



CỘNG HÒA XÃ HỘI CHỦ NGHĨA VIỆT NAM

TIÊU CHUẨN VIỆT NAM

# GIẤY VÀ CÁCH TÔNG

PHƯƠNG PHÁP XÁC ĐỊNH THÀNH PHẦN  
VÀ HÀM LƯỢNG XƠ

TCVN 3980 — 84

HÀ NỘI — 1985

**Cơ quan biên soạn:**

Viện Công nghiệp giấy và xenlulo  
Bộ Công nghiệp nhẹ

**Cơ quan đề nghị ban hành:**

Bộ Công nghiệp nhẹ

**Cơ quan trình duyệt:**

Tổng Cục Tiêu chuẩn – Đo lường – Chất lượng  
Ủy ban Khoa học và Kỹ thuật Nhà nước

**Cơ quan xét duyệt và ban hành:**

Ủy ban Khoa học và Kỹ thuật nhà nước

Quyết định ban hành số: 451 /QĐ Ngày 22 tháng 12 năm 1984

<b>GIẤY VÀ CÁCH TÔNG</b>		<b>TCVN 3980-84</b>
<b>Phương pháp xác định thành phần và hàm lượng xơ</b>		
Бумага и картон Методы определения состава по волокну	Paper and board Method for determina- tion of fibrous composition	<b>Có hiệu lực từ: 1.7.1985</b>

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp xác định thành phần xơ của các loại giấy, cách tông sản xuất từ xenlulo, bán xenlulo hoặc sợi dệt, sợi tổng hợp, sợi nhân tạo.

## 1. CHUẨN BỊ MẪU

1.1. Mẫu thử để xác định thành phần xơ trong giấy và cách tông cắt từ 5 tờ mẫu khác nhau theo TCVN 3649 - 81, mỗi mẫu thử có kích thước 15×30mm.

Từ mẫu thử đã lấy dùng thuốc thử thích hợp làm mất khả năng liên kết giữa các xơ.

### 1.2. Thiết bị, dụng cụ

Kính hiển vi có độ phóng đại từ 70 đến 120 lần, thước đo trên kính hiển vi có thang đo và dấu thập;

Dụng cụ chiếu sáng;

Kính lam có kích thước 76×26×(1,0÷1,5)mm;

Kính mỏng có kích thước 20×20×(0,15÷0,18)mm hoặc 18×18×(0,15÷0,18)mm;

Đồng hồ bấm giây;

Cốc có mỏ, dung tích 100ml, chịu nhiệt;

Đũa thủy tinh đầu tày, đường kính 2mm;

Cốc sứ có nắp, dung tích 50ml;

Bếp điện;

Ống nhỏ giọt;

Ống đong hình trụ;

Bàn chuẩn bị tiêu bản;

Kim mũi nhọn;

Kim mũi mác ;

Giấy lọc.

1.3. Hóa chất và dung dịch :

Nước cất theo TCVN 2117-77 ;

Xút (NaOH) tinh khiết, dung dịch 1% và 10% ;

Axit Clohydric (HCl) tinh khiết, dung dịch 0,1% ;

Axit sunfuric ( $H_2SO_4$ ) tinh khiết, pha loãng tỷ lệ 1:1 ;

Canxi cacbonat ( $CaCO_3$ ) tinh khiết, dung dịch 0,5% ;

Hydro Peroxit ( $H_2O_2$ ) tinh khiết, dung dịch 2% ;

Canxi nitrat ( $Ca(NO_3)_2$ ) tinh khiết, dung dịch 50% ;

Canxi clorua ( $CaCl_2$ ) tinh khiết, phân tích dung dịch 3% ;

Cacbon tetraclorua ( $CCl_4$ ) tinh khiết, phân tích ;

Ete etylic tinh khiết ;

Dicloetan tinh khiết ;

Axeton tinh khiết ;

Benzen tinh khiết.

1.4. Dùng kim mũi nhọn và kim mũi mác tách xơ

Tùy thuộc vào loại giấy và cátông mà tiến hành xử lý bằng nước cất, thuốc thử hoặc dung dịch ở các phần sau cho mỗi loại.

1.4.1. Đối với giấy và cátông không có lớp tráng bề mặt hoặc gia keo nội bộ ít, tùy thuộc vào mức liên kết của các xơ mà áp dụng một trong các cách sau :

Ngâm hoặc đun sôi mẫu thử 5 phút trong nước cất.

Đun sôi mẫu thử 5 phút trong dung dịch xút 1%, rồi rửa bằng nước cất.

Đun sôi mẫu thử 15 đến 30 phút trong dung dịch Axit Clohydric 0,1%, rồi rửa bằng nước cất.

1.4.2. Đối với giấy và cátông có lớp tráng bề mặt, tùy thuộc vào mức liên kết của các xơ mà áp dụng một trong các cách sau :

Đun sôi mẫu thử 5 phút trong dung dịch canxi cacbonat 0,5% hoặc dung dịch xút 0,1%, rồi cẩn thận dùng dũa thủy tinh loại bỏ lớp tráng trong dung dịch.

Ngâm mẫu thử 3 lần liên tiếp trong dung dịch cacbon tetraclorua, mỗi lần 10 phút, sau đó đun nóng trong dung dịch xút 1% 5 phút.

Đối với giấy và cactông tráng bằng paraphin dùng ête êtylic hoặc axêton ngâm 3 lần liên tục.

Đối với giấy tráng nhựa đường (bitum) dùng benzen hoặc dicloetan để loại bỏ nhựa đường.

Đối với giấy và cactông có tráng viscô, ngâm mẫu thử 5 phút trong dung dịch canxi nitrat nóng 50%, sau đó đun sôi 15 - 20 phút trong dung dịch xút 1%.

1.4.3. Giấy và cactông có mẫu, tùy thuộc vào mức liên kết giữa các xơ mà áp dụng một trong các cách sau:

Ngâm mẫu thử từ 30 giây đến 2 phút trong dung dịch axit sunfuric tỷ lệ 1:1 và đun nóng đến 60°C, sau đó rửa bằng nước cất.

Đun sôi mẫu thử 3 phút trong dung dịch xút 10%, sau đó rửa bằng nước cất.

## 2. XÁC ĐỊNH THÀNH PHẦN XƠ TRONG GIẤY VÀ CACTÔNG

### 2.1. Nguyên tắc

Dựa vào đặc tính riêng biệt của từng loại xơ mà dùng chất màu hoặc thuốc thử để nhuộm và phân biệt.

### 2.2. Chuẩn bị tiêu bản

Đưa một phần mẫu đã thực hiện ở phần 1.4. lên kính lam (kính lam đã đặt trên bàn chuẩn bị tiêu bản) cho vào mẫu 2, 3 giọt nước cất, dùng kim mũi nhọn và kim mũi móc, tách riêng rẽ từng xơ ra. Sau đó dùng giấy lọc hoặc nút bông thấm nước thừa.

Mẫu xơ đã làm khô đem nhuộm màu bằng thuốc thử hoặc chất màu để xác định từng loại xơ ở phần sau.

Vạch 2 đường mức cách 2 mép phía chiều rộng kính lam một khoảng 25 mm để ngăn xơ khỏi tràn ra ngoài đường mức đó.

Chất vạch đường mức được điều chế như sau: hòa 15 g axit stearic tinh khiết trong 60ml nước cất; sau đó cho dung dịch nhôm sunfát vào (10 g  $Al_2(SO_4)_3 \cdot 18H_2O$  trong 100 ml nước cất). Dùng đũa thủy tinh khuấy đều, để một thời gian dung dịch hình thành những miếng nhôm stearat nhỏ nổi lên, lấy những miếng

đó ra làm khô ở bình nút âm. Lấy 0,7 g nhôm stearat hòa tan trong 50 ml benzen.

### 2.3. Nhuộm mẫu và tiến hành xác định

2.3.1. Xác định nhóm, phân nhóm xơ trong giấy và cátông

2.3.1.1. Chuẩn bị dung dịch clo-kẽm-iốt.

Dung dịch A: Hòa 50 g kẽm Clorua tinh khiết vào 25ml nước cất. Dung dịch có tỷ trọng 1,75-1,82.

Dung dịch B: Hòa 5,25 g kali iodua tinh khiết và 0,25 g iốt tinh thể tinh khiết vào 12,5 ml nước cất.

Nhỏ từng giọt dung dịch B vào dung dịch A, khuấy đều. Dung dịch hỗn hợp nhận được cho vào ống đong sạch, khô và dùng nút thủy tinh đậy lại. Dung dịch này để ở chỗ sáng 24 giờ, sau đó bỏ cặn và cho vào lọ thủy tinh màu. Dung dịch này không được để lâu quá 6 tuần và phải để ở chỗ tối.

2.3.1.2. Nhuộm xơ trên tiêu bản

Xơ đã chuẩn bị trên kính lam theo điều 2.2. cho vào 2 - 3 giọt clo-kẽm-iốt, dàn đều dung dịch và đậy lên đó một tấm kính mỏng, nhẹ nhàng dùng giấy lọc thấm dung dịch dư thừa.

2.3.1.3. Dựa vào màu sắc của xơ sau khi nhuộm bằng dung dịch clo-kẽm-iốt và cấu trúc của xơ xác định dưới kính hiển vi để xác định nhóm, phân nhóm, dạng xơ theo bảng sau

2.3.2. Xác định xơ xenlulozô tẩy trắng và chưa tẩy trắng.

2.3.2.1. Chuẩn bị dung dịch.

Dung dịch C: Hòa 3,3 g kali feri xyanic tinh khiết vào 100ml nước cất

Dung dịch D: Hòa 2,7 g sắt II clorua tinh khiết vào 100 ml nước cất

Dung dịch D: Hòa 0,5 g benzofurfurin 4B tinh khiết vào 100 ml rượu etylic tinh khiết 50 %

2.3.2.2. Nhuộm xơ trên tiêu bản

Mẫu đã chuẩn bị trên tiêu bản cho 2 giọt dung dịch C, dàn đều, sau 30 giây cho tiếp 2 giọt dung dịch D dàn đều. Sau 30 giây, xơ ở tiêu bản làm khô bằng giấy lọc và rửa bằng nước cất, thấm khô bằng giấy lọc. Sau khi thấm khô, cho 2 giọt dung dịch D, dàn đều để trong 1 phút, thấm khô bằng giấy lọc và lại rửa nước cất, thấm khô bằng giấy lọc. Khi xơ đã có màu, rỏ 2 giọt nước cất vào đậy kính mỏng lên.

Tên gọi xơ			Thành phần cấu trúc hiển vi			
Nhóm	Phân nhóm	Màu tạo thành với clo-kẽm iốt	Sợi	Ổng mạch	Tế bào biểu mô	Tế bào nhu mô
Xenlulozơ gỗ	Gỗ lá rộng	Xanh tím	+	+		
	Gỗ lá kim	Xanh tím	+			
Xenlulozơ thực vật ngắn ngày	Rơm rạ lau sậy, tre nứa, bã mía	Xanh tím	+		+	+
		Xanh tím	+	+	+	+
Bán xenlulozơ gỗ	Gỗ lá kim gỗ lá rộng	Vàng tím	+			
		Vàng tím	+	+		
Bán xenlulozơ thực vật ngắn ngày	Rơm rạ lau sậy, tre nứa, bã mía	Vàng tím	+	+	+	+
		Vàng tím	+	+	+	+
Bột mài	Gỗ lá kim Gỗ lá rộng	Vàng	+			
		Vàng	+	+		
Bột mài, thực vật ngắn ngày		Vàng	+	+	+	+
Sợi bông		Vàng hồng	+			
Sợi động vật		Không màu	+			
Sợi vô cơ		Không màu	+			
Sợi tổng hợp		Không màu	+			
Sợi nhân tạo		Xanh tối	+			

2.3.2.3. Xác định xơ trên kính hiển vi.

Đưa tiêu bản đã nhuộm lên kính hiển vi để xác định màu nếu:

Xơ xenlulô tẩy trắng sẽ có màu hồng;

Xơ xenlulô chưa tẩy trắng sẽ có màu xanh;

Xơ bột gỗ mài và bán xenlulô có màu xanh.

2.3.3 Xác định xơ xenlulô của gỗ lá rộng và gỗ lá kim

2.3.3.1. Chuẩn bị dung dịch

Dung dịch E: Hòa 100 g canxi nitrat loại tinh khiết vào 50 ml nước cất

Dung dịch clo-kẽm-iốt: theo 2.3.1.1..

2.3.3.2. Nhuộm xơ trên tiêu bản.

Mẫu đã chuẩn bị trên tiêu bản cho 2 giọt dung dịch E vào dàn đều, sau 45-60 giây cho thêm 1 giọt clo-kẽm-iốt và dàn đều đều trong 30 giây, sau đó đập kính mỏng lên, dùng giấy lọc thấm dung dịch thừa đi.

2.3.3.3. Xác định xơ trên kính hiển vi

Đưa tiêu bản đã nhuộm lên kính hiển vi để xác định màu nếu:

Xơ xenlulô gỗ lá rộng sẽ có màu xanh hoặc xanh xám;

Xơ xenlulô gỗ lá kim sẽ có màu hồng hoặc hồng xám;

Xơ bông sẽ có màu vàng da cam;

Bột gỗ mài sẽ có màu vàng.

2.3.4. Xác định xơ xenlulô sunfat và xenlulô sunfit tẩy trắng.

2.3.4.1. Chuẩn bị dung dịch.

Dung dịch H: 30-35 ml dung dịch axit clohydric 0,4 %

Dung dịch I: Hòa 0,7-1 g fucxin kiềm tinh khiết và 100 ml nước cất.

Dung dịch K: dung dịch axit clohydric tinh khiết 0,02 N

Dung dịch L: Hòa 50 g kẽm clorua tinh khiết và 15 g canxi clorua thể tinh khiết vào 100 ml nước cất và 0,5 ml axit clohydric 0,02 N

Dung dịch clo-kẽm-iốt: theo 2.3.1.1.

2.3.4.2. Nhuộm xơ:

Cân 0,05 g mẫu cho vào dung dịch H, đun sôi 15 phút, chắt bỏ axit, rửa lại bằng nước cất. Sau đó đun sôi với nước cất 1 phút.



Đưa mẫu lên kính lam dần đều sợi và làm khô bằng giấy lọc.

Cho vào mẫu 2, 3 giọt dung dịch I, dần đều, làm khô xơ bằng giấy lọc và rửa bằng dung dịch K 15 giây, làm khô bằng giấy lọc. Sau đó cho 2, 3 giọt clo-kẽm-iốt để trong 30 giây, thấm khô bằng giấy lọc. Sau khi thấm khô, cho 2, 3 giọt dung dịch L, dần đều sau 1 phút đẩy lên tiêu bản tấm kính mỏng, dùng giấy lọc thấm bỏ thuốc thừa.

### 2.3.1.3. Xác định xơ trên kính hiển vi

Đưa tiêu bản đã nhuộm mẫu lên kính hiển vi để xác định màu nếu:

Xơ xenlulô sunfit sẽ có màu hồng thắm;

Xơ xenlulô sunfat sẽ có màu xanh hoặc xanh thắm;

Xơ bông không có màu;

Xơ bột gỗ mái sẽ có màu tím sáng.

2.3.5. Xác định xơ xenlulô sunfat và sunfit gỗ lá kim chưa tẩy trắng.

#### 2.3.5.1. Chuẩn bị dung dịch

Dung dịch M: Hòa 1g xanh malakhit tinh khiết vào 100 ml nước cất.

Dung dịch N: Hòa 0,5g fuexin kiềm tinh khiết vào 100 ml nước cất.

Dung dịch O: axit clohydric 0,1%.

#### 2.3.5.2. Nhuộm xơ trên tiêu bản

Mẫu đã chuẩn bị trên tiêu bản cho 2, 3 giọt dung dịch M và dần đều, sau 1 phút, làm khô bằng giấy lọc, rửa 1 lần bằng dung dịch O, rồi rửa 4, 5 lần bằng nước cất. Cho 2, 3 giọt dung dịch N vào dần đều, sau 1 phút làm khô bằng giấy lọc. Sau đó rửa bằng dung dịch O vài lần và rửa bằng nước cất, làm khô bằng giấy lọc.

Cho 2, 3 giọt nước cất và đẩy tấm kính mỏng lên, dùng giấy lọc loại bỏ nước thừa.

#### 2.3.5.3. Xác định xơ trên kính hiển vi

Đưa tiêu bản đã nhuộm lên kính hiển vi để xác định màu nếu:

Xơ xenlulô sunfit gỗ lá kim chưa tẩy trắng sẽ có màu tím hay tím tối;

Xơ xenlulo sunfat gỗ lá kim chưa tẩy trắng sẽ có màu xanh.

2.3.6. Xác định xơ xenlulo sunfit và sunfat gỗ lá rộng chưa tẩy trắng.

2.3.6.1. Chuẩn bị dung dịch.

Dung dịch P: Hòa 40g nhôm clorua tinh khiết vào 100 ml nước cất. Dung dịch có tỷ trọng 1,15

Dung dịch Q: hòa 100g canxi clorua tinh thể tinh khiết vào nước cất.

Dung dịch clo-kẽm-iốt theo 2.3.1.1.

2.3.6.2. Nhuộm xơ trên tiêu bản

Mẫu đã chuẩn bị trên tiêu bản nhỏ 2 giọt dung dịch P vào, sau 30 giây cho thêm 1 giọt dung dịch Q để 30 giây cho thêm 2 giọt clo-kẽm-iốt. Đặt tấm kính mỏng, dung dịch thừa dùng giấy lọc thấm đi.

2.3.6.3. Xác định xơ trên kính hiển vi.

Đưa tiêu bản đã nhuộm màu lên kính hiển vi để xác định màu, nếu:

Xơ xenlulo sunfat gỗ lá rộng chưa tẩy trắng sẽ có màu xanh hay xanh tím;

Xơ xenlulo sunfit gỗ lá rộng chưa tẩy trắng sẽ có màu vàng hay nâu nhạt.

2.3.7. Xác định bột gỗ mài trong giấy và các tông.

2.3.7.1. Chuẩn bị dung dịch

Dung dịch R: Hòa 1g floroglucin tinh khiết vào 50 ml cồn etilic tinh khiết và 25ml axit clohydric tinh khiết có tỷ trọng 1,17—1,18. Dung dịch bảo quản trong lọ thủy tinh màu để nơi không có ánh sáng.

2.3.7.2. Nhuộm xơ trên tiêu bản

Mẫu đã chuẩn bị trên tiêu bản cho 1,2 giọt dung dịch R vào dàn đều, đặt tấm kính mỏng lên, dung dịch thừa dùng giấy lọc thấm khô.

2.3.7.3. Xác định xơ trên kính hiển vi.

Đưa tiêu bản đã nhuộm màu lên kính hiển vi để xác định màu nếu:

Xơ xenlulo của bột gỗ mài thì xơ và bó xơ hiện màu đỏ tím.

#### 2.3.7.4. Nhuộm màu trên giấy và các tông

Trên tờ mẫu nhỏ 1 giọt dung dịch R nếu giấy và các tông có bột gỗ mài thì xuất hiện màu đỏ thẫm.

### 3. XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG XƠ TRONG GIẤY VÀ CÁC TÔNG

#### 3.1. Nguyên tắc

Hàm lượng xơ trong giấy và các-tông xác định bằng cách qua kính hiển vi đếm số lượng xơ của từng loại trong tiêu bản và tính tỷ lệ của từng loại xơ so với tổng số xơ có trong tiêu bản đó.

#### 3.2. Tiến hành xác định.

Dưới vật kính đặt tiêu bản đã được chuẩn bị, tiêu bản được kẹp lại trên bàn điều chỉnh. Điều chỉnh bàn kẹp về phía trái làm sao cho tâm của điểm giao nhau (chữ thập của thị kính) trùng với mép tấm kính mỏng đã đặt lên tiêu bản. Sau đó di chuyển tiêu bản từ bên trái sang bên phải và đếm số lượng xơ từng loại khi chúng đi qua giao điểm đó. Sau khi đã đếm tất cả xơ dọc theo tiêu bản, nhờ bàn điều chỉnh điều chỉnh tiêu bản theo hướng khác và tiếp tục đo như trên. Mỗi tiêu bản làm như vậy 3, 4 lần. Xơ nhìn thấy trong tấm thị kính nhưng không đi qua giao điểm thì không tính.

#### 3.3. Cách đếm xơ

Tùy thuộc vào loại xơ mà đếm theo quy định sau:

Đối với xơ gỗ lá rộng, rơm rạ, lau sậy đếm tất cả các loại xơ ống mạch, tế bào biểu mô và tế bào nhu mô.

Đối với bột gỗ mài đếm xơ và fibrin không phụ thuộc vào chiều dài, những bó xơ, tia tâm cũng được coi như 1 xơ.

Đối với, xenlulô có độ nghiền thấp nếu fibrin có lượng ít (1-3 cái) thì không tính.

Đối với xenlulô có độ nghiền cao những fibrin to và rộng được tính là 1 xơ.

### 3.4. Tính toán kết quả

Hàm lượng xơ trong giấy và các-tông tính bằng phần trăm (A) theo công thức :

$$A = \frac{\sum k_i n_i}{\sum n_i} \cdot 100;$$

trong đó :

$n_i$  : số lượng xơ loại  $i$  đếm được trên tiêu bản ;

$k_i$  : hệ số của từng loại xơ ;

$\sum n_i k_i$  : tổng các loại xơ đếm được trên tiêu bản đã nhân với hệ số của chúng.

Hệ số của từng loại xơ quy định như sau :

Xơ bông có hệ số là 1 ;

Xơ xenlulozơ gỗ lá kim là 0,9 ;

Xơ xenlulozơ gỗ lá rộng là 0,6 ;

Xơ xenlulozơ thực vật ngắn ngày là 0,55 ;

Bột gỗ mài là 1,3.

Kết quả là trung bình cộng của 2 tiêu bản, trong trường hợp có nhiều loại xơ phải tiến hành 3 tiêu bản

Thí dụ : Trong tiêu bản có 50 xơ bột gỗ mài và 100 xơ gỗ lá kim.

Hàm lượng xơ bột gỗ mài :

$$A_{\text{bột gỗ mài}} = \frac{50 \cdot 1,3}{50 \cdot 1,3 + 100 \cdot 0,9} \cdot 100 = 41,9 \%$$

Hàm lượng xơ xenlulozơ gỗ lá kim :

$$A_{\text{gỗ lá kim}} = \frac{100 \cdot 0,9}{50 \cdot 1,3 + 100 \cdot 0,9} \cdot 100 = 58,1 \%$$