

TCVN

TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

TCVN 7067 : 2002

**GIẤY, CÁCH TÔNG VÀ BỘT GIẤY –
XÁC ĐỊNH TRỊ SỐ ĐỒNG**

Paper, board and pulp – Determination of copper number

HÀ NỘI - 2008

Lời nói đầu

TCVN 7067 : 2002 được biên soạn trên cơ sở tham khảo tiêu chuẩn TAPPI T 430 : 1994.

TCVN 7067 : 2002 do Ban kỹ thuật Tiêu chuẩn TCVN/TC 6 Giấy và cácông biên soạn, Tổng cục Tiêu chuẩn Đo lường Chất lượng đề nghị, Bộ Khoa học, Công nghệ và Môi trường ban hành.

Tiêu chuẩn này được chuyển đổi năm 2008 từ Tiêu chuẩn Việt Nam cùng số hiệu thành Tiêu chuẩn Quốc gia theo quy định tại khoản 1 Điều 69 của Luật Tiêu chuẩn và Quy chuẩn kỹ thuật và điểm a khoản 1 Điều 6 Nghị định số 127/2007/NĐ-CP ngày 1/8/2007 của Chính phủ quy định chi tiết thi hành một số điều của Luật Tiêu chuẩn và Quy chuẩn kỹ thuật.

Giấy, cátông và bột giấy– Xác định trị số đồng

Paper, board and pulp – Determination of copper number

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp xác định trị số đồng của bột giấy tẩy trắng và bột giấy tinh chế, giấy, cátông không chứa canxi sunphit, kẽm sunphit, keo melamin hoặc các chất không phải là xơ sợi có tính khử đồng. Giấy có chứa các chất phụ gia chỉ có thể thử nghiệm khi biết được khối lượng và tính năng khử của các phụ gia đó.

Xenlulô bị thủy phân hoặc bị oxy hoá có khả năng khử một số ion kim loại tới hoá trị thấp hơn và phản ứng dạng đó được dùng để phát hiện sự phá hỏng xenlulô và để ước lượng số lượng nhóm khử.

Trị số đồng có thể dùng như một chỉ số để đánh giá sự không tinh khiết trong giấy, thí dụ như sự có mặt của oxyxenlulô, hydroxenlulô, lignin và các đường có tính chất khử. Trị số đồng được dùng cho mục đích xác định sự thay đổi kèm theo sự phân huỷ và được coi là yếu tố có liên quan gián tiếp tới tuổi thọ của giấy, không áp dụng cho giấy có chứa bột giấy cơ học hoặc bột giấy hoá học chưa tẩy trắng.

2 Tiêu chuẩn viện dẫn

TCVN 3649 : 2000 Giấy và cátông – Lấy mẫu để xác định chất lượng trung bình.

TCVN 4360 : 2001 Bột giấy – Lấy mẫu để thử nghiệm.

TCVN 1867 : 2001 Giấy và cátông – Xác định độ ẩm.

TCVN 4407 : 2001 Bột giấy – Xác định độ khô.

TCVN 1864: 2001 Bột giấy, giấy và cátông – Xác định độ tro tại nhiệt độ nung 900 °C.

TAPPI UM 542 Amount of coating on mineral-coated paper. (Xác định lượng chất tráng trong giấy tráng phấn).

TCVN 7067 : 2001

TAPPI T 408 Rosin in paper and paper board. (Xác định nhựa thông trong giấy và cactông).

TAPPI T 419 Starch in paper. (Xác định tinh bột trong giấy).

TAPPI T 504 Glue in paper (Qualitative and Quantitative Determination). [Xác định keo động vật trong giấy (định tính và định lượng)].

TAPPI UM 490 Casein and Soya protein in paper (Qualitative). [Xác định hàm lượng casein và protein trong giấy].

TAPPI T 405 Petroleum Wax in impregnated papers (Xác định sáp dầu trong giấy đã ngâm tẩm).

TAPPI T 421 Qualitative (Including optical microscopic) Analysis of mineral filler and mineral coating of paper. [Phân tích định tính (gồm cả phương pháp quan sát trên kính hiển vi) các chất vô cơ có trong chất độn và lớp tráng phủ của giấy].

3 Định nghĩa

Trị số đồng là số gam kim loại đồng (theo Cu_2O) nhận được do CuSO_4 bị khử bởi 100 g bột giấy hoặc giấy.

4 Thiết bị, dụng cụ

4.1 Máy nghiền

Máy nghiền để đánh tơi bột giấy và giấy mà không làm nóng, làm nhiễm tạp chất hoặc làm hỏng đáng kể xơ sợi. Máy nghiền dạng Koerner hoặc dạng tương tự là thích hợp. Sau khi đánh tơi, mẫu có dạng giống như bông hút nước.

CHÚ THÍCH Nếu không có máy nghiền Koerner thì có thể sử dụng máy nghiền Hammermill nhỏ hoặc có thể sử dụng các dụng cụ khác trong phòng thí nghiệm để làm bông mẫu thử, miễn là xenlulo không bị phân huỷ khi đo độ nhớt trong dung dịch CED.

4.2 Nồi cách thuỷ

Nồi cách thuỷ có khả năng duy trì nhiệt độ ở $100\text{ }^\circ\text{C} \pm 1\text{ }^\circ\text{C}$.

4.3 Phễu lọc Buchner

Phễu lọc Buchner có đường kính 75 mm, thể tích 1000 ml, nối với bình hút.

4.4 Dụng cụ thuỷ tinh

Ống đong, 10 ml, 25 ml, 100 ml, 250 ml và 500 ml; bình định mức, 100 ml; bình nón 125 ml có nút thuỷ tinh mài; đĩa thuỷ tinh đầu dẹt; cốc, 100 ml; buret, 50 ml; và bình miệng rộng có nắp xoáy.

4.5 Máy đánh tơi

Máy đánh tơi có tốc độ cao để đánh tơi bột giấy trong nước.

4.6 Giấy lọc không tro: đường kính 100 mm.

5 Hoá chất

Chỉ dùng hoá chất phân tích và nước cất hoặc nước có chất lượng tương đương.

5.1 Dung dịch đồng sunphát : hoà tan 100 g $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ trong nước và pha loãng tới 1000 ml.

5.2 Dung dịch cacbonat – bicacbonat: hoà tan 350 g $\text{Na}_2\text{CO}_3 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ (hoặc 129 g Na_2CO_3 khan) và 50 g NaHCO_3 trong nước và pha loãng tới 1000 ml.

5.3 Axit photphomolydic (hay còn gọi là dung dịch axit molybdophosphoric) : hoà tan 100 g natri molybdat $\text{Na}_2\text{MoO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ và 75 ml axit phosphoric (85 %) trong hỗn hợp của 275 ml H_2SO_4 đậm đặc và 1750 ml nước.

CHÚ THÍCH Đổ axit vào nước, không bao giờ được đổ nước vào axit.

5.4 Natri cabonat : dung dịch có nồng độ xấp xỉ 5 %.

5.5 Kali permanganat : 0,05 N KMnO_4 – dung dịch có nồng độ chuẩn.

6 Lấy mẫu và chuẩn bị mẫu

6.1 Bột giấy

Lấy mẫu theo TCVN 4360 : 2001.

Từ lượng mẫu đã lấy, cân tối thiểu 10 g cho vào nước cất và đánh tơi, lọc trên giấy lọc qua phễu lọc Buchner có hút, sau đó để khô gió.

CHÚ THÍCH Cần thận để ít làm mất các phần tử nhỏ. Làm mất các phần tử nhỏ sẽ làm giảm trị số đồng.

Mẫu khô gió được cho vào máy nghiền để đánh bông, sau đó cho vào bình miệng rộng có nắp.

Để mẫu cân bằng độ ẩm với môi trường xung quanh, sau đó cân hai mẫu, mỗi mẫu 1,5 g chính xác tới 0,01 g và chuyển vào bình nón 125 ml. Cùng thời điểm đó cân mẫu để xác định độ khô theo TCVN 4407 : 2001 và độ tro theo TCVN 1864 : 2001.

6.2 Giấy và cátông

Lấy mẫu theo TCVN 3649 : 2000.

TCVN 7067 : 2001

Nếu mẫu có chứa chất độn và phụ gia thì phải tiến hành xác định trước hàm lượng các chất đó có trong giấy hoặc cátông. Thí dụ : các chất gia keo như nhựa thông, tinh bột, keo động vật và casein; các chất bão hoà như sáp; chất độn vô cơ, đặc biệt là canxi sunphit và kẽm sunphua. Không áp dụng phương pháp này khi phát hiện chất khử đồng.

Nếu giấy tráng phủ có dùng casein làm chất kết dính, thì có thể loại bỏ lớp tráng phủ theo TAPPI UM 542. Để giấy đã được loại bỏ lớp tráng phủ khô gió trước khi tiến hành thử nghiệm. Phương pháp TAPPI UM 542 không áp dụng cho giấy mà trong thành phần chất tráng phủ có keo latex.

Từ lượng mẫu đã lấy, lấy khoảng 5 g đến 10 g và đánh tơi trong máy nghiền.

Để mẫu cân bằng độ ẩm với môi trường xung quanh tối thiểu là 1 giờ. Cân ít nhất hai mẫu, mỗi mẫu có khối lượng 1,5 g chính xác tới 0,01 g và chuyển vào bình nón 125 ml. Cùng thời điểm đó tiến hành cân mẫu để xác định độ khô theo TCVN 1867 : 2001, độ tro theo TCVN 1864 : 2001 và các chất không phải xơ sợi không có tính khử đồng: nhựa thông theo TAPPI T 408, tinh bột theo TAPPI T 419, keo động vật theo TAPPI T 504, casein và protein theo TAPPI UM 490, sáp dầu theo TAPPI T 405, các chất vô cơ theo TAPPI T 421.

7 Cách tiến hành

7.1 Ngay trước khi sử dụng, cho 5,0 ml dung dịch CuSO_4 (5.1) vào 95 ml dung dịch cacbonat – bicacbonat (5.2). Đun sôi hỗn hợp trong 2 phút và đổ vào trong bình cầu có mẫu. Dùng đũa thuỷ tinh khuấy trộn đều và loại bọt khí. Đậy nhẹ bình bằng nắp thuỷ tinh và đặt vào nồi cách thuỷ sao cho mực nước ở nồi cách thuỷ cao hơn mực chất lỏng có trong bình. Vì xơ sợi sẽ nổi lên bề mặt, nên phải lắc bình thường xuyên.

CHÚ THÍCH 4 Lượng dung dịch (5.1) sử dụng ở (7.1) chỉ đủ cho trị số đồng không lớn hơn 6. Giá trị đó hiếm khi vượt quá trừ các loại bột giấy và giấy có sự phân huỷ cao; hoặc có chứa hàm lượng lignin cao như bột giấy cơ học thì không áp dụng phương pháp này. Nếu trị số đồng lớn hơn 6, tăng lượng dung dịch đồng sunphat (5.1) lên 10 ml và lượng dung dịch axit molybdophosphoric (5.3) lên 50 ml hoặc lớn hơn (duy trì ở tỷ số 1/5).

7.2 Sau 3 giờ lấy bình ra khỏi nồi cách thuỷ. Lọc qua giấy lọc không tro trên phễu Buchner, có hút. Rửa ngập trong 100 ml dung dịch natri cacbonat 5 % (5.4) ở nhiệt độ khoảng 20 °C, sau đó rửa ngập bằng 250 ml nước nóng khoảng 95 °C. Bỏ dịch lọc. Chuyển xơ sợi và giấy lọc vào cốc 100 ml, bổ sung 25 ml dung dịch axit molybdophosphoric (5.3) và khuấy trộn mạnh bằng đũa thuỷ tinh đầu dẹt. Lọc qua phễu lọc Buchner sạch có đặt giấy lọc không tro và rửa bằng nước lạnh cho tới khi không còn màu xanh, lấy tất cả dịch lọc.

CHÚ THÍCH 5 Thời gian rửa trong khoảng 30 phút vì thời gian rửa kéo dài sẽ rất khó loại được hết màu xanh của molybden oxyt ra khỏi xơ sợi và sẽ làm giảm giá trị trị số đồng.

7.3 Pha loãng dung dịch lọc bằng nước tới thể tích xấp xỉ 700 ml và chuẩn độ bằng dung dịch kali permanganat 0,05 N cho tới màu hồng nhạt trong 30 giây.

7.4 Tiến hành thí nghiệm trắng theo đúng cách như vậy với cùng một lượng nước và hoá chất sử dụng.

8 Tính toán kết quả

Tính trị số đồng trên 100 g mẫu khô tuyệt đối theo công thức sau :

$$\text{Trị số đồng} = \frac{6,36(V - B)N}{W}$$

trong đó

V là lượng dung dịch kali permanganat (5.5) tiêu hao cho mẫu thí nghiệm, tính bằng mililit;

B là lượng dung dịch kali permanganat (5.5) tiêu hao cho thí nghiệm trắng, tính bằng mililit;

N là nồng độ đương lượng của dung dịch kali permanganat;

W là khối lượng mẫu khô tuyệt đối sau khi đã trừ đi khối lượng tro và các chất không phải là xơ sợi không khủ đồng có khối lượng đáng kể trong mẫu, tính bằng gam;

Tính giá trị trung bình của hai lần xác định lấy chính xác tới một chữ số sau dấu phẩy.

CHÚ THÍCH

Một số tài liệu cho biết:

a) Keo melamin – formaldehyd làm giảm 0,2 – 0,4 trị số đồng trong giấy, keo urea – formaldehyd làm tăng 0,2 – 0,4 trị số đồng trong giấy.

b) Keo động vật và chất gia keo tinh bột làm tăng trị số đồng trong giấy khoảng 0,05 đơn vị; Keo nhựa thông sử dụng cùng với phèn làm tăng trị số đồng đến 0,2 đơn vị.

9 Độ chụm

9.1 Độ lặp lại (trong một phòng thí nghiệm): 10 %

9.2 Độ tái lập (giữa các phòng thí nghiệm): không có số liệu

Độ lặp lại được đánh giá dựa trên 36 phép xác định trong một phòng thí nghiệm trên ba mẫu bột giấy khác nhau.

10 Báo cáo thử nghiệm

Báo cáo thử nghiệm gồm các thông tin sau:

a) viện dẫn theo tiêu chuẩn này;

TCVN 7067 : 2001

- b) thời gian và địa điểm thí nghiệm;
 - c) đặc điểm của mẫu thử;
 - d) kết quả;
 - e) các yếu tố làm ảnh hưởng tới kết quả thử nghiệm.
-