

**TCVN**

**TIÊU CHUẨN QUỐC GIA**

**TCVN 11899-4:2017**

**ISO 12460-4:2016**

**VÁN GỖ NHÂN TẠO - XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG  
FORMALDEHYT PHÁT TÁN -  
PHẦN 4: PHƯƠNG PHÁP BÌNH HÚT ẨM**

*Wood-based panels - Determination of formaldehyde release - Part 4: Desiccator method*

**HÀ NỘI - 2017**

## Mục lục

	Trang
1 Phạm vi áp dụng.....	7
2 Tài liệu viện dẫn.....	7
3 Nguyên tắc.....	7
4 Thuốc thử.....	7
5 Thiết bị, dụng cụ.....	8
6 Mẫu thử.....	9
6.1 Lấy mẫu.....	9
6.2 Kích thước.....	10
6.3 Số lượng mẫu thử.....	10
6.4 Số lần thử phát tán.....	10
6.5 Ôn định.....	10
7 Cách tiến hành.....	11
7.1 Chuẩn bị bình hút ẩm.....	11
7.1.1 Các bình hút ẩm mới.....	11
7.1.2 Trước mỗi lần xác định.....	11
7.2 Điều kiện thử nghiệm.....	11
7.3 Định vị mẫu thử.....	11
7.4 Theo dõi điều kiện thử nghiệm.....	12
7.4.1 Nhiệt độ.....	12
7.4.2 Hàm lượng formaldehyt trong môi trường.....	12
7.5 Thời gian phép thử.....	12
7.6 Thu mẫu.....	12
8 Xác định hàm lượng formaldehyt.....	12
8.1 Tổng quan.....	12
8.2 Nguyên tắc.....	12
8.3 Cách tiến hành.....	13
8.4 Đường chuẩn.....	13

8.4.1	Tổng quan .....	13
8.4.2	Dung dịch formaldehyt chuẩn .....	13
8.4.3	Dung dịch formaldehyt hiệu chuẩn .....	14
8.4.4	Xác định đường chuẩn.....	14
8.5	Xác định hàm lượng formaldehyt trong đĩa thủy tinh thiêu kết trong bình hút ẩm ..	14
9	Biểu thị kết quả .....	14
10	Báo cáo thử nghiệm.....	15
	Thu mục tài liệu tham khảo.....	16

## Lời nói đầu

TCVN 11899-4:2017 hoàn toàn tương đương với ISO 12460-4:2016.

TCVN 11899-4:2017 do Ban kỹ thuật tiêu chuẩn quốc gia TCVN/TC89 Ván gỗ nhân tạo biên soạn, Tổng cục Tiêu chuẩn Đo lường Chất lượng đề nghị, Bộ Khoa học và Công nghệ công bố.

TCVN 11899 (ISO 12460), *Ván gỗ nhân tạo – Xác định hàm lượng formaldehyt phát tán*, gồm tiêu chuẩn sau:

- TCVN 11899-4:2017 (ISO 12460-4:2016), *Phần 4: Phương pháp bình hút ẩm.*

Bộ (ISO 12460), *Wood-based panels – Determination of formaldehyde release*, còn các phần sau:

- ISO 12460-1, *Part 1: Formaldehyde emission by the 1-cubic-metre chamber method*
- ISO 12460-3, *Part 3: Gas analysis method*
- ISO 12460-5, *Part 5: Extraction method (called the perforator method)*

## Ván gỗ nhân tạo – Xác định hàm lượng formaldehyt phát tán – Phần 4: Phương pháp bình hút ẩm

*Wood-based panels – Determination of formaldehyde release –  
Part 4: Desiccator method*

### 1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp bình hút ẩm để xác định hàm lượng formaldehyt phát tán từ ván dăm, ván sợi, gỗ dán, ván dăm định hướng (OSB) và ván sàn gỗ.

### 2 Tài liệu viện dẫn

Các tài liệu viện dẫn sau đây 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, bổ sung (nếu có).

TCVN 11903 (ISO 16999) *Ván gỗ nhân tạo – Lấy mẫu và cất mẫu thử*

### 3 Nguyên tắc

Hàm lượng formaldehyt phát tán được xác định bằng cách đặt mẫu thử đã biết diện tích bề mặt vào một bình hút ẩm tại nhiệt độ được kiểm soát và đo lượng formaldehyt phát tán bị hấp thụ trong thể tích nước xác định trong khoảng thời gian 24 h.

### 4 Thuốc thử

Trong quá trình phân tích, chỉ sử dụng thuốc thử cấp phân tích, và nước cất hoặc nước đã khử khoáng hoặc nước có độ tinh khiết tương đương, trừ khi có quy định khác.

#### 4.1 Dung dịch acetylaceton-amoni acetat,

Hoà tan 150 g amoni acetat ( $C_2H_3O_2NH_4$ ) với 800 ml nước trong bình định mức một vạch dung tích 1000 ml (5.9). Thêm 3 ml axit acetic băng ( $C_2H_4O_2$ ) và 2 ml acetylaceton

(pentan-2,4-dion,  $C_5H_8O_2$ ) và khuấy đều thành dung dịch. Thêm nước đến vạch định mức. Trong quá trình bảo quản, tránh để dung dịch tiếp xúc với ánh sáng. Bỏ dung dịch đã pha sau 3 ngày.

**4.2 Dung dịch iod tiêu chuẩn,  $c(I_2) = 0,05 \text{ mol/l}$ .**

Chuẩn hoá dung dịch trước khi sử dụng.

**4.3 Dung dịch tiêu chuẩn natri thiosulfat,  $c(Na_2S_2O_3) = 0,1 \text{ mol/l}$ .**

Chuẩn hoá dung dịch trước khi sử dụng.

**4.4 Dung dịch tiêu chuẩn natri hydroxit,  $c(NaOH) = 1 \text{ mol/l}$ .**

Chuẩn hoá dung dịch trước khi sử dụng.

**4.5 Dung dịch tiêu chuẩn axit sulfuric,  $c(H_2SO_4) = 1 \text{ mol/l}$ .**

Chuẩn hoá dung dịch trước khi sử dụng.

**4.6 Dung dịch hồ tinh bột, 1 % theo khối lượng.**

## 5 Thiết bị, dụng cụ

Thiết bị, dụng cụ thử nghiệm thông thường, và các thiết bị, dụng cụ sau:

**5.1 Bình hút ẩm bằng thủy tinh, có dung tích kín ( $11 \pm 2$ ) l có thể có tấm đỡ (5.2) để đóng kín.**

**5.2 Lưới dây hoặc tấm đỡ, làm bằng dây thép không gỉ có đường kính ( $240 \pm 15$ ) mm, khoảng cách giữa các đoạn dây song song không nhỏ hơn 15 mm (xem Hình 1).**

**5.3 Đĩa thủy tinh thiêu kết, hình tròn có đường kính trong ( $115 \pm 1$ ) mm và sâu ( $60 \pm 2$ ) mm.**

**5.4 Giá đỡ mẫu, làm bằng dây thép không gỉ, để giữ mẫu thử đứng thẳng trong bình hút ẩm (xem Hình 2).**

**5.5 Dụng cụ đo nhiệt độ, ví dụ cặp nhiệt ngẫu, có khả năng đo nhiệt độ với giới hạn sai số là  $\pm 0,1 \text{ }^\circ\text{C}$ , được đặt bên trong bình hút ẩm (5.1), bình hút ẩm này được định vị liền kề các bình hút ẩm có chứa mẫu thử.**

**5.6 Thiết bị đo quang phổ, có khả năng đo độ hấp thụ tại bước sóng 412 nm. Trong các trường hợp bình thường, nên sử dụng cuvet có chiều dài quang ít nhất 50 mm và bắt buộc sử dụng cuvet có chiều dài quang ít nhất 50 mm đối với các tấm có mức phát xạ thấp. Phép xác định huỳnh quang cũng có thể được sử dụng để đạt được độ nhạy hơn.**

**5.7 Bồn cách thủy, có khả năng duy trì nhiệt độ ở ( $65 \pm 2$ )  $^\circ\text{C}$ .**

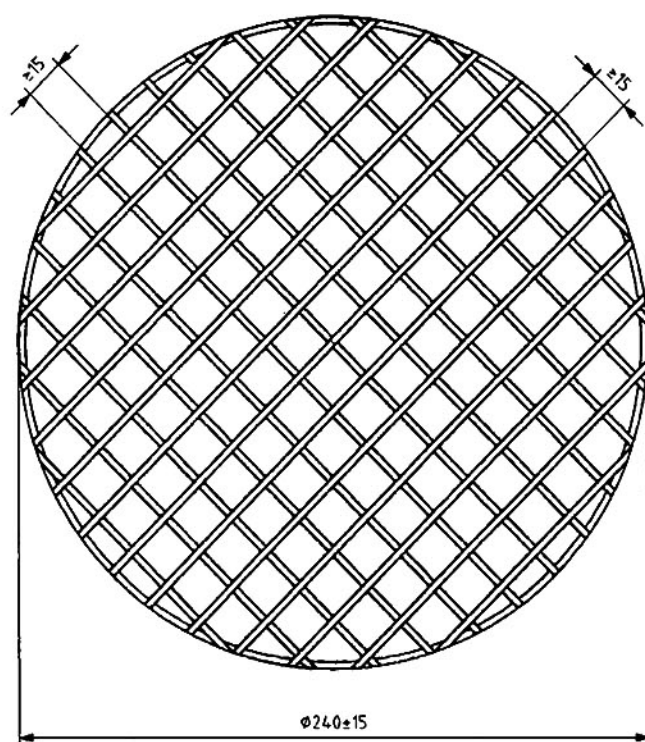
- 5.8 Bình định mức, sáu bình, dung tích 100 ml.
- 5.9 Bình định mức, hai bình, dung tích 1000 ml.
- 5.10 Pipet dạng bầu, dung tích 5 ml, 10 ml, 15 ml, 20 ml, 25 ml, 50 ml, 100 ml hoặc pipet tự động phù hợp.
- 5.11 Micro buret hoặc ống định lượng tự động.
- 5.12 Bình có nắp đậy, dung tích 100 ml.
- 5.13 Cân, có khả năng cân chính xác đến 0,001 g.

## 6 Mẫu thử

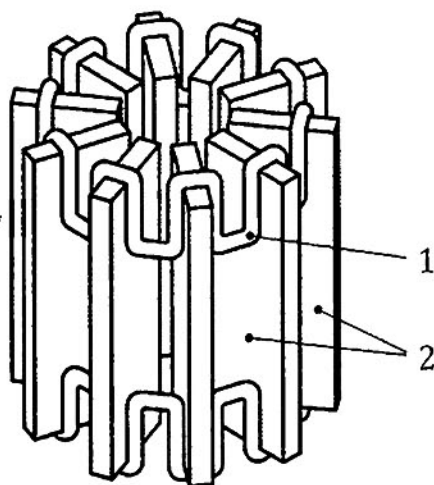
### 6.1 Lấy mẫu

Việc lấy mẫu và cắt mẫu thử phải tiến hành theo TCVN 11903 (ISO 16999).

Kích thước tính bằng milimét



Hình 1 – Lưới dây bằng thép không gỉ để đỡ mẫu thử trong bình hút ẩm



#### CHÚ DẪN

- 1 dây kim loại giữ mẫu thử nghiệm
- 2 mẫu thử

Hình 2 – Ví dụ một giá đỡ mẫu bằng dây để giữ mẫu thử trong bình hút ẩm

#### 6.2 Kích thước

Mẫu thử, có chiều dày,  $\delta$ , tính bằng milimet, có chiều dài là  $(150 \pm 1,0)$  mm và chiều rộng là  $(50 \pm 1,0)$  mm.

#### 6.3 Số lượng mẫu thử

Số lượng mẫu thử được xác định bởi tổng diện tích bề mặt mẫu thử. Tổng diện tích các mặt cạnh, mặt bên và bề mặt tốt nhất là bằng  $1800 \text{ cm}^2$ .

#### 6.4 Số lần thử phát tán

Thử nghiệm phát tán phải được tiến hành hai lần song song.

**CHÚ THÍCH** Đối với sự kiểm soát nội bộ định kỳ, có thể chấp nhận chỉ tiến hành một thử nghiệm phát tán đơn lẻ.

Sự chênh lệch về kết quả thử nghiệm phát tán giữa hai lần phải nằm trong khoảng 20 % giá trị trung bình cộng các kết quả, nếu không được, thì phải tiến hành thử nghiệm phát tán lần thứ ba.

#### 6.5 Ổn định

Mẫu thử được ổn định trong 7 ngày hoặc đến khi đạt được khối lượng không đổi trong môi trường có độ ẩm tương đối trung bình  $(65 \pm 5) \%$  và nhiệt độ  $(20 \pm 2) ^\circ\text{C}$ .

Khối lượng được coi là không đổi khi chênh lệch kết quả giữa hai lần cân liên tiếp, được tiến hành



cách nhau 24 h không vượt quá 0,1 % khối lượng mẫu thử.

Các mẫu thử đã được ổn định phải đặt cách nhau ít nhất 25 mm và ở vị trí sao cho không khí có thể tự do lưu thông trên tất cả các bề mặt.

Khi hàm lượng formaldehyt trong môi trường cao, các mẫu thử có hàm lượng formaldehyt thấp sẽ hấp thụ formaldehyt từ môi trường. Nên phải cẩn thận để tránh các điều kiện như vậy trong suốt quá trình bảo quản và ổn định bằng cách sử dụng hệ thống loại bỏ formaldehyt hoặc bằng cách duy trì các thể tích mẫu thử thấp trong phòng. Hàm lượng formaldehyt trong môi trường được xác định bằng cách đặt đĩa thủy tinh thiêu kết (5.3) chứa 300 ml trong môi trường ổn định trong 24 h, và tiến hành phân tích dung dịch thu được. Hàm lượng formaldehyt tối đa trong môi trường phải nhỏ hơn mức phát tán danh nghĩa của mẫu thử (ví dụ khi các mẫu thử được cất từ một miếng có mức phát tán dự kiến là 0,3 mg/l, hàm lượng formaldehyt trong môi trường phải thấp hơn 0,3 mg/l).

## 7 Cách tiến hành

### 7.1 Chuẩn bị bình hút ẩm

#### 7.1.1 Các bình hút ẩm mới

Các bình hút ẩm mới và các bình đã được sử dụng cho các mục đích khác ngoài việc xác định hàm lượng formaldehyt phải được làm sạch hoàn toàn.

#### 7.1.2 Trước mỗi lần xác định

Rửa sạch bình hút ẩm (5.1) và đĩa thủy tinh (5.3) bằng nước và sấy khô chúng trước mỗi lần xác định. Đổ (300 ± 1) ml nước tại nhiệt độ (20 ± 1) °C vào trong đĩa thủy tinh (5.3) và đặt vào giữa đáy bình hút ẩm. Đặt tấm đỡ làm bằng lưới thép (5.2) trên đĩa thủy tinh bên trong bình hút ẩm.

### 7.2 Điều kiện thử nghiệm

Đặt bình hút ẩm trên bề mặt không bị rung trong môi trường có khả năng duy trì nhiệt độ không khí bên trong bình hút ẩm ở (20 ± 0,5) °C.

### 7.3 Định vị mẫu thử

Đặt các mẫu thử, không để trống bất kỳ chỗ nào, vào trong giá đỡ mẫu (5.4) trước khi đặt mẫu vào bên trong bình hút ẩm. Đặt giá đỡ mẫu có chứa các mẫu thử bên trong bình hút ẩm tại giữa tấm đỡ làm bằng lưới thép để nó nằm ngay phía trên đĩa thủy tinh.

## 7.4 Theo dõi điều kiện thử nghiệm

### 7.4.1 Nhiệt độ

Chuẩn bị một bình hút ẩm (5.1) được kiểm tra như quy định trong 7.1.2 nhưng không chứa mẫu thử, và gắn bình với dụng cụ đo nhiệt độ (5.5). Theo dõi nhiệt độ bên trong bình hút ẩm liên tục, hoặc tại các khoảng thời gian đo giữa hai lần liên tiếp cách nhau không quá 15 min, và ghi lại nhiệt độ trung bình trong suốt thời gian thử nghiệm.

Ngoài ra, có thể theo dõi nhiệt độ bằng cách đặt dụng cụ đo nhiệt độ (5.5) trong môi trường thử nghiệm liền kề với bình hút ẩm.

### 7.4.2 Hàm lượng formaldehyt trong môi trường

Sử dụng bình hút ẩm được kiểm soát theo (7.4.1), tiến hành đo hàm lượng formaldehyt trong môi trường thử nghiệm. Hàm lượng formaldehyt tối đa trong môi trường có thể chấp nhận được là 0,05 mg/l.

## 7.5 Thời gian thử nghiệm

Thời gian thử nghiệm phải là  $24\text{h} \pm 10\text{ min}$ .

## 7.6 Thu mẫu

Trộn kỹ dung dịch formaldehyt có trong đĩa thủy tinh. Rửa bình định mức một vạch dung tích 100 ml (5.8) bằng dung dịch formaldehyt này và sau đó đổ dung dịch formaldehyt đến vạch định mức. Đậy bình bằng nắp thủy tinh. Nếu mẫu thử không được phân tích ngay, bảo quản mẫu thử tại nhiệt độ từ  $0\text{ }^{\circ}\text{C}$  đến  $5\text{ }^{\circ}\text{C}$  trong thời gian không quá 30 h.

Sử dụng quy trình tương tự để xác định hàm lượng formaldehyt trong môi trường.

## 8 Xác định hàm lượng formaldehyt

### 8.1 Tổng quan

Xác định hàm lượng formaldehyt của dung dịch dạng nước bằng quang phổ theo phương pháp acetylaceton.

### 8.2 Nguyên tắc

Phép xác định dựa trên phản ứng Hantzsch trong đó formaldehyt phản ứng với các ion amoni và acetylaceton sinh ra diacetyldihydrolutidin (DDL). DDL có độ hấp thụ lớn nhất tại bước sóng 412 nm. Phản ứng là đặc trưng cho formaldehyt (xem Thư mục tài liệu tham khảo [1]).

### 8.3 Cách tiến hành

Dùng pipet (5.10) lấy 25 ml dung dịch formaldehyt phân tích cho vào bình dung tích 100 ml (5.12), thêm 25 ml dung dịch acetylaceton-amoni acetat (4.1) và đậy nắp bình.

Gia nhiệt bình đã đậy kín trong 10 min trong bồn cách thủy (5.7) tại nhiệt độ  $(65 \pm 2)^\circ\text{C}$ . Sau đó bảo quản dung dịch tại nhiệt độ  $20^\circ\text{C}$  trong  $(60 \pm 5)$  min, tránh ánh sáng trực tiếp, trước khi xác định sự hấp thụ của dung dịch tại bước sóng 412 nm với nước là dung dịch đối chứng, sử dụng thiết bị đo quang phổ (5.6). Sử dụng quy trình tương tự để xác định hàm lượng formaldehyt trong môi trường (7.4.2).

Nếu sự hấp thụ tối đa xảy ra tại bước sóng khác với 412 nm, tất cả các phép đo, bao gồm cả hiệu chuẩn, có thể được thực hiện tại bước sóng này.

### 8.4 Đường chuẩn

#### 8.4.1 Tổng quan

Đường chuẩn được thiết lập từ dung dịch formaldehyt chuẩn, nồng độ dung dịch được xác định bằng phép chuẩn độ iod. Đường chuẩn được kiểm tra ít nhất một tháng một lần. Đường chuẩn được xác định bằng cách sử dụng phương pháp trong 8.4.2 hoặc một phương pháp tương đương thích hợp.

Nếu hiệu chuẩn hàng tháng có giá trị thay đổi nhỏ hơn 2 % so với giá trị trung bình, có thể tăng thời gian kiểm tra đường chuẩn. Phải ghi lại tất cả thời gian kiểm tra gia tăng.

#### 8.4.2 Dung dịch formaldehyt chuẩn

Pha loãng khoảng 1 ml dung dịch formaldehyt (nồng độ từ 35 % đến 40 %) trong một bình định mức một vạch dung tích 1000 ml (5.9) với nước, và lấy đầy đến vạch định mức.

Để xác định nồng độ formaldehyt chính xác của dung dịch này, tiến hành trộn 20 ml dung dịch formaldehyt này với 25 ml dung dịch iod (4.2) và 10 ml dung dịch natri hydroxit (4.4). Để yên trong 15 min, tránh ánh sáng, sau đó thêm 15 ml dung dịch acid sulfuric (4.5). Chuẩn độ ngược iod dư bằng dung dịch natri thiosulfat (4.3). Gần điểm cuối của quá trình chuẩn độ, thêm vài giọt dung dịch hồ tinh bột (4.6) làm chất chỉ thị. Tiến hành song song một phép thử trắng dùng 20 ml nước.

Hàm lượng formaldehyt, tính bằng miligam trên lít (mg/l),  $p(\text{HCHO})$ , được tính theo công thức (1)

$$p(\text{HCHO}) = (V_0 - V) \times 15 \times c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) \times 1000/20 \quad (1)$$

trong đó:

$c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)$  là nồng độ dung dịch thiosulfat (4.3), tính bằng mol trên lít (mg/l);

$V$  là thể tích dung dịch thiosulfat (4.3) tiêu thụ trong phép thử chuẩn độ, tính bằng mililit (ml);

$V_0$  là thể tích dung dịch thiosulfat (4.3) tiêu thụ trong phép thử trắng, tính bằng mililit (ml);

CHÚ THÍCH 1 ml dung dịch thiosulfat (4.3) 0,1 mol/l tương ứng với 1 ml dung dịch iod (4.2) 0,05 mol/l và 1,5 mg formaldehyt.

#### 8.4.3 Dung dịch formaldehyt hiệu chuẩn

Sử dụng giá trị nồng độ được xác định trong 8.4.2, tính thể tích dung dịch có chứa 3 mg formaldehyt. Dùng microburet (5.11) chuyển dung dịch này vào bình định mức một vạch dung tích 1000 ml (5.9) và lấy thêm nước đến vạch định mức; 1 ml dung dịch hiệu chuẩn này chứa 3  $\mu$ g formaldehyt.

#### 8.4.4 Xác định đường chuẩn

Dùng pipet định mức (5.10) lấy 0 ml, 5 ml, 10ml, 20 ml, 50 ml và 100 ml dung dịch hiệu chuẩn formaldehyt (8.4.3) vào từng bình định mức một vạch dung tích 100 ml (5.8) và lấy thêm nước đến vạch định mức. 25 ml mỗi dung dịch pha loãng này được phân tích quang phổ theo quy trình tương tự với quy trình mô tả ở 8.3. Giá trị trắng được xác định song song, sử dụng một dung dịch được tạo ra từ 25 ml nước và 25 ml dung dịch acetylaceton-amoniacetat (4.1), được dùng để xác định giá trị hấp thụ dung dịch hiệu chuẩn. Vẽ đồ thị từ các giá trị hấp thụ theo nồng độ formaldehyt,  $\rho$  (từ 0 mg/l đến 3 mg/l). Độ dốc,  $f$ , tính được theo biểu đồ, tạo ra bằng cách thủ công hoặc bằng phần mềm.

#### 8.5 Xác định hàm lượng formaldehyt trong đĩa thủy tinh thấu kết trong bình hút ẩm

Nồng độ formaldehyt  $G$  trong đĩa thủy tinh thấu kết trong bình hút ẩm của các mẫu thử, tính bằng miligam trên lít (mg/l), được tính theo công thức (2):

$$G = f \times (\alpha_d - \alpha_b) \times 1800 / A \quad (2)$$

trong đó:

- $\alpha_b$  là độ hấp thụ của dung dịch formaldehyt trong môi trường (7.4.2);
- $\alpha_d$  là độ hấp thụ của dung dịch từ bình hút ẩm có chứa mẫu thử (8.3);
- $A$  là tổng diện tích tiếp xúc của mẫu thử, tính bằng centimét vuông ( $\text{cm}^2$ ),
- $f$  là độ dốc của đường chuẩn dung dịch formaldehyt, tính bằng miligam trên mililit (mg/l) (8.4.4).

### 9 Biểu thị kết quả

Hàm lượng formaldehyt từ mẫu thử được tính bằng tổng lượng formaldehyt trong đĩa thủy tinh, tính bằng miligam trên lít (mg/l), và chính xác đến 0,01 mg/l.

Giá trị trung bình cộng và hai (hoặc ba) giá trị riêng đều phải được ghi lại trong báo cáo 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) tên và địa chỉ phòng thử nghiệm;
- c) báo cáo lấy mẫu theo TCVN 11903 (ISO 16999);
- d) ngày báo cáo thử nghiệm;
- e) loại và chiều dày ( $\delta$ ) và khối lượng riêng của tấm;
- f) ngày lấy mẫu;
- g) ngày xác định formaldehyt;
- h) yêu cầu kỹ thuật sản phẩm liên quan;
- i) xử lý bề mặt, nếu có;
- j) tên thiết bị được sử dụng, trong trường hợp có nhiều thiết bị khác nhau được phép sử dụng trong tiêu chuẩn này;
- k) kết quả thử nghiệm, biểu thị như đã được công bố trong Điều 9;
- l) hàm lượng formaldehyt trong môi trường được tính theo 8.5;
- m) tất cả các sai khác so với tiêu chuẩn này.

Thư mục tài liệu tham khảo

- [1] BELMAN S. *The fluorimetric determination of formaldehyde. Anal. Chim. Acta.* 1963, 29 pp. 120-126.
-