

## Giấy, cát tông và bột giấy – Phân tích thành phần xơ sợi

### Phần 4 : Phương pháp nhuộm mẫu Graff “C”

*Paper, board and pulp – Fibre furnish analysis*

*Part 4 : Graff “C” staining test*

#### 1 Phạm vi áp dụng

Phương pháp nhuộm mẫu Graff “C” được áp dụng cho hầu hết các loại xơ sợi dùng để làm giấy. Tuy nhiên, sự khác nhau về màu sắc giữa các loại xơ sợi rất nhỏ nên khó phân biệt. Trong thực tế phương pháp nhuộm mẫu này được áp dụng chính cho các loại bột giấy sau:

- a - Phân biệt giữa bột giấy hoá học, bán hoá học và bột giấy cơ học;
- b - Phân biệt giữa bột giấy sunphát và sunphit tẩy trắng từ gỗ mềm;
- c - Phân biệt giữa bột giấy sunphát và sunphit từ gỗ cứng;
- d - Phân biệt giữa bột giấy gỗ cứng và gỗ mềm (trừ loại bột giấy dùng để chế biến hoá học)
- e - Phân biệt giữa bột giấy tẩy trắng của rơm rạ, cây cỏ esparto trong bột giấy gỗ mềm;

#### 2 Tiêu chuẩn viện dẫn

TCVN 3980 – 1 : 2001 (ISO 9184-1 :1990) Giấy, cát tông và bột giấy – Phân tích thành phần xơ sợi.  
Phần 1 – Phương pháp chung

#### 3 Nguyên tắc

Xơ sợi được nhuộm bằng dung dịch Graff “C” và tiến hành kiểm tra trên kính hiển vi.

#### 4 Hoá chất

**Chú ý – Một số hoá chất sử dụng để chuẩn bị dung dịch Graff “C” có tính độc. Dung dịch được chuẩn bị và sử dụng theo nội quy an toàn của phòng thí nghiệm.**

## TCVN 3980 - 4: 2001

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

**4.1 Dung dịch nhôm clorua** :  $\rho = 1,16$  g/ml tại nhiệt độ 20 °C. Hoà tan khoảng 40 g nhôm clorua hexahydrat ( $\text{AlCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ) trong 100 ml nước.

**4.2 Dung dịch canxi clorua** :  $\rho = 1,37$  g/ml tại 20 °C. Hoà tan khoảng 100 g canxi clorua ( $\text{CaCl}_2$ ) trong 150 ml nước.

**4.3 Dung dịch kẽm clorua** :  $\rho = 1,82$  g/ml tại 20 °C. Cho 100 g kẽm clorua ( $\text{ZnCl}_2$ ) vào 50 ml nước ấm cho tới khi tinh thể kẽm clorua không tan tiếp nữa. Để ở nhiệt độ thường tới nguội và kiểm tra các tinh thể kẽm clorua.

**4.4 Dung dịch iốt** : Hỗn hợp 0,90 g kali iôđua (KI) và 0,65 g iốt ( $\text{I}_2$ ). Bỏ xung vào hỗn hợp 50 ml nước bằng cách dùng pipét nhỏ từ từ từng giọt một và khuấy liên tục. Nếu iốt không tan hết có thể do bỏ xung nước quá nhanh, thì bỏ dung dịch đó và pha lại dung dịch mới.

**4.5 Dung dịch Graff "C"** được chuẩn bị bằng cách trộn :

20 ml dung dịch nhôm clorua (4.1)

10 ml dung dịch canxi clorua (4.2)

10 ml dung dịch kẽm clorua (4.3)

12,5 ml dung dịch iốt (4.4)

Dùng pipét để lấy các dung dịch nhôm clorua, canxi clorua và kẽm clorua, trộn trong ống đồng hình trụ. Sau đó bỏ xung dung dịch iốt, lắc đều và để ở chỗ tối. Sau 12 đến 24 giờ, khi các kết tủa đã lắng, chắt dung dịch trong và các vảy iốt vào bình nhỏ giọt màu nâu. Khi không sử dụng để dung dịch ở chỗ tối. Sau 2 hoặc 3 tháng phải pha lại dung dịch mới.

Trước khi sử dụng phải kiểm tra dung dịch bằng xơ sợi sunphát và sunphit tẩy trắng gỗ mềm. Nếu xơ sợi không có màu như trong bảng 3 thì bỏ xung thêm iốt ( $\text{I}_2$ ) và kiểm tra lại. Nếu màu vẫn không đạt thì phải chuẩn bị dung dịch mới.

## 5 Cách tiến hành

### 5.1 Nhuộm mẫu

Nhuộm màu xơ sợi bằng cách nhỏ 2 giọt hoặc 3 giọt dung dịch Graff "C" lên tiêu bản xơ sợi đã được chuẩn bị theo điều 8 của TCVN 3980 - 1 : 2001 (ISO 9184-1 :1990).

## 5.2 Cách xác định

Đặt tiêu bản lên kính hiển vi, sử dụng độ phóng đại từ 40 lần đến 120 lần và tiến hành theo điều 9 TCVN 3980 – 1 : 2001 (ISO 9184-1 :1990). Mẫu sắc của xơ sợi được nhuộm màu bằng dung dịch Graff "C" chỉ ra trong bảng 1.

**Bảng 1 – Mẫu sắc của xơ sợi được nhuộm bằng dung dịch Graff "C"**

Loại xơ sợi	Mẫu sắc <sup>1)</sup>
<b>Bột giấy hoá học gỗ mềm</b> Bột giấy sunphát chưa tẩy trắng Bột giấy sunphát tẩy trắng Bột giấy sunphát dùng để chế biến hoá học Bột giấy sunphit chưa tẩy trắng Bột giấy sunphit tẩy trắng Bột giấy sunphit dùng để chế biến hoá học	Sắc vàng và nâu Màu xanh nhạt – xám hoặc màu xám Màu hơi nâu – tía Sắc màu vàng <sup>2)</sup> Màu hơi nâu sáng Màu hơi nâu sáng hoặc màu tía <sup>3)</sup>
<b>Bột giấy hoá học gỗ cứng</b> Bột giấy sunphát chưa tẩy trắng Bột giấy sunphát tẩy trắng Bột giấy sunphát dùng để chế biến hoá học Bột giấy sunphit chưa tẩy trắng Bột giấy sunphit tẩy trắng Bột giấy sunphit dùng để chế biến hoá học Bột giấy kiềm, sunphit trung tính chưa tẩy trắng Bột giấy kiềm, sunphit trung tính tẩy trắng	Màu hơi xanh nhạt đến màu xanh thẫm Màu xanh rất đậm Màu xanh – tía Màu hơi vàng – hơi xám Màu xanh sáng hoặc màu hơi xanh – xám Màu hơi vàng sáng Màu xanh nhạt đến màu xanh thẫm và màu xám hơi đỏ thẫm Màu xanh thẫm đến màu tía thẫm
<b>Bột giấy bán hoá học</b> Từ gỗ mềm Từ gỗ cứng chưa tẩy trắng Từ gỗ cứng tẩy trắng	Màu vàng rực rỡ <sup>4)</sup> Màu hơi xanh lá cây (với các sắc màu khác nhau) Màu xanh thẫm (giống bột giấy sunphát tẩy trắng từ gỗ cứng)
<b>Bột giấy cơ học</b>	Màu vàng rực rỡ
<b>Bột giấy hoá học từ rơm rạ và cây cỏ esparto</b> Chưa tẩy trắng Tẩy trắng	Các sắc màu xanh Màu xám – xanh, tím – xanh, xanh thẫm (giống màu của bột giấy sunphát từ gỗ cứng)
Bột từ vải (bông, lanh, gai, ...)	Màu rượu vang hoặc màu nâu - đỏ

## **TCVN 3980 - 4: 2001**

1) Xơ sợi được nhuộm màu bằng dung dịch Graff "C" có nhiều sắc màu, nên việc phân tích có thể có các quan điểm không thống nhất. Bởi vậy, việc phân tích các loại xơ sợi không thể chỉ dựa trên màu sắc mà còn phải dựa vào đặc tính hình thái của xơ sợi.

2) Lượng nhựa có trong các tế bào vành ngoài (thường là bột giấy sunphit gỗ mềm) có màu vàng khi nhuộm bằng dung dịch Graff "C".

3) Các dạng bột giấy dùng cho chế biến hoá học không phải lúc nào cũng phân biệt được chúng với nhau

4) Nhuộm xơ sợi có lignin bằng dung dịch Graff "C" thường cho màu vàng. Bột giấy cơ học có màu vàng rực rỡ và có xu hướng chuyển thành màu da cam. Xử lý mẫu thử bằng dung dịch natri hydroxyt trong lúc chuẩn bị mẫu, khi nhuộm mẫu bột giấy cơ học từ gỗ mềm có màu vàng rực rỡ còn bột giấy cơ học từ gỗ cứng sẽ có màu hơi xanh lá cây.

## **6 Biểu thị kết quả và báo cáo thử nghiệm**

Biểu thị kết quả và báo cáo thử nghiệm theo TCVN 3980 – 1 : 2001.

**Phụ lục A**

(tham khảo)

**Tài liệu tham khảo**

- 1) Fiber analysis of paper and papwrboard. TAPPI test Method T 401, om – 88
  - 2) Graff, J. H New stain and their use for fiber indetification. *Paper Trade J.* 100 (1935) 16 45-50 (Ts. 203 – 208).
  - 3) Graff, J.H : *A Color Atlas for Fiber identification.* The Institute of Paper Chemisty, Appleton. WI, 1940, Plate III.
-