghiệm;

h) nếu mẫu đã được sàng thì cách tiến hành sàng ;

i) nếu mẫu đã được đánh tơi thì cách tiến hành đánh tơi mẫu;

j) bất cứ đặc điểm bất thường nào quan sát thấy trong khi tiến hành;

k) bất kỳ sự sai lệnh nào so với tiêu chuẩn này, hoặc bất kỳ trường hợp hoặc tác động nào có thể ảnh hưởng đến kết quả.

Thư mục tài liệu tham khảo

[1] ISO 3260, Pulps - Determination of chlorine consumption (Degree of delignification)

[2] HATTON, J.V., KEAYS, J.L.: Relationship of pulps yield with $KMnO_4$ no. and Kappa no. for kraft pulps. III Douglas-Fir. Pulp paper Mag. Canada 74(1973): 5, pp. 94-98

[3] TASMAN, J.E., BERZINS, V.: The permanganate consumption of pulp material. Tappi, 40(1957):9, pp.691-704

[4] VALEUR,C., TORNGREN, I.: Aproposed method for determining the prmanganate number of pulps. Svensk Papperstid., 60(1957): 22, pp. 829-835

[5] WATSON, A.J., STAMP, C.: The influence of different operating procedures on the permanganate number determination. APPITA, 11(1957):1, pp. 4-11

[6] WATSON, A.J.,: The influence of the method of sample preparation on the permanganate consuming capacity of chemical pulp. APPITA, 12(1959):4, pp. 137-139

[7] GELLERSTEDT G., Li, J. and SEVASTYANOVA, O. the relationship between Kappa number and oxidizable structures in bleached kraft pulps. International Pulp Bleaching Conference, Halifax 2000, Proceedings, Vol. 1, pp. 203-206

[8] BERZINS V.: A Rapid Procedure for the Determination of Kappa Number. Tappi, 48(1965):1, pp. 15-20

[9] Li, J. and GELLERSTEDT G. Kinetics and mechanism of Kappa number determination. NPPRJ 13(1998):2 pp. 147-151

[10] Li, J. and GELLERSTEDT G. On the structual significance of the Kappa number measurement. NPPRJ 13(1998):2 pp. 153-158