

TCVN

TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

TCVN 10977:2015

ISO 10716:1994

Xuất bản lần 1

GIẤY VÀ CÁC TÔNG - XÁC ĐỊNH LƯỢNG KIỀM DỰ TRỮ

Paper and board - Determination of alkali reserve

HÀ NỘI - 2015

Lời nói đầu

TCVN 10977:2015 hoàn toàn tương đương với ISO 10716:1994. ISO 10716:1994 đã được rà soát và phê duyệt lại vào năm 2015 với bố cục và nội dung không thay đổi.

TCVN 10977:2015 do Ban kỹ thuật Tiêu chuẩn quốc gia 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.

Lời giới thiệu

Giấy có tuổi thọ cao thường chứa một số chất đệm kiềm tính, ví dụ như canxi cacbonat, như một lượng kiềm dự trữ để ngăn cản sự tấn công của các chất chứa axit có trong môi trường không khí xung quanh hoặc được tạo thành do sự phân hủy của các chất có trong giấy. Các yêu cầu kỹ thuật đối với giấy có tuổi thọ cao có thể yêu cầu một lượng kiềm dự trữ tối thiểu. Tiêu chuẩn này được sử dụng để kiểm tra lượng kiềm dự trữ có trong giấy.

Thông thường có thể có được lượng kiềm dự trữ yêu cầu bằng cách cho thêm một lượng canxi cacbonat vào nguyên liệu làm giấy, nhưng cũng có thể dùng các chất khác. Bằng cách biểu thị kết quả theo mol trên kilôgam chất kiềm tính mà không biểu thị theo lượng canxi cacbonat nên sẽ không có hiểu nhầm nếu sử dụng chất kiềm tính khác thay cho canxi cacbonat.

Giấy và các tông - Xác định lượng kiềm dự trữ

Paper and board - Determination of alkali reserve

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp xác định lượng kiềm dự trữ trong giấy và các tông. Phương pháp này áp dụng cho các sản phẩm có chứa chất màu (pigment) kiềm tính hoặc các chất kiềm tính khác được bổ sung để cải thiện khả năng chống lại sự tác động của axit (sự phân hủy).

Tiêu chuẩn này không áp dụng cho giấy gồm các lớp được ép lại với nhau, giấy đã in hoặc có các hình thức gia công khác mà không thể đánh toi hoàn toàn theo quy trình được đưa ra trong tiêu chuẩn này.

Kết quả nhận được sẽ bao gồm chất màu (pigment) kiềm tính có trong lớp trắng của giấy tráng phủ bề mặt.

CHÚ THÍCH 1 Lớp trắng kiềm tính sẽ bảo vệ giấy cốt khỏi các tác động của axit trong không khí, nhưng chưa chắc bảo vệ được khỏi các chất axit tự tạo thành trong giấy để.

2 Tài liệu viện dẫn

Các tài liệu viện dẫn sau rất cần thiết cho việc áp dụng tiêu chuẩn này. Đối với các tài liệu viện dẫn 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 1867 (ISO 287), *Giấy và cáctông – Xác định độ ẩm – Phương pháp sấy khô.*

TCVN 3649 (ISO 186), *Giấy và cáctông – Lấy mẫu để xác định chất lượng trung bình.*

3 Thuật ngữ và định nghĩa

Trong tiêu chuẩn này áp dụng thuật ngữ và định nghĩa sau

3.1

Kiểm dự trữ (alkali reserve)

(trong giấy và các tông): Hợp chất như canxi cacbonat, trung hòa được axit sinh ra do lão hóa tự nhiên hoặc do ô nhiễm không khí, được xác định theo quy định của tiêu chuẩn này.

4 Nguyên tắc

Đun mẫu trong nước có chứa một lượng axit clohydric xác định. Đun sôi huyền phù và chuẩn độ axit clohydric không phản ứng với dung dịch natri hydroxit.

5 Thuốc thử

Trong quá trình phân tích, chỉ sử dụng thuốc thử cấp phân tích, nước cất mới hoặc nước có độ tinh khiết tương đương.

5.1 Axit clohydric, dung dịch chuẩn, $c(\text{HCl}) = 0,10 \text{ mol/l} \pm 0,001 \text{ mol/l}$.

5.2 Dung dịch natri hydroxit, dung dịch chuẩn độ, $c(\text{NaOH}) = 0,10 \text{ mol/l}$.

5.3 Metyl đỏ, dung dịch chỉ thị cho phép chuẩn độ axit.

Hòa tan 0,2g metyl đỏ {2-[4-(dimethylamino)-phenylazo] benzoic axit} trong 100 ml etanol.

6 Thiết bị, dụng cụ

Sử dụng thiết bị, dụng cụ thông thường trong phòng thí nghiệm.

7 Lấy mẫu và chuẩn bị mẫu

Phải đảm bảo mẫu đại diện cho lô sản phẩm thử nghiệm. Nếu thích hợp, thực hiện theo hướng dẫn nêu trong TCVN 3649 (ISO 186).

Chọn từ mẫu đã lấy một lượng mẫu thử đủ để thực hiện phép thử, bảo đảm các mẫu thử là đại diện cho toàn bộ mẫu. Xé mẫu thử thành các mảnh nhỏ kích thước khoảng 15 mm x 15 mm và tách mỏng các tấm các tông dày. Sử dụng găng tay khi thao tác với mẫu.

8 Cách tiến hành

Tiến hành quy trình sau với hai mẫu song song.

Cân khoảng 1 g mẫu chính xác đến 0,001 g. Tại cùng thời điểm đó cân riêng thêm một mẫu để xác định hàm lượng chất khô theo TCVN 1867 (ISO 287).

Chuyển mẫu thử vào bình tam giác sạch, dung tích 250 ml hoặc 300 ml. Bổ sung khoảng 100 ml nước cất (hoặc nhiều hơn nếu cần phải thấm ướt mẫu) và đun sôi nhẹ hỗn hợp trong 5 min. Để hỗn hợp nguội. Dùng pipet bổ sung 20,0 ml axit clohydric (5.1).

CHÚ THÍCH 2 Lượng axit 20 ml hoặc 2 mmol là đủ để trung hòa lượng kiềm dự trữ lên đến 2 mol/kg [10 % phần khối lượng CaCO_3]. Nếu giấy có chứa lượng kiềm dự trữ lớn hơn 1,5 mol/kg [7,5 % phần khối lượng CaCO_3], sử dụng lượng mẫu thử ít hơn hoặc lượng axit clohydric nhiều hơn.

Đun sôi lại hỗn hợp và để nguội ít nhất trong 15 min. Chuẩn độ bằng dung dịch natri hydroxit (5.2) đến khi dung dịch chuyển màu vàng chanh, sử dụng 3 giọt dung dịch chỉ thị metyl đỏ (5.3).

Nếu yêu cầu dung dịch natri hydroxit tiêu hao nhỏ hơn 5 ml để đạt đến điểm kết thúc chuẩn độ thì lặp lại quy trình này với lượng mẫu thử ít hơn hoặc lượng axit clohydric nhiều hơn.

Nếu còn vết của chỉ thị màu hồng hấp thụ trên bề mặt xơ sợi thì đun huyền phù cho đến khi mất màu. Thông thường bổ sung thêm một giọt dung dịch natri hydroxit để dung dịch trở lại màu vàng chanh.

Tiến hành thí nghiệm trắng theo cùng quy trình nhưng không có mẫu thử.

CHÚ THÍCH 3 Nếu mẫu thử được nhuộm màu, điểm kết thúc của phản ứng không nhận biết được, thì có thể sử dụng thiết bị chuẩn độ điện tử. Tuy nhiên, điện cực thủy tinh của thiết bị rất nhạy với sự có mặt của các chất lơ lửng. Nếu nhận thấy có sự ảnh hưởng của các chất lơ lửng đến kết quả thì phải lọc huyền phù trước khi chuẩn độ. Nếu có thay đổi như vậy trong quá trình tiến hành thì phải ghi vào báo cáo thử nghiệm.

9 Tính toán kết quả

Tính lượng kiềm dự trữ, X , biểu thị bằng mol trên kilôgam theo công thức sau

$$X = \frac{V_0 - V_1}{V_0} \times \frac{V_2 \cdot c(\text{HCl})}{m}$$

trong đó

- V_0 là thể tích dung dịch natri hydroxit sử dụng để chuẩn độ mẫu trắng, tính bằng mililit;
- V_1 là thể tích dung dịch natri hydroxit sử dụng để chuẩn độ mẫu thử, tính bằng mililit;
- V_2 là thể tích dung dịch axit clohydric sử dụng, tính bằng mililit (thường là 20 ml);
- $c(\text{HCl})$ là nồng độ của axit clohydric (5.1) tính bằng mol trên lít;
- m là khối lượng của mẫu thử khô tuyệt đối, tính bằng gam.

CHÚ THÍCH 4 Công thức trên nhận được từ sự kết hợp của công thức chuẩn độ mẫu trắng

$$V_0 \cdot c(\text{NaOH}) = V_2 \cdot c(\text{HCl})$$

với chuẩn độ mẫu thử

$$V_1 \cdot c(\text{NaOH}) = V_2 \cdot c(\text{HCl}) - X_m$$

và tìm X

Kết quả của hai mẫu tiến hành song song không được chênh lệch quá 0,07 mol/kg. Nếu không đạt được như vậy, lặp lại phép xác định với hai phần mẫu thử lớn hơn.

CHÚ THÍCH 5 Lượng kiềm dự trữ theo định nghĩa trong tiêu chuẩn này biểu thị bằng mol trên kilôgam của đương lượng kiềm, trong đó cation là hóa trị một. Một mol axit tương đương với 0,5 mol canxi cacbonat, hoặc 50 g CaCO_3 . Vì vậy, một phần trăm canxi cacbonat sẽ cho lượng kiềm dự trữ là 0,2 mol/kg.

10 Độ chụm

Theo hướng dẫn của tổ chức ISO TC 46/SC10/WG 1, lượng kiềm dự trữ trong giấy in và giấy viết được thử nghiệm tại các phòng thí nghiệm của các quốc gia khác nhau. Sử dụng quy trình tương tự quy trình được mô tả trong tiêu chuẩn này. Một số kết quả (tính theo mol/kilôgam) được đưa ra trong Bảng 1. Các dữ liệu này đã nhận được dưới các điều kiện tái lập.

Bảng 1 – Dữ liệu độ chụm

Mẫu Số	Số phòng thí nghiệm tham gia	Giá trị trung bình	Độ lệch chuẩn của độ tái lập
1	12	3,48	0,54
2	12	3,18	0,18
3	12	2,81	0,17
4	12	1,85	0,07
5	12	0,50	0,06
6	12	0,27	0,06
7	11	0,36	0,06
8	9	0,08	0,02
9	9	0,04	0,03

11 Báo cáo thử nghiệm

Báo cáo thử nghiệm phải bao gồm các thông tin sau:

- Viện dẫn tiêu chuẩn này;
 - Thời gian và địa điểm thử nghiệm;
 - Tất cả các thông tin cần thiết để nhận biết hoàn toàn mẫu thử;
 - Lượng kiềm dự trữ trung bình, biểu thị bằng mol trên kilôgam chính xác đến 0,1 mol/kg;
 - Bất kỳ sai khác nào so với tiêu chuẩn này hoặc các hiện tượng có thể ảnh hưởng đến kết quả thử.
-