

# Kertas, karton dan pulp – Cara uji pH dalam ekstrak air – Bagian 1: Ekstraksi dingin

Paper, board and pulps — Determination of pH of aqueous extracts — Part 1: Cold extraction

(ISO 6588-1:2020, IDT)



- © ISO 2020- All rights reserved
- © BSN 2021 untuk kepentingan adopsi standar © ISO menjadi SNI Semua hak dilindungi

Hak cipta dilindungi undang-undang. Dilarang mengumumkan dan memperbanyak sebagian atau seluruh isi dokumen ini dengan cara dan dalam bentuk apapun serta dilarang mendistribusikan dokumen ini baik secara elektronik maupun tercetak tanpa izin tertulis BSN

**BSN** 

Email: dokinfo@bsn.go.id

www.bsn.go.id

Diterbitkan di Jakarta

# Daftar isi

Da	ftar isi	i
Pra	ıkata	ii
Pei	ndahuluan	iv
1	Ruang lingkup	1
2	Acuan normatif	1
3	Istilah dan definisi	1
4	Prinsip	3
5	Reagen	3
6	Peralatan dan perlengkapan	3
7	Pengambilan dan persiapan contoh	3
8	Prosedur	5
9	Perhitungan	7
10	Laporan hasil uji	7
Lar	npiran A_(informatif) Persiapan beberapa larutan bufer standar	9
Lar	npiran B_(informatif) Presisi	11
Bib	liografi	15

#### **Prakata**

Standar Nasional Indonesia (SNI) ISO 6588-1:2020 dengan judul Kertas, karton dan pulp – Cara uji pH dalam ekstrak air – Bagian 1: Ekstraksi dingin merupakan adopsi identik dari ISO 6588-1:2020, *Paper, board and pulps* — *Determination of pH of aqueous extracts* — *Part 1: Cold extraction*, dengan metode terjemahan dua bahasa (bilingual), yang ditetapkan oleh BSN pada tahun 2021 Standar ini merevisi SNI ISO 6588-1:2010, *Kertas, karton dan pulp* – *Cara uji pH dalam ekstrak air* – *Bagian 1: Ekstraksi dingin*. Revisi ini dimaksudkan untuk harmonisasi dengan standar internasional yang berlaku.

Beberapa perbedaan dibandingkan dengan SNI ISO 6588-1:2010 adalah sebagai berikut:

- a) penambahan empat paragraf terakhir dalam Pendahuluan untuk memperjelas perbedaan antara SNI ISO 6588-1:2010 dan ISO 29681, tentang pengaruh dan cara penambahan larutan garam
- b) penambahan data presisi (Lampiran B).

Apabila pengguna menemukan keraguan dalam Standar ini maka disarankan untuk melihat standar aslinya yaitu ISO 6588-1:2020 dan/atau dokumen terkait lain yang menyertainya.

Terdapat kesalahan acuan yang dirujuk pada Subpasal dan Pasal standar asli ISO yang diadopsi, yaitu:

- a) Subpasal 7.1 pada standar asli ISO ".... Ensure that the specimen taken in 7.1 is representative..." diperbaiki menjadi ".... Ensure that the specimen taken in 8.1 is representative..."
- b) Subpasal 8.1 pada standar asli ISO ".... air dried sample (6.2) in a 250 ml flask (5.1)." diperbaiki menjadi ".... air dried sample (7.2) in a 250 ml flask (6.1)."
- c) Subpasal 8.3 pada standar asli ISO "Calibrate the pH-meter (5.2) at a ...." diperbaiki menjadi "Calibrate the pH-meter (6.2) at a ...."
- d) Pasal 10d pada standar asli ISO "d) the results, expressed as indicated in Clause 8;" diperbaiki menjadi "d) the results, expressed as indicated in Clause 9;"

SNI ini disusun sesuai dengan ketentuan yang diberikan dalam:

- a) Peraturan BSN No. 2 Tahun 2018 tentang Pedoman Adopsi Standar dan Publikasi Internasional menjadi SNI.
- Peraturan Kepala BSN No. 4 Tahun 2016 tentang Pedoman Penulisan Standar Nasional Indonesia.
- c) Peraturan BSN No. 12 Tahun 2018 tentang Perubahan Atas Peraturan Badan Standardisasi Nasional Nomor 1 Tahun 2018 tentang Pedoman Tata Cara Penomoran Standar Nasional Indonesia.

Pada saat SNI ini dipublikasikan, terdapat standar ISO dalam acuan dentic e yang telah diadopsi menjadi Standar Nasional Indonesia (SNI) yaitu:

- a) ISO 186:2002, Paper and board Sampling to determine average quality telah diadopsi secara dentic menjadi SNI ISO 186:2015, Kertas dan karton — Pengambilan contoh untuk menentukan kualitas rata-rata.
- b) ISO 7213:1981, *Pulps Sampling for testing* telah diadopsi secara dentic menjadi SNI ISO 7213:2015, Pulp Pengambilan contoh untuk pengujian.

Standar ini disusun oleh Komite Teknis 85–01 Teknologi Kertas dan telah dikonsensuskan di Bandung pada tanggal 27 Agustus 2021 yang dihadiri oleh wakil-wakil dari pemerintah, pelaku usaha, konsumen, tenaga ahli, pakar di bidang pulp dan kertas, dan institusi terkait lainnya.

ii

SNI ini telah melalui tahap jajak pendapat pada tanggal 1 Oktober 2021 sampai dengan 31 Oktober 2021 dengan hasil akhir disetujui menjadi SNI.

Perlu diperhatikan bahwa kemungkinan beberapa unsur dari dokumen standar ini dapat berupa hak paten. Badan Standardisasi Nasional tidak bertanggung jawab untuk pengidentifikasian salah satu atau seluruh hak paten yang ada.

iii

#### Pendahuluan

Serat *kraft* dikenal luas mengandung gugus yang dapat terionisasi yang terikat pada atau dalam dinding serat. Untuk memenuhi kenetralan elektron, gugus-gugus ini disetimbangkan melalui sejumlah muatan positif yang ekivalen, dapat berupa proton atau berbagai ion logam. Khususnya dalam suspensi pulp pada kekuatan ionik rendah, gugus yang dapat terionisasi ini dapat meningkatkan distribusi ion bebas yang tidak seimbang antara cairan yang tertahan oleh dinding serat dan dalam bentuk cairan suspensi. Artinya bahwa serat bertindak sebagai penukar ion. Fenomena pertukaran ion ini digambarkan dengan sangat jelas oleh teori Donnan [2][3]

Bila contoh serat pulp relatif bersih, contohnya pulp kering dikelantang, diencerkan dalam air bebas ion, hasilnya akan berupa suspensi pulp dengan kekuatan ionik yang sangat rendah. Pada sistem ini, hampir semua kation yang ada, termasuk proton, akan terkonsentrasi dalam volume air yang diikat dinding serat. Bila pH diukur, yang akan terukur adalah pH dalam cairan suspensi. Melalui penambahan garam pada jenis sistem ini, fenomena pertukaran ion akan menurun, dan konsentrasi kation-kation yang berbeda akan sama dalam air yang diikat oleh dinding serat dan dalam cairan suspensi. Dikarenakan air proses selalu mengandung sejumlah ion, penambahan garam akan memberikan lingkungan yang lebih realistis ketika pengukuran pH dari contoh pulp yang relatif bersih.

Berdasarkan hal tersebut, kedua standar, SNI ISO 6588-1 dan ISO 29681, dapat digunakan dalam penentuan pH ekstrak air dingin dari kertas, karton, atau pulp. Pada ISO 29681, larutan garam ditambahkan sebelum ekstraksi; namun, dalam SNI ISO 6588-1, ekstraksi dilakukan dengan air suling atau deionisasi. ISO 29681 secara khusus berlaku untuk pulp yang diputihkan/dikelantang dari serat virgin dan contoh pulp yang memiliki kekuatan ionik rendah yang nilai pH-nya akan memberikan hasil yang lebih realistis terkait dengan kondisi pabrik daripada pulp yang diperoleh dari SNI ISO 6588-1.

Perlu diperhatikan bahwa hasil pengukuran akan tidak sama ketika mengukur pH sesuai dengan SNI ISO 6588-1 dan ISO 29681. Perbedaannya bisa sangat signifikan terutama saat mengukur pulp yang memiliki kekuatan ionik rendah.

ISO 6588-2 berbeda dengan dokumen ini hanya dalam kondisi ekstraksi. Tidak ada panduan umum yang dapat diberikan kepada kedua prosedur (panas atau dingin) mana yang paling tepat dalam situasi tertentu.

Perlu dicatat bahwa dalam SNI ISO 6588-1, penambahan larutan garam dilakukan setelah ekstraksi dan penyaringan hanya bertujuan untuk memperoleh pengukuran pH yang lebih stabil dan akurat.

© BSN 2021 iv

#### Introduction

Kraft fibre is well known to contain ionisable groups that are fixed to or in the fibre wall. In order to fulfil the electro-neutrality, these groups are balanced by an equivalent number of positive charges, which can be either protons or various metal ions. Especially in pulp suspensions at low ionic strengths, this can give rise to a marked uneven distribution of mobile ions between the volume held by the fibre wall and the bulk suspension liquor. This means that the fibre acts as an ion exchanger. These ion-exchange phenomena can be modelled very well with the Donnan theory [2][3].

If a relatively clean pulp fibre sample, for example bleached dried pulp, is diluted in deionised water, the result will be a pulp suspension with a very low ionic strength. In such a system, most of the cations present, including protons, will be concentrated in the water volume held by the fibre wall. If the pH is measured, it will be measured in the bulk suspension liquor. By adding salt to this kind of system, the ion exchange phenomena will be decreased, and the concentration of different cations will be the same in the water held by the fibre wall and in the bulk suspension liquor. Since the process waters always contain a certain amount of ions, such a salt addition will give a more realistic environment when measuring the pH of relatively clean pulp samples.

Based on the foregoing, two ISO Standards, SNI ISO 6588-1 and ISO 29681, are available for determination of the pH of cold aqueous extracts of paper, board, or pulps. In ISO 29681, a salt solution is added prior to extraction; however, in SNI ISO 6588-1, the extraction is carried out with distilled or deionized water. ISO 29681 is specifically applicable to bleached pulps from virgin fibres and to pulp samples having a low ionic strength for which the pH-value will give more realistic results related to mill conditions than those obtained with SNI ISO 6588-1.

It is necessary to be aware that the results will not be the same when measuring pH according to SNI ISO 6588-1 and to ISO 29681. The difference can be significant especially when measuring pulps having a low ionic strength.

ISO 6588-2 differs from this document only as regards the extraction conditions. No general guidance can be given as to which of the two procedures (hot or cold) is best suited in a particular situation.

It should be noted that in SNI ISO 6588-1, addition of a salt solution is performed after extraction and filtration only for the purpose of obtaining a more stable and accurate pH measurement.

© BSN 2021

# Kertas, karton dan pulp - Cara uji pH dalam ekstrak air - Bagian 1: Ekstraksi dingin

# 1 Ruang lingkup

Dokumen ini menetapkan cara uji nilai pH yang didefinisikan sebagai elektrolit yang dapat terekstrak melalui air dingin dari contoh kertas, karton atau pulp.

Dokumen ini dapat diterapkan untuk semua tipe kertas, karton dan pulp.

Karena jumlah bahan ionik yang dapat terekstrak mendekati nol, seperti dalam hal pulp dengan kemurnian sangat tinggi, ketelitian dari metode ini menjadi rendah karena kesulitan yang dihadapi dalam pengukuran pH air yang mengandung sedikit bahan elektrolit.

Karena ekstraksi pada dokumen ini dilakukan dengan air suling atau air bebas ion, nilai pH yang terukur kadang-kadang akan berbeda (misalnya untuk pulp dikelantang) dari nilai pH yang terukur pada kondisi proses di pabrik yang menggunakan berbagai jenis air proses, misalnya menggunakan air sungai yang diolah secara kimia yang mengandung elektrolit. Pada beberapa kasus, harus digunakan ISO 29681 sebagai gantinya, karena standar ini berlaku khusus untuk pulp dikelantang dari serat *virgin* dan untuk contoh pulp yang memiliki kekuatan ionik rendah, oleh karena itu nilai pH akan memberikan hasil yang lebih nyata terhadap kondisi pabrik daripada nilai pH yang diperoleh dengan menggunakan dokumen ini.

Untuk kertas berselulosa yang digunakan untuk keperluan elektrik, metode yang digunakan terdapat pada IEC 60554-2<sup>[4]</sup>.

#### 2 Acuan normatif

Dokumen acuan berikut sangat diperlukan untuk penerapan dokumen ini. Untuk acuan bertanggal, hanya edisi yang dikutip yang berlaku. Untuk acuan tidak bertanggal, edisi terbaru dokumen yang diacu yang berlaku (termasuk amandemennya).

ISO 186, Paper and board — Sampling to determine average quality ISO 7213, Pulps — Sampling for testing

## 3 Istilah dan definisi

Tidak ada istilah dan definisi yang tercantum dalam dokumen ini.

ISO dan IEC memelihara basis data terminologis untuk digunakan dalam standardisasi pada alamat berikut:

- Platform penjelajahan ISO Online: tersedia di https://www.iso.org/obp
- IEC Electropedia: tersedia di http://www.electropedia.org/

© BSN 2021 1 dari 15

# Paper, board and pulps - Determination of pH of aqueous extracts Part 1: Cold extraction

# 1 Scope

This document specifies a method for the determination of the pH-value defined by the electrolytes extractable by cold water from a sample of paper, board or pulp.

This document is applicable to all types of paper, board and pulp.

As the quantity of extractable ionic material approaches zero, as in the case of highly purified pulps, the precision of the method becomes poor because of the difficulties encountered in making pH measurements on water containing little electrolytic material.

Since the extraction in this document is performed with distilled or deionised water, the pH-value measured will sometimes be different (e.g. for fully bleached pulp) from the pH-value measured under mill process conditions in which various types of process waters, e.g. chemically treated river water containing electrolytes, are used. In such cases, ISO 29681 should be used instead, as it is specifically applicable to bleached pulps from virgin fibres and to pulp samples having a low ionic strength for which the pH value will give more realistic results related to mill conditions than those obtained with this document.

For cellulosic papers used for electrical purposes, the method used should be that given in IEC 60554-2<sup>[4]</sup>.

#### 2 Normative references

The following documents are referred to in the text in such a way that some or all of their content constitutes requirements of this document. For dated references, only the edition cited applies. For undated references, the latest edition of the referenced document (including any amendments) applies.

ISO 186, Paper and board — Sampling to determine average quality ISO 7213, Pulps — Sampling for testing

#### 3 Terms and definitions

No terms and definitions are listed in this document.

ISO and IEC maintain terminological databases for use in standardization at the following addresses:

- ISO Online browsing platform: available at https://www.iso.org/obp
- IEC Electropedia: available at http://www.electropedia.org/

© BSN 2021 2 dari 15

#### 4 Prinsip

Ekstraksi 2 g contoh selama 1 h dengan 100 ml air dingin dengan kemurnian tinggi. Penyaringan ekstrak dan penambahan larutan garam. Pengukuran nilai pH ekstrak pada suhu antara 20 °C dan 25 °C.

#### 5 Reagen

- **5.1 Air**, harus digunakan air suling atau air bebas ion selama pengujian. Konduktivitas air harus tidak lebih dari 0,1 mS/m, setelah dididihkan selama 1 h dan didinginkan dalam lingkungan bebas asam (misalnya bebas  $CO_2$ ,  $SO_2$ ,  $H_2S$ ) sampai suhu antara 20 °C dan 25 °C. pH air sebaiknya dalam rentang 6,8 sampai 7,3. Petunjuk cara uji konduktivitas dijelaskan dalam ISO 3696.
- **5.2** Larutan bufer standar, yang diketahui nilai pH nya, yaitu sekitar 4, 7 dan 9. Larutan bufer tersebut dapat diperoleh secara komersial. Beberapa contoh larutan bufer yang sesuai dan persiapannya dijelaskan dalam Lampiran A.
- **5.3** Larutan kalium klorida, 1 M. Larutkan 7,4 g KCl, pro analis (p.a), ke dalam 100 ml air suling yang baru saja dididihkan. Siapkan larutan baru setiap minggu.

## 6 Peralatan dan perlengkapan

Selain peralatan yang umum digunakan di laboratorium, gunakan peralatan dan perlengkapan berikut ini.

- **6.1 Peralatan gelas** yang tahan bahan kimia, labu dengan dasar sambungan gelas, penutup labu, gelas kimia dan corong masir. Semua peralatan gelas harus dicuci dengan larutan pencuci asam, tanpa menggunakan sabun atau deterjen, dibilas hati-hati dengan air (5.1) dan biarkan kering sebelum digunakan.
- **6.2 pH meter**, dilengkapi dengan elektroda gelas dan kalomel atau elektroda kombinasi, mampu membaca sampai minimal 0,05 unit pH.

#### 7 Pengambilan dan persiapan contoh

## 7.1 Pengambilan contoh

Prosedur pengambilan contoh yang akan dilakukan tergantung pada kondisi khusus dalam masing-masing kasus. Jika analisis dilakukan untuk mengevaluasi induk contoh atau pulp, kertas atau karton yang akan dikirim, contoh diambil sesuai dengan ISO 7213 atau ISO 186. Jika analisis dilakukan pada jenis contoh yang lain, laporkan asal contoh dan, bila mungkin, prosedur pengambilan contoh, dan pastikan bahwa bahan uji yang diambil pada 8.1 mewakili contoh yang diterima.

Gunakan sarung tangan pelindung bersih ketika menangani contoh.

**CATATAN** Beberapa sarung tangan mengandung serbuk untuk mencegah lengket antara yang satu dengan lainnya, dan serbuk ini dapat menyebabkan kontaminasi contoh.

© BSN 2021 3 dari 15

## 4 Principle

Extraction of a sample of 2 g for 1 h with 100 ml of cold water of high purity. Filtration of the extract and addition of a salt solution. Measurement of the pH-value of the extract at a temperature between 20 °C and 25 °C.

## 5 Reagents

- **5.1** Water, distilled or deionised water shall be used throughout the test. The conductivity of the water shall not exceed 0,1 mS/m, after boiling for 1 h and cooling in an acid-free atmosphere (e.g. free of  $CO_2$ ,  $SO_2$ ,  $H_2S$ ) to a temperature between 20 °C and 25 °C. The pH of the water should be in the range of 6,8 to 7,3. Instructions for the determination of conductivity are specified in ISO 3696.
- **5.2 Standard buffer solutions**, with known pH-values of about 4, 7 and 9. Such buffer solutions are commercially available. Some examples of suitable buffer solutions are given, and their preparation is described, in Annex A.
- **5.3 Potassium chloride solution**, 1 M. Dissolve 7,4 g of KCl, analytical grade, into 100 ml of freshly boiled, distilled water. Prepare a fresh solution every week.

# 6 Apparatus and equipment

Use the following, in addition to ordinary laboratory apparatus and equipment.

- **6.1 Glassware** of chemically resistant glass, flasks with ground-glass joints, stoppers, beakers and fritted glass filter. All glassware shall be cleaned with an acid cleaning solution, without the use of soap or detergent, and they shall be carefully rinsed with water (5.1) and allowed to dry before use.
- **6.2 pH-meter**, fitted with glass and calomel electrodes or with a combined electrode, capable of being read to at least 0,05 pH-unit.

#### 7 Sampling and preparation of sample

#### 7.1 Sampling

The sampling procedure to be followed depends on the particular circumstances in each case. If the analysis is being made to evaluate a lot or a consignment of pulp, paper or board, the sample shall be taken in accordance with ISO 7213 or ISO 186, as relevant. If the analysis is made on another type of sample, report the origin of the sample and, if possible, the sampling procedure, and ensure that the specimen taken in 8.1 is representative of the sample received.

Wear clean protective gloves when handling the sample.

**NOTE** Some gloves are powdered to prevent them from sticking to one another, and this powder can cause contamination of the sample.

#### 7.2 Persiapan contoh

Jangan sentuh contoh dengan tangan tanpa pelindung dan pastikan contoh ditempatkan pada permukaan yang bersih. Potong contoh menggunakan pisau atau pemotong, atau sobek, menjadi potongan dengan ukuran kira-kira 1 cm². Pisahkan lapisan untuk contoh karton tebal.

Campur potongan secara menyeluruh. Simpan potongan dalam wadah bertutup yang bersih.

#### 8 Prosedur

Lakukan prosedur secara duplo.

# 8.1 Penimbangan

Timbang 2,0 g  $\pm$  0,1 g contoh kering-udara (7.2) dalam labu 250 ml (6.1).

**CATATAN** Karena jumlah contoh tidak kritis, tidak perlu menentukan kadar kering untuk menyesuaikan perbedaan-perbedaan kecil dari kadar air.

#### 8.2 Ekstraksi

Tambah 100 ml air (5.1) ke dalam labu (6.1) yang berisi potongan contoh. Periksa bahwa semua potongan contoh terendam. Tutup labu dengan penutup labu dan biarkan selama 1 h pada suhu antara 20 °C dan 25 °C. Goyang labu sedikitnya satu kali selama ekstraksi.

Saring ekstrak dengan corong masir kasar ke dalam gelas kimia kecil (6.1). Segera tambahkan 2 ml larutan kalium klorida (5.3) dan lanjutkan dengan pengukuran.

# 8.3 Pengukuran pH

Operasikan pH-meter sesuai dengan petunjuk pabrik pembuat. Cuci elektroda dengan air (5.1); biarkan air mengering dari elektroda, tetapi jangan diseka. Kalibrasi pH-meter (6.2), pada suhu antara 20 °C dan 25 °C, dengan dua larutan bufer yang berbeda (5.2) yang mempunyai nilai pH sedemikian sehingga pH ekstrak berada diantara nilai pH kedua larutan bufer. Larutan bufer pertama sebaiknya dipilih sehingga nilai pH larutan bufer berada dalam daerah yang sama dengan titik nol elektrik pH-meter (biasanya = 7). Pembacaan larutan bufer kedua harus cocok dengan nilai sebenarnya dengan toleransi 0,1 unit pH.

Jika pH-meter gagal memperlihatkan nilai pH sebenarnya untuk larutan bufer yang kedua, lihat buku petunjuk pabrik pembuat. Penyimpangan dari, atau melebihi, 0,2 unit pH, dibulatkan hingga 0,1 unit pH terdekat, menunjukkan kesalahan elektroda. Sebagai tambahan, kenaikan atau penurunan yang lambat tapi berkelanjutan menunjukkan kesalahan elektroda.

Setelah kalibrasi, bilas elektroda beberapa kali dengan air (5.1) dan sekali dengan sedikit ekstrak. Periksa suhu ekstrak antara 20 °C dan 25 °C. Celupkan elektroda dalam ekstrak. Catat nilai pH jika tidak ada perubahan pengukuran dalam 30 s.

Sebelum mengukur contoh selanjutnya, bilas elektroda dengan air secara hati-hati (5.1) untuk menghilangkan sisa-sisa larutan contoh atau bufer.

© BSN 2021 5 dari 15

## 7.2 Preparation of sample

Do not touch the sample with bare hands and ensure that it has been placed only on clean surfaces. Cut the sample with a knife or cutter, or tear it, into pieces approximately 1 cm<sup>2</sup> in size. Split samples of heavy board.

Mix the pieces thoroughly. Store the pieces in clean, covered containers.

#### 8 Procedure

Run the procedure in duplicate.

# 8.1 Weighing

Weigh 2,0 g  $\pm$  0,1 g of air-dry sample (7.2) in a 250 ml flask (6.1).

**NOTE** Since the amount of sample is not critical, there is no need to determine the dry matter content to adjust for minor differences in moisture content.

#### 8.2 Extraction

Add 100 ml of water (5.1) to the flask (6.1) containing the sample pieces. Check that all pieces are soaked. Seal the flask with its ground-glass stopper and leave it to stand for 1 h at a temperature between 20 °C and 25 °C. Shake the flask at least once during this time.

Filter the extract through a coarse, fritted glass filter into a small beaker (6.1). Immediately add 2 ml of potassium chloride solution (5.3) and continue with the measurement.

# 8.3 Determination of pH

Operate the pH-meter in accordance with the manufacturer's instruction. Wash the electrodes with water (5.1); allow the water to drain from the electrodes, but do not wipe them. Calibrate the pH-meter (6.2), at a temperature between 20 °C and 25 °C, with two different buffer solutions (5.2) having pH-values such that the pH of the extract is between the pH-values of the buffer solutions. The first buffer solution shall be chosen so that the pH-value of the buffer solution is in the same region as the electric zero point of the pH-meter (usually = 7). The reading for the second buffer solution should agree with its correct value to within 0,1 pH-unit.

If the pH-meter fails to show the correct pH-value for the second buffer solution, consult the manufacturer's manual. A deviation of, or exceeding, 0,2 pH-units, rounded to the nearest 0,1 pH unit, indicates a faulty electrode. In addition, a slow but continuous increase or decrease in the reading indicates a faulty electrode.

After calibration, rinse the electrodes several times with water (5.1) and once in a small quantity of the extract. Check that the temperature of the extract is between 20 °C and 25 °C. Immerse the electrodes in the extract. Record the pH when there is no measurable drift, within 30 s.

Before measuring the next sample, rinse the electrodes carefully with water (5.1) to remove any traces of sample or buffer solution.

© BSN 2021 6 dari 15

Pada akhir dari rangkaian pengukuran, periksa elektroda dengan larutan bufer yang sama. Hasil untuk kedua larutan sebaiknya sesuai dengan nilai yang benar dalam 0,1 unit pH. Jika tidak ulangi prosedur di 8.3.

#### 9 Perhitungan

Hitung rata-rata dari pengujian duplo.

Laporkan nilai pH dengan ketelitian 0,1 unit pH. Perbedaan hasil pengukuran masing-masing pH tidak lebih dari 0,2 unit pH; jika terpenuhi, ulangi pengujian dengan dua kali ekstraksi tambahan, laporkan nilai rata-ratanya serta rentang dari semua hasil pengukuran.

**CATATAN** Lihat lampiran B untuk presisi.

# 10 Laporan hasil uji

Laporan hasil uji harus mencakup informasi berikut:

- a) acuan terhadap dokumen ini, yaitu SNI ISO 6588-1;
- b) tanggal dan tempat pengujian;
- c) semua informasi yang diperlukan untuk identifikasi contoh secara lengkap;
- d) hasil, dinyatakan sesuai Pasal 9;
- e) fitur tidak biasa yang diamati selama pengujian;
- f) setiap penyimpangan dari prosedur yang dijelaskan dalam dokumen ini, atau setiap keadaan lain yang dapat memengaruhi hasil.

© BSN 2021 7 dari 15

At the end of a series of measurements, check the electrodes with the same buffer solutions. The results for both solutions should agree with their correct value to within 0,1 pH unit. Otherwise repeat the procedure in 8.3.

#### 9 Calculation

Calculate the mean of the duplicate determinations.

Report the pH-value to the nearest 0,1 pH-unit. The individual results should not differ by more than 0,2 pH-unit; if they do, repeat the determination with two additional extracts, and report the mean and the range of all measurements.

**NOTE** See Annex B for precision.

#### 10 Test report

The test report shall include the following information:

- a) a reference to this document, i.e. SNI ISO 6588-1;
- b) the date and place of testing;
- c) all the information necessary for complete identification of the sample;
- d) the result, expressed as indicated in Clause 9;
- e) any unusual features observed in the course of the test;
- f) any departure from the procedure described in this document, or any other circumstances which may have affected the result.

© BSN 2021 8 dari 15

# Lampiran A (informatif)

# Persiapan beberapa larutan bufer standar

Semua reagen yang digunakan adalah pereaksi pro analisis (p.a). Larutan bufer diperbaharui minimal sekali dalam sebulan. Garam anhidrat pada A.1 dan A.2 harus dikeringkan pada 120 °C.

# A.1 Larutan bufer pH 4,0: kalium hidrogen ftalat, larutan 0,05 mol/l

Larutkan 10,21 g kalium hidrogen ftalat (KHC<sub>8</sub>H<sub>4</sub>O<sub>4</sub>) dalam air (5.1) dalam labu volumetrik 1 liter dan encerkan sampai tanda batas.

Nilai pH larutan ini adalah 4,00 pada 20 °C dan 4,01 pada 25 °C.

# A.2 Larutan bufer pH 6,9: larutan kalium dihidrogen fosfat dan dinatrium hidrogen fosfat

Larutkan 3,39 g kalium dihidrogen fosfat (KH<sub>2</sub>PO<sub>4</sub>) and 3,54 g dinatrium hidrogen fosfat (Na<sub>2</sub>HPO<sub>4</sub>) dalam air (5.1) dalam labu volumetrik 1 liter dan encerkan sampai tanda batas.

Nilai pH larutan ini adalah 6,87 pada 20 °C dan 6,86 pada 25 °C.

#### A.3 Larutan bufer pH 9,2: larutan dinatrium tetraborat

Larutkan 3,80 g dinatrium tetraborat dekahidrat (Na<sub>2</sub>B<sub>4</sub>O<sub>7</sub>.10H<sub>2</sub>O) dalam air (5.1) dalam labu volumetrik 1 liter dan encerkan sampai tanda batas.

Nilai pH larutan ini adalah 9,23 pada 20 °C dan 9,18 pada 25 °C.

© BSN 2021 9 dari 15

# Annex A (informative)

# Preparation of some standard buffer solutions

All the reagents used shall be of recognized reagent grade. The buffer solutions shall be renewed at least once a month. The anhydrous salts in A.1 and A.2 shall be dried at 120 °C.

### A.1 Buffer solution pH 4,0: Potassium hydrogen phthalate, 0,05 mol/l solution

Dissolve 10,21 g of potassium hydrogen phthalate (KHC<sub>8</sub>H<sub>4</sub>O<sub>4</sub>) in water (5.1) in a 1 litre volumetric flask and dilute to the mark.

The pH-value of this solution is 4,00 at 20 °C and 4,01 at 25 °C.

# A.2 Buffer solution pH 6,9: Potassium dihydrogen phosphate and disodium hydrogen phosphate solution

Dissolve 3,39 g of potassium dihydrogen phosphate (KH<sub>2</sub>PO<sub>4</sub>) and 3,54 g disodium hydrogen phosphate (Na<sub>2</sub>HPO<sub>4</sub>) in water (5.1) in a 1 litre volumetric flask and dilute to the mark.

The pH-value of this solution is 6,87 at 20 °C and 6,86 at 25 °C.

#### A.3 Buffer solution pH 9,2: Disodium tetraborate solution

Dissolve 3,80 g of disodium tetraborate decahydrate (Na<sub>2</sub>B<sub>4</sub>O<sub>7</sub>·10H<sub>2</sub>O) in water (5.1) in a 1 litre volumetric flask and dilute to the mark.

The pH-value of this solution is 9,23 at 20 °C and 9,18 at 25 °C.

# Lampiran B (informatif)

#### Presisi

#### B.1 Umum

Pada bulan Februari 2002, *round-robin* internasional diadakan dengan 5 laboratorium dari berbagai negara berpartisipasi.

Perhitungan dibuat sesuai dengan ISO/TR 24498<sup>[6]</sup>.

Batas *repeatability* dan *reproducibility* yang dilaporkan adalah estimasi dari perbedaan maksimum yang diperkirakan dalam 19 dari 20 kejadian, ketika membandingkan dua hasil pengujian untuk bahan yang sejenis dengan yang dijelaskan di bawah kondisi pengujian yang sama. Estimasi ini dapat tidak berlaku untuk bahan yang berbeda atau kondisi pengujian yang berbeda.

**CATATAN** Batas *repeatability* dan *reproducibility* dihitung dengan mengalikan simpangan baku *repeatability* dan *reproducibility* dengan 2,77, dimana 2,77 = 1,96 $\sqrt{2}$ .

# **B.2** Repeatability

Nilai pH dari empat contoh berbeda ditentukan di satu laboratorium menurut dokumen ini. Sepuluh penentuan dibuat dalam setiap kasus. Nilai rata-rata, simpangan baku, dan koefisien variasi serta batas *repeatability* untuk setiap tipe contoh ditunjukkan pada Tabel B.1.

Contoh Simpangan baku Koefisien variasi Nilai **Batas** repeatability rata-rata pΗ  $C_{V, r}$  (%)  $S_r$ Kertas fotokopi 0,01 0.07 0,03 9.9 Karton 7,8 0,07 0,84 0,19 Pulp dikelantang 5,2 0,02 0,42 0,06 Pulp tidak 7,4 0,03 0,46 0,08 dikelantang

Tabel B.1 — Repeatability

## **B.3** Reproducibility

Nilai pH dari empat contoh berbeda ditentukan di lima laboratorium yang berbeda menurut dokumen ini. Nilai rata-rata, simpangan baku, koefisien variasi, serta batas *reproducibility*, untuk setiap tipe contoh, berdasarkan hasil lima laboratorium, ditunjukkan pada Tabel B.2.

© BSN 2021 11 dari 15

# Annex B (informative)

#### **Precision**

#### **B.1** General

In February 2002, an international round-robin was performed in which 5 laboratories from different countries participated.

The calculations have been made according to ISO/TR 24498<sup>[6]</sup>.

The repeatability and reproducibility limits reported are estimates of the maximum difference which should be expected in 19 of 20 instances, when comparing two test results for material similar to those described under similar test conditions. These estimates may not be valid for different materials or different test conditions.

**NOTE** Repeatability and reproducibility limits are calculated by multiplying the repeatability and reproducibility standard deviations by 2,77, where 2,77 =  $1,96\sqrt{2}$ .

# **B.2** Repeatability

The pH-values of four different samples were determined in one laboratory according to this document. Ten determinations were made in each case. Mean values, standard deviations and coefficients of variations as well as repeatability limits for each type of sample are shown in Table B.1.

Sample Mean value Standard Coefficient of Repeatability deviation variation limit pΗ  $S_r$  $C_{V,r}$  (%) 0,07 Copy paper 9,9 0,01 0,03 **Paperboard** 0,07 0.84 7,8 0,19 Bleached pulp 5.2 0.02 0.42 0.06 Unbleached pulp 7.4 0.03 0.46 0.08

Table B.1 — Repeatability

#### **B.3** Reproducibility

The pH-values of four different samples were determined in five different laboratories according to this document. Mean values, standard deviations and coefficients of variations, as well as reproducibility limits, for each type of sample, based on the results of five laboratories, are shown in Table B.2.

Tabel B.2 — Reproducibility

Contoh	Nilai rata-rata	Simpangan baku	Koefisien variasi	Batas reproducibility
	рН	$S_R$	C <sub>V, R</sub> (%)	R
Kertas fotokopi	9,8	0,22	2,2	0,61
Karton	7,8	0,34	4,4	0,94
Pulp dikelantang	5,7	0,73	12,8	2,02
Pulp tidak dikelantang	7,3	0,26	3,6	0,72

Table B.2 — Reproducibility

Sample	Mean value	Standard deviation	Coefficient of variation	Reproducibility limit
	рН	$S_R$	C <sub>V, R</sub> (%)	R
Copy paper	9,8	0,22	2,2	0,61
Paperboard	7,8	0,34	4,4	0,94
Bleached pulp	5,7	0,73	12,8	2,02
Unbleached pulp	7,3	0,26	3,6	0,72

# **Bibliografi**

- [1] ISO 6588-2, Paper, board and pulps Determination of pH of aqueous extracts Part 2: Hot extraction
- [2] SCALLAN A.M. In: *The pH inside the fibre wall. Cellulose Sources and Exploitation.* (KENNEDY J.F., PHILIPS G.O., WILLIAMS P.A., eds.). Eric Horwood, London, 1990, pp. 211
- [3] SCALLAN A.M. Predicting the Ion-Exchange of Kraft Pulp Using Donnan Theory. *Journal of Pulp and Paper Science*. 1996, 22 (9) pp. J332–J337
- [4] IEC 60554-2, Cellulosic papers for electrical purposes Part 2: Methods of test
- [5] ISO 29681, Paper, board and pulps Determination of pH of salted water extracts
- [6] ISO/TR 24498, Paper, board and pulps Estimation of uncertainty for test methods by interlaboratory comparisons
- [7] ISO 3696, Water for analytical laboratory use Specification and test methods

© BSN 2021 15 dari 15

# Penanggung jawab dokumen: Direktur Pengembangan Standar Agro, Kimia, Kesehatan dan Halal - BSN Hak Cipta Badan Standardisasi Nasional. Copy standar ini dibuat untuk kegiatan perumusan SNI.

# Informasi pendukung terkait perumus standar

# [1] Komtek/Sub Komtek perumus SNI

Komite Teknis 85-01, Teknologi Kertas

# [2] Susunan keanggotaan Komtek perumus SNI

Ketua : Emil Satria Sekretaris : Yasmita

Anggota : Tustus Sukarya

Rr. Citra Rapati Andoyo Sugiharto

Heronimus Judi Tjahjono

Nina Elyani Dede Ermawan Susi Sugesty Uu Wahyudin Papua Yunianto Nurmayanti Liana Bratasida

# [3] Konseptor rancangan SNI

Yoveni Yanimar Fitri – Balai Besar Pulp dan Kertas

# [4] Sekretariat pengelola Komtek perumus SNI

Pusat Perumusan, Penerapan, dan Pemberlakuan Standardisasi Industri – Badan Standardisasi dan Kebijakan Jasa Industri – Kementerian Perindustrian