

TCVN

TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

TCVN 10761:2015

ISO 1762:2001

Xuất bản lần 1

**GIẤY, CÁC TÔNG VÀ BỘT GIẤY - XÁC ĐỊNH PHẦN CÒN
LẠI (ĐỘ TRO) SAU KHI NUNG Ở NHIỆT ĐỘ 525 ĐỘ C**

*Paper, board and pulps -
Determination of residue (ash) on ignition at 525 degrees C*

HÀ NỘI - 2015

Lời nói đầu

TCVN 10761:2015 hoàn toàn tương đương với ISO 1762:2001. ISO 1762:2001 đã được rà soát và phê duyệt lại vào năm 2014 với bố cục và nội dung không thay đổi.

TCVN 10761:2015 do Ban kỹ thuật Tiêu chuẩn quốc gia TCVN/TC6 *Giấy và sản phẩm giấy* biên soạn, Tổng cục Tiêu chuẩn Đo lường Chất lượng thẩm định, Bộ Khoa học và Công nghệ công bố.

Giấy, các tông và bột giấy - Xác định phần còn lại (độ tro) sau khi nung ở nhiệt độ 525°C

Paper, board and pulps - Determination of residue (ash) on ignition at 525°C

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp xác định phần còn lại (độ tro) sau khi nung của giấy, các tông và bột giấy ở nhiệt độ 525°C. Tiêu chuẩn này áp dụng cho tất cả các loại giấy, các tông và bột giấy. Độ tro có thể bao gồm các thành phần

- a) Chất khoáng có trong bột giấy và các phần còn lại khác của hóa chất sử dụng trong quá trình sản xuất bột giấy;
- b) Kim loại từ đường ống và thiết bị, và
- c) Chất độn, pigment, chất tráng phủ hoặc phần còn lại của các phụ gia khác.

Thực tế, trong các mẫu có chứa canxi cacbonat không xảy ra sự phân hủy cacbonat khi tro hóa ở nhiệt độ 525 °C. Các chất độn và pigment khác như caolanh, titan dioxit cũng không bị ảnh hưởng bởi sự tro hóa ở nhiệt độ 525 °C. Do đó, phần còn lại sau nung được xác định theo tiêu chuẩn này đưa ra một ước lượng tốt về tổng các chất vô cơ có trong mẫu thử, miễn là mẫu thử không chứa các chất khoáng khác bị phân hủy ở nhiệt độ thấp hơn hoặc bằng nhiệt độ này. Ví dụ, magiê cacbonat và canxi sunphat có thể phân hủy ít nhất một phần ở nhiệt độ dưới 525 °C.

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

TCVN 1867 (ISO 287), *Giấy và các tông – Xác định độ ẩm – Phương pháp sấy khô.*

TCVN 4407 (ISO 638), *Bột giấy – Xác định hàm lượng chất khô.*

TCVN 10761:2015

ISO 7213:1981¹⁾, *Pulps - Sampling for testing* (Bột giấy – Lấy mẫu cho thử nghiệm).

3 Thuật ngữ và định nghĩa

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

3.1

Phần còn lại sau khi nung (residue on ignition)

Độ tro (ash on ignition)

Khối lượng phần còn lại sau khi mẫu giấy, các tông hoặc bột giấy được nung trong lò nung ở nhiệt độ $(525 \pm 25)^\circ\text{C}$ theo quy định trong tiêu chuẩn này.

4 Nguyên tắc

Mẫu thử được cân trong cốc nung và được nung trong lò Muffle ở nhiệt độ $525^\circ\text{C} \pm 25^\circ\text{C}$. Hàm lượng ẩm của từng mẫu thử cũng được xác định. Sau đó tính toán hàm lượng tro trên cơ sở khối lượng khô tuyệt đối từ khối lượng của phần còn lại sau khi nung và hàm lượng ẩm của mẫu.

5 Thiết bị, dụng cụ

5.1 Cốc nung, được làm bằng platin, sứ hoặc thạch anh có dung tích từ 50 mL đến 100 mL.

5.2 Lò Muffle, có khả năng duy trì được nhiệt độ $525^\circ\text{C} \pm 25^\circ\text{C}$. Khuyến cáo nên đặt lò trong tủ hút hoặc phải có bộ phận để hút khói và hơi.

5.3 Cân phân tích, có độ chính xác đến 0,1 mg.

5.4 Bình hút ẩm.

6 Lấy mẫu và chuẩn bị mẫu

Nếu phép phân tích được thực hiện để đánh giá một lô thì lấy mẫu đại diện của giấy, các tông hoặc bột giấy sao cho thích hợp, theo quy định trong TCVN 3649 (ISO 186) hoặc ISO 7213. Lượng mẫu thử được lấy ít nhất phải đủ để xác định độ tro hai mẫu song song và để xác định hàm lượng ẩm. Mẫu thử bao gồm các mảnh nhỏ với kích thước không lớn hơn 1 cm^2 , được lấy từ các phần khác nhau của mẫu theo cách sao cho đại diện được cho mẫu thử nghiệm. Tổng khối lượng mẫu thử ít nhất là 1 g khô tuyệt đối và sao cho có được khối lượng tro không nhỏ hơn 10 mg và tốt nhất là lớn hơn 20 mg. Xem chú thích trong Điều 7. Tiến hành theo cách tương tự để lấy mẫu thử xác định hàm lượng ẩm.

¹⁾ TCVN 4360:2001, *Bột giấy - Lấy mẫu cho thử nghiệm* tương đương có sửa đổi với ISO 7213:1981.

7 Cách tiến hành

Tiến hành quy trình thử song song.

Đề mẫu thử trong môi trường phòng thí nghiệm cho đến khi độ ẩm đạt cân bằng.

Xác định hàm lượng ẩm của mẫu thử theo TCVN 1867 (ISO 287) hoặc TCVN 4407 (ISO 638), sao cho thích hợp. Cân mẫu thử này cùng thời điểm với thời điểm cân mẫu thử dùng để xác định độ tro.

Gia nhiệt cốc nung không chứa mẫu thử (5.1) với thời gian từ 30 min đến 60 min trong lò Muffle (5.2) ở nhiệt độ $525^{\circ}\text{C} \pm 25^{\circ}\text{C}$. Để nguội cốc đến nhiệt độ phòng trong bình hút ẩm.

Cân cốc nung không chứa mẫu thử chính xác đến 0,1 mg. Cho mẫu thử vào cốc và cân lại ngay lập tức.

Đặt cốc nung có chứa mẫu thử vào lò nung tại nhiệt độ phòng và nâng dần nhiệt độ đến 525°C (tốc độ khoảng 200°C/h) để đốt mẫu thử nhưng không tạo thành ngọn lửa, và phải đảm bảo không có vật chất nào bị mất do các phần mẫu bị bay ra.

Duy trì nhiệt độ nung ở 525°C trong ít nhất 2 h đối với mẫu bột giấy và các tông và trong ít nhất 3 h đối với mẫu giấy. Mẫu thử phải được than hóa hoàn toàn và dấu hiệu nhận biết là khi không còn các phần tử màu đen.

Lấy cốc nung ra khỏi lò và để nguội đến nhiệt độ phòng trong bình hút ẩm. Cân cốc nung và tro chính xác đến 0,1 mg.

CHÚ THÍCH Nếu mẫu thử có phần còn lại sau khi nung rất nhỏ (ví dụ trong trường hợp mẫu được gọi là loại không tro), có thể nung nhiều phần mẫu liên tiếp trong cùng một cốc nung để thu được tổng khối lượng của phần còn lại sau khi nung ít nhất là 10 mg.

8 Tính toán kết quả

Tính toán phần trăm của phần còn lại sau khi nung theo công thức sau:

$$X = \frac{100m_r}{m_s}$$

Trong đó

- X là phần còn lại sau khi nung, tính bằng phần trăm của khối lượng mẫu trên khối lượng mẫu khô tuyệt đối;
- m_r là khối lượng của phần còn lại sau khi nung (khối lượng của cốc nung có tro trừ đi khối lượng của cốc không chứa mẫu thử), tính bằng gam;
- m_s là khối lượng của mẫu thử khô tuyệt đối, tính bằng gam. Khối lượng này được xác định từ giá trị trung bình của hai lần xác định hàm lượng ẩm song song.

TCVN 10761:2015

Báo cáo kết quả trung bình của hai lần xác định song song chính xác đến 0,1 % đối với mẫu có phần còn lại sau khi nung lớn hơn 1 % và chính xác đến 0,01 % đối với mẫu có phần còn lại sau khi nung nhỏ hơn 1 %.

9 Độ chụm

9.1 Độ lặp lại

Trong một nghiên cứu được tiến hành bởi một phòng thử nghiệm, độ tro của các mẫu khác nhau gồm bột giấy, giấy in báo, giấy in không tráng phủ, giấy in tráng phủ và các tông đã được xác định theo phương pháp quy định trong tiêu chuẩn này. Giá trị trung bình và hệ số sai khác của từng loại mẫu được cho trong Bảng 1.

Bảng 1

Mẫu	Số lần xác định ^a	Giá trị trung bình %	Hệ số sai khác
Bột giấy hóa học và bột giấy cơ học	6	0,71	1,4
Giấy in báo	3	3,50	0,29
Giấy in không tráng phủ	5	29,4	0,10
Giấy in tráng phủ	13	37,3	0,24
Các tông	3	3,06	2,6
^a Các mẫu khác nhau đã được sử dụng cho mỗi loại vật liệu.			

9.2 Độ tái lập

Năm mẫu, đại diện cho các loại giấy và các tông khác nhau đã được phân tích bởi 15 phòng thử nghiệm theo phương pháp được quy định trong tiêu chuẩn này.

Các giá trị trung bình và hệ số sai khác giữa các phòng thí nghiệm được cho trong Bảng 2.

Bảng 2

Mẫu	Giá trị trung bình %	Hệ số sai khác giữa các phòng thử nghiệm
Giấy photocopy ^a	9,33	1,95
Giấy tráng phủ 1 ^a	32,0	2,41
Giấy tráng phủ 2 ^a	25,6	1,99
Các tông 1	1,43	1,96
Các tông 2 ^a	0,55	4,02
^a Đối với từng mẫu trong bốn mẫu này, các kết quả thu được dựa trên kết quả của 14 phòng thử nghiệm.		

10 Báo cáo thử nghiệm

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

- a) Viện dẫn tiêu chuẩn này;
 - b) Thời gian và địa điểm thử nghiệm;
 - c) Nhận biết đầy đủ về mẫu được thử;
 - d) Kết quả được biểu thị như chỉ ra trong Điều 8;
 - e) Bất kỳ sai khác nào so với quy trình được quy định trong tiêu chuẩn này hoặc các hiện tượng bất kỳ có ảnh hưởng đến kết quả thử.
-