

TCVN 7066-2 : 2008

ISO 6588-2 : 2005

Xuất bản lần 2

**GIẤY, CÁCHÔNG VÀ BỘT GIẤY –
XÁC ĐỊNH pH NƯỚC CHIẾT –
PHẦN 2: PHƯƠNG PHÁP CHIẾT NÓNG**

*Paper, board and pulps – Determination of pH of aqueous extracts –
Part 2: Hot extraction*

HÀ NỘI – 2008

Lời nói đầu

Bộ TCVN 7066 : 2008 thay thế TCVN 7066 : 2002.

TCVN 7066 – 2 : 2008 hoàn toàn tương đương với ISO 6588 - 2 : 2005.

TCVN 7066 – 2 : 2008 do Ban kỹ thuật Tiêu chuẩn TCVN/TC 6 Giấy và cáctông biên soạn, Tổng cục Tiêu chuẩn Đo lường Chất lượng đề nghị, Bộ Khoa học và Công nghệ công bố.

Bộ TCVN 7066 *Giấy, cáctông và bột giấy – Xác định pH nước chiết*, gồm các phần sau:

- TCVN 7066 -1 : 2008, Phần 1: Phương pháp chiết lạnh.
- TCVN 7066 – 2 : 2008, Phần 2: Phương pháp chiết nóng.

Giấy, cactông và bột giấy – Xác định pH nước chiết – Phần 2: Phương pháp chiết nóng

*Paper, board and pulps – Determination of pH of aqueous extracts –
Part 2: Hot extraction*

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp xác định giá trị pH các chất điện ly được chiết bằng nước nóng từ mẫu giấy, cactông hoặc bột giấy.

Tiêu chuẩn này được áp dụng cho tất cả các loại giấy, cactông và bột giấy.

Do lượng chất có tính ion chiết được rất ít, như bằng không, như trong trường hợp của bột giấy có độ sạch cao, độ chụm của phương pháp này sẽ giảm vì khi tiến hành đo pH trong nước chứa ít chất điện ly sẽ khó.

Do phương pháp chiết trong tiêu chuẩn này được thực hiện với nước cất hoặc nước đã khử ion, nên giá trị pH đo được đôi khi khác (ví dụ đối với bột giấy được tẩy trắng) so với giá trị pH đo được ở điều kiện nước sản xuất khác nhau, ví dụ như sử dụng nước sông đã được xử lý hoá chất có chứa chất điện ly.

Phần 1 của bộ tiêu chuẩn này chỉ khác phần 2 ở các điều kiện chiết. Không thể đưa ra hướng dẫn chung để hai cách tiến hành (nóng và lạnh) phù hợp trong một điều kiện cụ thể.

Đối với các loại giấy kỹ thuật điện, sử dụng phương pháp ở IEC 60554 - 2 (xem [4] trong thư mục tài liệu tham khảo).

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 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 : 2007 (ISO 186 : 2002), Giấy và cactông - Lấy mẫu để xác định chất lượng trung bình.

TCVN 4360 : 2001 ISO 7213 : 1981) Bột giấy - Lấy mẫu để thử nghiệm.

TCVN 7066-2 : 2008

TCVN 4851 – 89 (ISO 3696 : 1987), Nước dùng để phân tích trong phòng thí nghiệm – Yêu cầu kỹ thuật và phương pháp thử.

3 Nguyên tắc

Chiết 2 g mẫu thử trong 1 h bằng 100 ml nước sôi có độ tinh khiết cao. Lọc nước chiết và bổ sung dung dịch muối. Đo giá trị pH của nước chiết ở nhiệt độ giữa 20 °C và 25 °C.

4 Thuốc thử

4.1 Nước, nước cất hoặc nước khử ion sẽ được sử dụng trong suốt phép thử. Độ dẫn điện riêng của nước không được vượt quá 0,1 mS/m sau khi đun sôi 1 h và làm lạnh trong môi trường không axit (ví dụ, không có CO₂, SO₂, H₂S) ở nhiệt độ giữa 20 °C và 25 °C. pH của nước phải ở trong phạm vi từ 6,8 đến 7,3. Hướng dẫn xác định độ dẫn điện riêng của nước được qui định trong TCVN 4851 – 89 (ISO 3696 : 1987).

4.2 Dung dịch đệm chuẩn, có giá trị pH đã biết là 4, 7 và 9. Các dung dịch đệm như vậy có bán sẵn trên thị trường. Cách pha các dung dịch đệm được mô tả trong phụ lục A.

4.3 Dung dịch kali clorua, khoảng 1M. Hoà tan khoảng 7,4 g KCl, loại có cấp độ phân tích trong 100 ml nước cất vừa sôi. Dung dịch được chuẩn bị mới mỗi tuần.

5 Thiết bị, dụng cụ

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

5.1 Dụng cụ thuỷ tinh có độ bền với hoá chất, bình có cổ mài, nút, cốc đong, bình sinh hàn và phễu lọc bằng thuỷ tinh. Tất cả các dụng cụ thuỷ tinh phải được rửa với dung dịch rửa có tính axit, không sử dụng xà phòng hoặc thuốc tẩy và chúng phải được rửa cẩn thận lại với nước (4.1) và sấy khô trước khi sử dụng.

5.2 Máy đo pH, với điện cực bằng thuỷ tinh và điện cực calomen hoặc điện cực kép, có thể đọc được đến giá trị pH nhỏ nhất là 0,05.

6 Lấy mẫu và chuẩn bị mẫu

6.1 Lấy mẫu

Cách tiến hành lấy mẫu phụ thuộc vào các tình huống cụ thể trong mỗi trường hợp. Nếu việc phân tích được tiến hành để đánh giá một lô hoặc một số ít bột giấy, giấy hoặc cactông, thì mẫu phải được lấy theo TCVN 4360 : 2001 ISO 7213 : 1981) hoặc TCVN 3649 : 2007 (ISO 186 : 2002). Nếu việc phân tích được tiến hành trên loại mẫu khác, phải ghi trong báo cáo thử nghiệm về nguồn gốc của mẫu và, nếu có thể, cả cách tiến hành lấy mẫu.

Sử dụng găng tay bảo vệ sạch khi lấy mẫu bằng tay.

CHÚ THÍCH Một số gắng tay được thoa bột để ngăn khối dính vào nhau, và loại bột này có thể làm bẩn mẫu.

6.2 Chuẩn bị mẫu thử

Không sờ vào mẫu bằng tay trần và phải đảm bảo mẫu được đặt trên các mặt phẳng sạch. Cắt hoặc xé mẫu thành các mảnh nhỏ có kích thước khoảng 1 cm² bằng dao sắc hoặc máy cắt. Đối với các mẫu cát tông dày, tách chuyển thành lớp mỏng.

Trộn đều các mảnh mẫu. Bảo quản mẫu trong dụng cụ chứa sạch, có nắp đậy.

7 Cách tiến hành

Tiến hành xác định hai mẫu song song.

7.1 Cân mẫu

Cân 2,0 g ± 0,1 g mẫu (6.2) khô gió.

CHÚ THÍCH Do khối lượng mẫu không phải là yếu tố quyết định, do đó không cần phải xác định độ khô để điều chỉnh vì sự khác nhau do độ ẩm là rất nhỏ.

7.2 Chiết

Cho 100 ml nước (4.1) cho vào bình 250 ml (5.1) và đun sôi. Bỏ sung mẫu đã cân vào bình, gắn ống sinh hàn (5.1) vào bình và tiếp tục đun sôi nhẹ trong 1 h ± 5 min trên bếp điện.

Làm nguội bình nhanh đến nhiệt độ trong khoảng từ 20 °C đến 25 °C với ống sinh hàn vẫn để nguyên. Lọc nước chiết qua phễu lọc thủy tinh vào một cốc thí nghiệm (5.1). Cho thêm ngay 2 ml dung dịch kali clorua (4.3) và tiếp tục đo.

7.3 Xác định pH

Vận hành máy đo pH theo hướng dẫn của nhà sản xuất. Rửa các điện cực với nước (4.1); cho nước chảy ra từ các điện cực, nhưng không lau chúng. Hiệu chuẩn máy đo pH (5.2) ở nhiệt độ giữa 20 °C và 25 °C bằng hai dung dịch đệm khác nhau (4.2) có giá trị pH sao cho pH của nước chiết nằm trong khoảng giá trị pH của hai dung dịch đệm. Dung dịch đệm thứ nhất được chọn sao cho giá trị pH của dung dịch đệm ở trong cùng phạm vi giống như điểm “không điện” của máy đo pH (thường = 7). Việc đọc pH của dung dịch đệm thứ hai phải phù hợp với giá trị chính xác đến 0,1.

Nếu máy đo pH không thể cho được giá trị pH chính xác của dung dịch đệm thứ hai thì tham khảo hướng dẫn của nhà sản xuất. Khi độ chênh lệch pH vượt quá 0,2 thì có thể có một điện cực bị lỗi. Tương tự, sự tăng hoặc giảm chậm nhưng liên tục trong khi đọc cũng cho thấy các điện cực bị lỗi.

Sau khi hiệu chuẩn, rửa sạch điện cực vài lần với nước (4.1) và lần cuối với một lượng nhỏ nước chiết. Kiểm tra nhiệt độ của nước chiết trong khoảng giữa 20 °C và 25 °C. Nhúng các điện cực vào nước chiết. Ghi lại pH trong vòng 30 s khi giá trị đo không còn bị trôi.

TCVN 7066-2 : 2008

Trước khi đo mẫu tiếp theo, rửa sạch điện cực cẩn thận với nước (4.1) để loại bỏ mọi vết của mẫu hoặc dung dịch đệm.

Ở giai đoạn cuối của các phép đo, kiểm tra các điện cực bằng các dung dịch đệm.

8 Tính toán kết quả

Tính giá trị trung bình của hai lần xác định.

Ghi lại giá trị pH chính xác đến 0,1. Các kết quả đo pH riêng biệt không được chênh lệch quá 0,2; nếu không, lặp lại phép đo trên hai mẫu nước chiết bổ sung, và ghi lại giá trị trung bình và dải đo của tất cả các lần đo.

9 Độ chụm

9.1 Độ lặp lại

Các giá trị pH của bốn mẫu thử khác nhau được xác định trong một phòng thí nghiệm theo tiêu chuẩn này. Mười lần xác định được tiến hành trong mỗi trường hợp. Các giá trị trung bình và các hệ số biến thiên đối với mỗi loại mẫu được đưa ra ở bảng 1.

Bảng 1 - Độ lặp lại của phương pháp này

Mẫu thử	pH	Hệ số biến thiên, %
Giấy phôi tô	10,0	0,21
Cáctông	8,7	0,64
Bột giấy tẩy trắng	5,2	0,50
Bột giấy chưa tẩy trắng	8,0	0,54

9.2 Độ tái lập

Các giá trị pH của bốn mẫu thử khác nhau được xác định trong năm phòng thí nghiệm khác nhau theo tiêu chuẩn này. Các giá trị trung bình và hệ số biến thiên đối với mỗi loại mẫu, dựa trên các kết quả của năm phòng thí nghiệm, được đưa ra ở bảng 2.

Bảng 2 - Độ tái lập của phương pháp này

Mẫu thử	pH	Hệ số biến thiên, %
Giấy phôi tô	9,7	2,6
Cáctông	8,5	1,8
Bột giấy tẩy trắng	5,6	9,6
Bột giấy chưa tẩy trắng	8,0	4,9

10 Báo cáo thử nghiệm

Báo cáo thử nghiệm bao gồm các thông tin sau

- a) viện dẫn tiêu chuẩn này;
- b) ngày và nơi thử;
- c) tất cả các thông tin cần thiết để nhận dạng toàn bộ mẫu thử;
- d) kết quả, được biểu thị như chỉ dẫn ở điều 8;
- e) bất kỳ đặc điểm bất thường nào quan sát thấy trong khi thử;
- f) bất kỳ sai lệch nào so với tiêu chuẩn này hoặc bất kỳ tình huống nào có ảnh hưởng đến kết quả.

Phụ lục A

(tham khảo)

Chuẩn bị một số dung dịch đệm chuẩn

Tất cả các thuốc thử được sử dụng là loại thuốc thử có cấp độ tinh khiết. Các dung dịch đệm phải được pha mới ít nhất một tháng một lần. Các muối anhydrit ở A.1 và A.2 phải được sấy khô ở nhiệt độ 120 °C.

A.1 Dung dịch đệm pH 4,0: kali hydro phtalat, 0,05 mol/l dung dịch

Hoà tan 10,21 g kali hydro phtalat ($\text{KHC}_8\text{H}_4\text{O}_4$) trong nước (4.1) trong bình định mức 1 l và pha loãng đến vạch.

Giá trị pH của dung dịch này ở nhiệt độ 20 °C là 4,00 và ở nhiệt độ 25 °C là 4,01.

A.2 Dung dịch đệm pH 6,9: dung dịch kali đihydro phosphat và dung dịch đinatri hydro phosphat

Hoà tan 3,39 g dung dịch kali đihydro phosphat (KH_2PO_4) và 3,54 g đinatri hydro phosphat (Na_2HPO_4) trong nước (4.1) trong bình định mức 1 l và pha loãng đến vạch.

Giá trị pH của dung dịch này ở nhiệt độ 20 °C là 6,87 và ở nhiệt độ 25 °C là 6,86.

A.3 Dung dịch đệm pH 9,2: dung dịch đinatri tetraborat

Hoà tan 3,80 g dung dịch tetraborat decahydrat ($\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$) trong nước cất trong bình định mức 1 l và pha loãng đến vạch.

Giá trị pH của dung dịch ở nhiệt độ 20 °C là 9,23 và ở nhiệt độ 25 °C là 9,18.

Phụ lục B

(tham khảo)

Thư mục tài liệu tham khảo

- [1] TCVN 7066 – 1: 2008 (ISO 6588 – 1: 2005), Giấy, cát tông và bột giấy – Xác định pH nước chiết – Phần 1: Phương pháp chiết lạnh.
 - [2] SCALLAN, A.M. The pH inside the fibre wall. Cellulose Sources and Exploitation (edited by Kennedy J.F., Philips G.O and Williams P.A.), Eric Horwood, London, p. 211 (1990)
 - [3] SCALLAN, A.M. Predicting the Ion-Exchange of Kraft Pulp Using Donnan Theory, Journal of Pulp and Paper Science 22:9, pp. J332-337, 1996.
 - [4] IEC 50554-2, Cellulosic papers for electrical purposes – Part 3: Methods of test. Available via www.iec.ch
-