

TCVN

TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

TCVN 8330-3:2010

EN 717-3:1996

Xuất bản lần 1

**VÁN GỖ NHÂN TẠO –
XÁC ĐỊNH FORMALDEHYT PHÁT TÁN
PHẦN 3: PHƯƠNG PHÁP BÌNH THÍ NGHIỆM**

*Wood-based panels – Determination of formaldehyde release
Part 3: Formaldehyde release by the flask method*

HÀ NỘI – 2010

Lời nói đầu

TCVN 8330-3:2010 hoàn toàn tương đương với EN 717-3:1996.

TCVN 8330-3:2010 do Tiểu ban kỹ thuật tiêu chuẩn quốc gia TCVN/TC89/SC1 *Ván gỗ nhân tạo* biên soạn, Tổng Cục Tiêu chuẩn Đo lường Chất lượng đề nghị, Bộ Khoa học và Công nghệ công bố.

Bộ tiêu chuẩn TCVN 8330 (EN 717) *Ván gỗ nhân tạo – Xác định formaldehyt phát tán*, gồm tiêu chuẩn sau:

- TCVN 8330-3:2010 (EN 717-3:1996) *Phần 3: Phương pháp bình thí nghiệm.*

Bộ tiêu chuẩn EN 717 *Wood-based panels – Determination of formaldehyde release*, còn có các phần sau:

- EN 717-1 *Part 1: Formaldehyde release by the chamber method;*
- EN 717-2 *Part 2: Formaldehyde release by the gas analysis method.*

Lời giới thiệu

Hiện nay, trong hệ thống tiêu chuẩn quốc gia của Việt Nam đã có TCVN 7756-12:2007 *Ván gỗ nhân tạo – Phương pháp thử – Phần 12: Xác định hàm lượng formaldehyt*, trong đó:

- Điều 4 tương ứng với EN 717-1 *Wood-based panels – Determination of formaldehyde release – Part 1: Formaldehyde release by the chamber method (Ván gỗ nhân tạo – Xác định formaldehyt phát tán – Phần 1: Phương pháp buồng thí nghiệm)*;
- Điều 5 tương ứng với EN 717-2 *Wood-based panels – Determination of formaldehyde release – Part 2: Formaldehyde release by the gas analysis method (Ván gỗ nhân tạo – Xác định formaldehyt phát tán – Phần 2: Phương pháp phân tích khí)*; và
- Điều 6 tương ứng với EN 120 *Wood-based panels – Determination of formaldehyde content – Extraction method called the perforator method (Ván gỗ nhân tạo – Xác định hàm lượng formaldehyt – Phương pháp chiết còn gọi là phương pháp perforator)*.

Riêng phương pháp xác định formaldehyt theo phương pháp bình thí nghiệm trong EN 717-3 thì lần đầu tiên được chấp nhận thành Tiêu chuẩn quốc gia với số hiệu TCVN 8330-3:2010.

Nguyên tắc của phương pháp bình thí nghiệm là đo lượng formaldehyt phát tán [Viện nghiên cứu Wilhem-Klaudiz (Roffael 1975)]. Phương pháp này đã được sửa đổi qua nhiều tác giả ở nhiều nước. Sau khi đã thảo luận ở rất nhiều hội nghị, điều kiện nhiệt độ ở 40 °C và chu kỳ thời gian là 3 h của phương pháp đã được thống nhất đưa vào tiêu chuẩn này.

Ván gỗ nhân tạo – Xác định formaldehyt phát tán – Phần 3: Phương pháp bình thí nghiệm

*Wood-based panels – Determination of formaldehyde release –
Part 3: Formaldehyde release by the flask method*

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp bình thí nghiệm để xác định formaldehyt phát tán của ván gỗ nhân tạo không phủ bề mặt.

2 Tài liệu viện dẫn

Các tài liệu viện dẫn sau đây là cần thiết để 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, bổ sung (nếu có).

EN 322 *Wood-based panels – Determination of moisture content (Ván gỗ nhân tạo – Xác định độ ẩm)*.

EN 323 *Wood-based panels – Determination of density (Ván gỗ nhân tạo – Xác định khối lượng riêng)*.

EN 326-1 *Wood-based panels – Sampling, cutting and inspection – Part 1: Sampling and cutting of test pieces and expression of test results (Ván gỗ nhân tạo – Lấy mẫu, cắt và kiểm tra – Phần 1: Lấy mẫu, cắt mẫu thử và biểu thị kết quả thử nghiệm)*.

3 Nguyên tắc

Formaldehyt phát tán được xác định bằng cách treo các mẫu thử có khối lượng xác định trên mặt nước trong một bình kín, được duy trì ở nhiệt độ không đổi. Formaldehyt phát tán từ mẫu thử trong một khoảng thời gian xác định được hấp thụ vào nước. Hàm lượng formaldehyt trong nước

TCVN 8330-3:2010

được xác định trắc quang bằng phương pháp axetylaxeton và kết quả được biểu thị bằng miligam formaldehyt trên kilôgam tấm ván gỗ khô.

4 Thuốc thử

4.1 Quy định chung

Tất cả các thuốc thử sử dụng cho các phép phân tích phải là cấp tinh khiết phân tích và nước cất hoặc nước có độ tinh khiết tương đương (sau đây gọi chung là nước cất).

4.2 Axetylaxeton, cấp phân tích.

4.3 Amoni axetat, cấp phân tích.

CHÚ THÍCH: Có thể sử dụng thuốc thử có sẵn trên thị trường, miễn là đưa ra kết quả tương đương.

5 Thiết bị, dụng cụ

5.1 Dụng cụ thử nghiệm

Sử dụng các dụng cụ thông thường trong phòng thử nghiệm và các dụng cụ sau:

5.1.1 **Bình thí nghiệm bằng polypropylen hoặc polyetylen kiểu 1 hoặc kiểu 2** (xem Hình 1 và Hình 2), dung tích 500 ml, có nắp đậy kín bằng vật liệu cùng loại.

5.1.2 **Giá giữ mẫu** bằng kim loại hoặc đai bằng cao su và **móc treo**. Các thành phần kim loại phải bằng thép không gỉ (xem Hình 1 và Hình 2).

5.2 Thiết bị phòng thử nghiệm

5.2.1 **Bể ổn nhiệt**, có khả năng ổn định nhiệt độ ở $(40 \pm 1) ^\circ\text{C}$.

5.2.2 **Cuvet**, có chiều dày cuvet thích hợp với quang phổ kế.

5.2.3 **Bình định mức**, dung tích 1 000 ml (đã hiệu chuẩn ở $20 ^\circ\text{C}$).

5.2.4 **Bình định mức**, dung tích 100 ml (đã hiệu chuẩn ở $20 ^\circ\text{C}$).

5.2.5 **Bình thí nghiệm**, dung tích 50 ml (có nút đậy).

5.2.6 **Pipet có bầu** (đã hiệu chuẩn ở $20 ^\circ\text{C}$), dung tích 5, 10, 15, 20, 25, 50 và 100 ml.

5.2.7 **Bình Erlenmeyer**, dung tích 250 ml.

5.2.8 **Micro buret**.

5.2.9 **Buret** dung tích 50 ml, có vạch chia chính xác đến 0,05 ml (đã hiệu chuẩn ở $20 ^\circ\text{C}$).

5.2.10 **Đồng hồ bấm giây**.

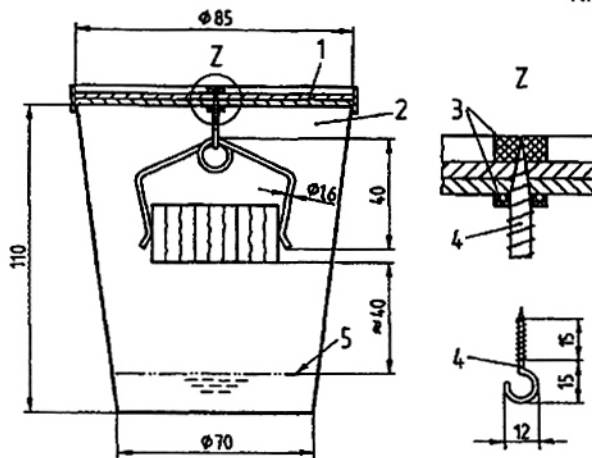
5.2.11 Cân, có độ chính xác đến 0,001 g.

5.2.12 Tủ sấy khô có thông gió, có khả năng duy trì nhiệt độ ở $(103 \pm 2) ^\circ\text{C}$.

5.2.13 Tủ sấy có thông gió (dung tích tối đa 60 L), có khả năng duy trì nhiệt độ ở $(40 \pm 1) ^\circ\text{C}$ tại bất kỳ vị trí nào trong tủ sấy.

5.2.14 Quang phổ kế, có khả năng đo độ hấp thụ ở 412 nm.

Kích thước tính bằng milimét



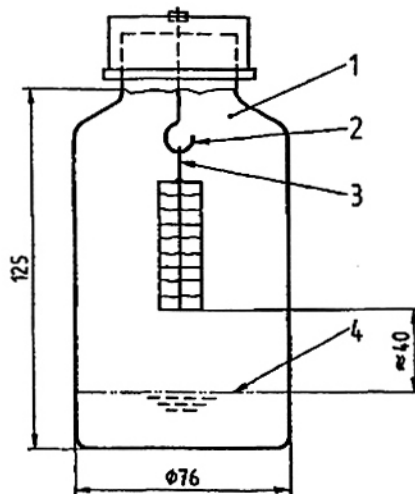
CHÚ DẪN

- 1 Nắp
- 2 Bình chứa, dung tích 500 ml
- 3 Gioăng để gắn kín
- 4 Móc có đoạn ren đường kính 3 mm đến 4 mm
- 5 Bề mặt nước

CHÚ THÍCH: Kích thước của kẹp và móc chỉ là ví dụ.

Hình 1 – Dụng cụ thử nghiệm kiểu 1 đối với phương pháp bình thí nghiệm

Kích thước tính bằng milimét



TCVN 8330-3:2010

CHÚ DẪN

- 1 Bình polyetylen, dung tích 500 ml có nắp
- 2 Móc bằng thép không gỉ
- 3 Dây cao su đàn hồi
- 4 Bề mặt nước

Hình 2 – Dụng cụ thử nghiệm kiểu 2 đối với phương pháp bình thí nghiệm

6 Mẫu thử

6.1 Lấy mẫu

Mẫu thử, có kích thước 25 mm x 25 mm và chiều dày bằng chiều dày tấm ván gỗ, được lấy theo EN 326-1, từ những phần phân bố đều trên toàn bộ bề rộng tấm ván gỗ (đã được làm nguội) và cách mỗi đầu tấm 500 mm.

6.2 Mẫu thử để xác định độ ẩm

Lấy 12 mẫu thử để xác định độ ẩm.

6.3 Mẫu thử để xác định các giá trị bình thí nghiệm

Lấy một số lượng mẫu thử vừa đủ sao cho có được khoảng 100 g tấm ván gỗ để xác định giá trị bình thí nghiệm (F_v). Xác định khối lượng của mẫu, chính xác đến 0,01 g. Số lượng mẫu thử cho mỗi tổ mẫu được chọn sao cho tổng khối lượng của các mẫu càng sát với 20 g càng tốt. Trong trường hợp không thể, nên lấy tổng khối lượng dưới 20 g.

Các mẫu thử phải được cất ngay sau khi tấm ván gỗ được làm nguội. Sau khi cất, các mẫu thử phải được bảo quản kín tại nhiệt độ phòng. Để tiện so sánh, thời gian từ khi cất đến khi thử nghiệm càng như nhau càng tốt, nhưng không vượt quá 72 h.

7 Cách tiến hành

7.1 Xác định độ ẩm

Xác định độ ẩm theo EN 322.

Xác định độ ẩm song song trên hai mẫu của ít nhất bốn mẫu thử.

7.2 Xác định formaldehyt phát tán

Phải luôn luôn tiến hành các phép xác định trên các tổ mẫu thử kép. Chênh lệch giữa hai giá trị đơn lẻ không vượt quá 20 % của giá trị cao hơn. Trường hợp vượt quá 20 % thì phải tiến hành phép xác định thứ ba.

Dùng kẹp cố định các mẫu thử đối diện nhau và sử dụng móc như chỉ ra trên Hình 1 để gắn các kẹp mẫu vào nắp bình chứa hoặc dùng đai cao su cố định các mẫu thử như chỉ ra trên Hình 2. Dùng pipet

có bầu thêm 50 ml nước cất ở 20 °C vào bình chứa, gắn mẫu vào nắp và đóng bình chứa sao cho kín khí. Mặt đáy của mẫu thử phải cách mặt nước khoảng 40 mm. Chuẩn bị bình chứa thứ hai theo đúng cách thức vừa nêu trên.

Đưa các bình chứa kín vào tủ sấy (xem 5.2.13) tại nhiệt độ (40 ± 1) °C. Duy trì nhiệt độ này trong suốt quá trình thử. Các bình chứa phải choán chỗ nhỏ hơn 10 % so với thể tích của tủ sấy, có nghĩa là không được nhiều hơn một bình chứa trên 6 L thể tích tủ sấy nhằm tránh sự mất ổn định nhiệt độ. Các bình chứa phải được đặt so le và cách nhau một khoảng tối thiểu là 50 mm. Sau khoảng (180 ± 1) min, lấy các bình chứa ra khỏi tủ sấy và nhắc ngay nắp có gắn các mẫu thử ra khỏi bình. Chuyển dung dịch trong bình chứa vào hai bình thí nghiệm dung tích 50 ml, đậy chặt nút bình và để nguội đến nhiệt độ phòng, khoảng 20 °C.

7.3 Xác định nồng độ formaldehyt trong dung dịch nước

7.3.1 Khái quát

Hàm lượng formaldehyt của dung dịch nước được xác định bằng phương pháp trắc quang.

7.3.2 Nguyên tắc

Phép xác định dựa trên phản ứng Hantzsch trong đó formaldehyt trong nước phản ứng với các ion amoni và axetylaxeton để tạo phức diaxetylhydrolutidin (DDL). DDL hấp thụ tối đa ở bước sóng 412 nm. Phản ứng này đặc trưng cho formaldehyt.

CHÚ THÍCH: Các qui trình trắc quang thích hợp khác cũng có thể được sử dụng.

7.3.3 Thuốc thử

7.3.3.1 Dung dịch axetylaxeton

Đổ 4 ml axetylaxeton vào bình định mức dung tích 1 000 ml và thêm nước cất đến vạch mức.

7.3.3.2 Dung dịch amoni axetat

Hòa tan 200 g amoni axetat với nước cất trong bình định mức dung tích 1 000 ml và thêm nước đến vạch mức.

7.3.4 Cách tiến hành

Dùng pipet (5.2.6) lấy 10 ml từ dung dịch nước (xem 7.2) và thêm 10 ml dung dịch axetylaxeton (7.3.3.1) và 10 ml dung dịch amoni axetat (7.3.3.2) vào bình thí nghiệm dung tích 50 ml (5.2.5). Đậy nắp bình, lắc và làm ấm trong thời gian 15 min trong bể ổn nhiệt (5.2.1) ở nhiệt độ (40 ± 1) °C. Dung dịch này có màu vàng chanh, được để nguội trong nhiệt độ phòng và tránh ánh sáng (khoảng 1 h). Lượng hấp thụ của dung dịch được xác định bằng quang phổ kế (5.2.14) ở bước

TCVN 8330-3:2010

sóng 412 nm so với nước cất. Tiến hành phép thử trắng với nước cất, giá trị của phép thử trắng được sử dụng để xác định giá trị bình thí nghiệm (F_v).

7.3.5 Dụng cụ chuẩn (xem Hình 3)

7.3.5.1 Khái quát

Đường chuẩn được xây dựng từ dung dịch formaldehyt tiêu chuẩn, nồng độ dung dịch formaldehyt được xác định bằng phương pháp chuẩn độ iot. Đường chuẩn phải được kiểm tra ít nhất một tuần một lần.

7.3.5.2 Dung dịch formaldehyt tiêu chuẩn

Thuốc thử:

- dung dịch iot tiêu chuẩn, nồng độ $c(I_2) = 0,05 \text{ mol/l}$;
- dung dịch natri thiosulfat tiêu chuẩn, nồng độ $c(Na_2S_2O_3) = 0,1 \text{ mol/l}$;
- dung dịch natri hydroxit tiêu chuẩn, nồng độ $c(NaOH) = 1 \text{ mol/l}$;
- dung dịch axit sulfuric tiêu chuẩn, nồng độ $c(H_2SO_4) = 1 \text{ mol/l}$.

Các dung dịch này được chuẩn hóa trước khi sử dụng.

- dung dịch hồ tinh bột 1 % khối lượng.

Pha loãng khoảng 2,5 g dung dịch formaldehyt (nồng độ 35 % đến 40 %) trong bình định mức dung tích 1 000 ml, thêm nước đến vạch mức. Xác định nồng độ formaldehyt chính xác như sau:

Trộn 20 ml dung dịch formaldehyt tiêu chuẩn với 25 ml dung dịch iot và 10 ml dung dịch natri hydroxit. Sau khi để yên 15 min và tránh ánh sáng, thêm 15 ml dung dịch axit sulfuric chuẩn độ ngược iot dư với dung dịch natri thiosulfat. Gần cuối phép chuẩn độ thì thêm vài giọt dung dịch hồ tinh bột để làm chất chỉ thị. Tiến hành song song phép thử trắng với 20 ml nước cất.

Tính hàm lượng formaldehyt theo công thức sau:

$$c(\text{HCHO}) = (V_0 - V) \times 15 \times c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) \times 1\,000/20 \quad (1)$$

trong đó:

$c(\text{HCHO})$ là nồng độ formaldehyt, tính bằng miligam trên lít;

V là thể tích dung dịch thiosulfat chuẩn độ, tính bằng mililit;

V_0 là thể tích dung dịch thiosulfat chuẩn độ dùng cho mẫu trắng, tính bằng mililit;

$c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)$ là nồng độ dung dịch natri thiosulfat, tính bằng mol trên lít.

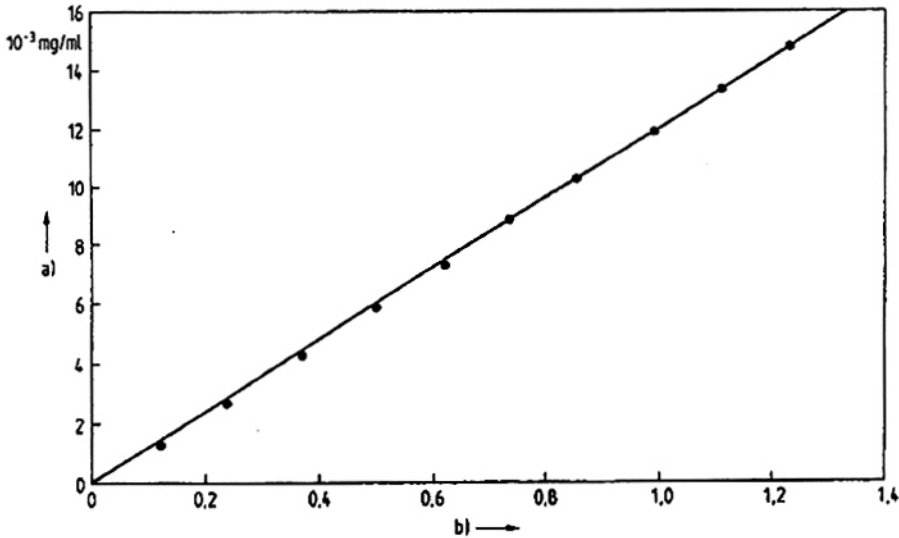
CHÚ THÍCH: 1 ml của 0,1 mol/l dung dịch thiosulfat tương đương 1 ml của 0,05 mol/l dung dịch iot và 1,5 mg formaldehyt.

7.3.5.3 Dung dịch formaldehyt hiệu chuẩn

Sử dụng nồng độ đã xác định theo 7.3.5.2 để tính thể tích dung dịch formaldehyt có chứa 15 mg formaldehyt. Dùng micro buret (5.2.8) chuyển lượng dung dịch này vào bình định mức dung tích 1 000 ml (5.2.3) và thêm nước cất đến vạch mức. 1 ml của dung dịch hiệu chuẩn chứa 15 µg formaldehyt.

7.3.5.4 Xác định đường chuẩn

Dùng pipet lấy 0, 5, 10, 20, 50 hoặc 100 ml dung dịch formaldehyt hiệu chuẩn (7.3.5.3) vào bình định mức dung tích 100 ml và thêm nước cất đến vạch mức. Lấy 10 ml của từng dung dịch đã được phân tích trắc quang theo cùng qui trình như mô tả trong (7.3.4). Các giá trị hấp thụ được vẽ trên biểu đồ ứng với nồng độ formaldehyt (c) (giữa giá trị 0 mg/ml và 0,015 mg/ml). Độ dốc (f) của đường chuẩn được xác định bằng phương pháp dựng đồ thị hoặc bằng cách tính toán (xem Hình 3).



CHÚ DẪN:

$$c = f \times (A_S - A_B)$$

a) Nồng độ của dung dịch hiệu chuẩn loãng (c)

b) Sự hấp thụ ($A_S - A_B$)

Hình 3 – Ví dụ về đường chuẩn cho formaldehyt xác định theo phương pháp axetylaxeton (chiều dày cuvet 10 mm)

8 Biểu thị kết quả

8.1 Độ ẩm

Độ ẩm H được xác định theo EN 322.

TCVN 8330-3:2010

8.2 Giá trị bình thí nghiệm (F_v)

Lượng formaldehyt hấp thụ trong 10 ml của dung dịch trong bình chứa được xác định bằng phương pháp trắc quang mô tả theo 7.3.4.

Giá trị bình thí nghiệm (F_v), tính bằng miligam trên kilôgam của tấm ván gỗ đã sấy khô, được tính theo công thức sau:

$$F_v = \frac{(A_s - A_B) \times f \times 50 \times 10(100 + H)}{m} \quad (2)$$

trong đó:

- A_s là độ hấp thụ của dung dịch phân tích từ bình chứa;
- A_B là độ hấp thụ của phép phân tích mẫu trắng;
- f là độ dốc của đường chuẩn, tính bằng miligam trên mililit;
- H là độ ẩm của mẫu thử, tính bằng phần trăm;
- m là khối lượng của mẫu thử, tính bằng gam.

9 Báo cáo thử nghiệm

Ngoài các thông tin theo EN 326-1, báo cáo thử nghiệm phải bao gồm thêm các thông tin sau:

- loại tấm ván gỗ;
 - khối lượng thể tích tấm ván gỗ theo EN 323, tính bằng kilôgam trên mét khối;
 - các thông tin liên quan đến thời gian sản xuất, hoàn thiện và đánh nhãn bề mặt;
 - ngày tiến hành xác định formaldehyt;
 - độ ẩm, tính bằng phần trăm, tại thời điểm thí nghiệm;
 - giá trị bình thí nghiệm (F_v) tính bằng miligam trên kilôgam, chính xác đến 0,1 mg/kg tấm ván gỗ đã sấy khô (các giá trị đơn lẻ của từng phép xác định và giá trị trung bình);
 - mô tả các chi tiết khác.
-