

Pulp – Cara uji kelarutan dalam aseton

Pulps – Determination of acetone-soluble matter

(ISO 14453:2014, IDT)

Daftar isi

Daftar isi.....	i
Prakata.....	ii
Pendahuluan	iii
1 Ruang lingkup.....	1
2 Acuan normatif	1
3 Istilah dan definisi	1
4 Prinsip.....	1
5 Bahan kimia	3
6 Peralatan	3
7 Pengambilan dan persiapan contoh	5
8 Prosedur	5
9 Pernyataan hasil.....	9
10 Laporan hasil uji	9
Lampiran A (informatif) Presisi	11
Bibliografi.....	15

Prakata

Standar Nasional Indonesia (SNI) ISO 14453:2014 dengan judul *Pulp – Cara uji kelarutan dalam aseton* merupakan adopsi identik dari ISO 14453:2014, *Determination of acetone-soluble matter* dengan metode terjemahan dua bahasa (bilingual), yang ditetapkan oleh BSN pada tahun 2019. Standar ini merevisi SNI ISO 14453:2012, *Pulp – Cara uji kelarutan dalam aseton*. Revisi ini juga dimaksudkan untuk harmonisasi dengan standar internasional yang berlaku.

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.
- b) 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 normatif yang telah diadopsi menjadi Standar Nasional Indonesia (SNI), yaitu:

- a) ISO 7213:1981, *Pulps – Sampling for testing* telah diadopsi secara identik menjadi SNI ISO 7213:2015, *Pulp – Pengambilan contoh untuk pengujian*
- b) ISO 638:2008, *Paper, board and pulps — Determination of dry matter content — Oven-drying method* telah diadopsi secara identik menjadi SNI ISO 638:2014, *Kertas, karton, dan pulp – Cara uji kadar kering - Metode pemanasan dalam oven*

Standar ini disusun oleh Komite Teknis, 85–01 Teknologi Kertas dan telah dikonsensuskan di Bogor pada tanggal 19 sampai dengan 21 September 2019 yang dihadiri oleh wakil-wakil dari pemerintah, produsen, konsumen, tenaga ahli, pakar di bidang pulp dan kertas, dan institusi terkait lainnya.

SNI ini telah melalui tahap jajak pendapat pada tanggal 07 Oktober 2019 sampai dengan 05 November 2019 dengan hasil akhir disetujui menjadi SNI.

Apabila pengguna menemukan keraguan dalam standar ini maka disarankan untuk melihat standar aslinya, yaitu ISO 14453:2014 dan/atau dokumen terkait lain yang menyertainya.

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.

Pendahuluan

Jumlah zat terlarut dalam aseton dari pulp memberikan ukuran kandungan ekstraktif kayu, sering disebut resin. Zat terlarut dalam aseton meliputi asam lemak, asam resin, alkohol lemak, sterol, digliserida dan trigliserida, steril ester dan lilin.

Selain itu, ekstrak aseton dari pulp mekanis juga dapat mengandung senyawa fenolik seperti lignan. Dalam kasus pulp kimia yang tidak dicuci secara sempurna, ekstrak aseton juga akan mencakup lignin kraft terlarut.

Sabun dari asam lemak dan resin, seperti yang ada dalam pulp yang tidak dicuci atau dihilangkan tintanya, tidak diekstraksi dalam kondisi yang ditentukan dalam Standar Nasional ini.

Introduction

The amount of acetone-soluble matter in pulp provides a measure of the content of wood extractives, often called resin. The acetone-soluble matter includes fatty acids, resin acids, fatty alcohols, sterols, diglycerides and triglycerides, steryl esters and waxes.

In addition, acetone extracts of mechanical pulps may also contain phenolic compounds such as lignans. In the case of incompletely washed chemical pulps, the acetone extracts will also include dissolved kraft lignin.

Metal soaps of fatty and resin acids, such as those present in unwashed or deinked pulp, are not extracted under the conditions specified in this National Standard.

Pulp – Cara uji kelarutan dalam aseton

1 Ruang lingkup

Standar Nasional ini menetapkan cara uji zat terlarut dalam aseton dari pulp.

Standar ini dapat diterapkan untuk semua tipe pulp. Batas terendah cara uji ini sekitar 0,05 %. Batas terendah ini dapat diturunkan dengan menambah jumlah contoh yang dianalisis.

2 Acuan normatif

Dokumen-dokumen berikut, secara keseluruhan atau sebagian, secara normatif diacu dalam dokumen ini dan sangat diperlukan untuk penerapannya. Untuk acuan bertanggal, hanya edisi tersebut yang digunakan. Untuk acuan tidak bertanggal, acuan dengan edisi terakhir yang digunakan (termasuk semua amandemennya).

ISO 7213, *Pulps – Sampling for testing*

ISO 638, *Paper, board and pulps — Determination of dry matter content — Oven-drying method*

3 Istilah dan definisi

Untuk tujuan dokumen ini, berlaku istilah dan definisi berikut.

3.1

kelarutan dalam aseton

jumlah bahan yang dapat diekstraksi dengan aseton dari contoh pulp dengan metode yang ditetapkan Standar Nasional ini

4 Prinsip

Contoh pulp diekstraksi dengan aseton dalam alat Soxhlet (Pilihan A) atau dalam alat Soxtec^{®1} atau alat ekstraksi sejenis (Pilihan B).

CATATAN Ekstraksi dengan peralatan Soxtec[®] dilakukan dengan pelarut mendidih sebagai pengganti pelarut terkondensasi seperti halnya dengan ekstraksi Soxhlet. Keuntungan utama dari sistem Soxtec[®] adalah waktu ekstraksi yang jauh lebih pendek dan pemulihan kembali sebagian besar pelarut ^{[1] [2]}. Metode ekstraksi lainnya, seperti *Accelerated Solvent Extraction (ASE)*, dapat menghasilkan nilai yang berbeda dan tidak berada dalam ruang lingkup Standar Nasional ini ^[2]. Seperti yang dilaporkan dalam Referensi [2] dan berdasarkan pada beberapa studi antar laboratorium ^[3], termasuk yang dilaporkan dalam Lampiran A, tidak ada perbedaan signifikan secara statistik yang ditemukan antara kedua metode ekstraksi.

Setelah ekstraksi, pelarut diuapkan dan residunya dikeringkan pada suhu 105 °C.

Kandungan zat terlarut dalam aseton dilaporkan sebagai persentase dari pulp kering.

¹: Soxtec[®] adalah contoh produk yang sesuai yang tersedia secara komersial. Informasi ini diberikan untuk kenyamanan pengguna dokumen ini dan bukan merupakan rekomendasi oleh ISO atas produk yang dinamai. Produk-produk yang setara dapat digunakan jika dapat ditunjukkan untuk memberikan hasil yang sama.

Pulps – Determination of acetone-soluble matter

1 Scope

This National Standard describes the determination of acetone-soluble matter in pulp.

It is applicable to all types of pulp. The lower limit of the determination is about 0,05 %. This limit can be lowered by increasing the amount of sample analysed.

2 Normative references

The following documents, in whole or in part, are normatively referenced in this document and are indispensable for its application. For dated references, only the edition cited applies. For undated references, the latest edition of the referenced document (including any amendments) applies.

ISO 7213, *Pulps – Sampling for testing*

ISO 638, *Paper, board and pulps — Determination of dry matter content — Oven-drying method*

3 Terms and definitions

For the purposes of this document, the following terms and definitions apply.

3.1

acetone-soluble matter

amount of material that can be extracted with acetone from a sample of pulp by method specified in this National Standard

4 Principle

A pulp sample is extracted with acetone in a Soxhlet apparatus (Option A) or in a Soxtec^{®1)} apparatus or similar extraction equipment (Option B).

NOTE Extraction with a Soxtec[®] apparatus is carried out with boiling solvent instead of condensed solvent as is the case with the Soxhlet extraction. The main advantages of the Soxtec[®] system are much shorter extraction times and recovery of the main portion of the solvent ^{[1] [2]}. Other extraction methods, such as Accelerated Solvent Extraction (ASE), can produce different results and are not within the scope of this National Standard ^[2]. As reported in Reference [2] and based on several interlaboratory studies ^[3], including that reported in Annex A, no statistically significant differences were found between the two extraction methods.

After extraction, the solvent is evaporated and the residue is dried at a temperature of 105 °C.

The content of acetone-soluble matter is reported as a percentage of dry pulp.

¹⁾ Soxtec[®] is an example of a suitable product available commercially. This information is given for the convenience of users of this document and does not constitute an endorsement by ISO of the product named. Equivalent products may be used if they can be shown to lead to the same results.

5 Reagen

5.1 Aseton (CH_3COCH_3), kualitas reagen analisis.

PERHATIAN – Aseton merupakan bahan yang sangat mudah terbakar; oleh karena itu hanya pemanas listrik atau uap yang disetujui harus digunakan. Seluruh prosedur harus dilakukan dalam lemari asam dan ekstraksi tidak boleh dibiarkan tanpa pengawasan untuk waktu yang lama. Tindakan perhatian harus diambil untuk menghindari nyala api terbuka. Tindakan perlindungan harus diambil untuk menghindari terhirup, tertelan, atau kontak dengan tubuh.

6 Peralatan

Alat laboratorium yang biasa digunakan dan alat berikut.

6.1 Pilihan A

6.1.1 Peralatan ekstraksi Soxhlet, dengan penghubung gelas asah, terdiri dari labu ekstraksi Soxhlet kapasitas 250 ml, tabung ekstraksi Soxhlet dan kondensor tipe Graham atau Allihn.

CATATAN Untuk contoh pulp dengan kandungan zat terlarut dalam aseton rendah, ekstraktor dengan volume yang lebih besar mungkin diperlukan.

6.1.2 Pemanas listrik, dengan kapasitas yang sesuai, memberikan laju ekstraksi minimal 4 siklus per jam. Penangas air panas juga dapat digunakan.

6.2 Pilihan B

6.2.1 Alat ekstraksi tipe Soxtec[®], atau setara.

6.2.2 Cup aluminium atau cup gelas untuk ekstraksi.

6.3 Pilihan A dan B

6.3.1 Bidal ekstraksi, alundum (aluminium oksida), porositas RA 98; cawan masir, porositas kasar; atau selulosa yang telah diekstraksi terlebih dahulu dengan aseton (5.1).

6.3.2 Batu didih, terbuat dari porselen atau bahan yang sejenis, yang telah diekstraksi terlebih dahulu dengan aseton (5.1).

6.3.3 Wol serat gelas, telah diekstraksi terlebih dahulu dengan aseton.

6.3.4 Saringan gelas, porositas 3.

6.3.5 Cawan timbang, dari aluminium atau bahan ringan lainnya. Periksa cawan agar beratnya tidak berkurang atau bertambah selama proses siklus pengeringan seperti yang dijelaskan dalam Pasal 7.

6.3.6 Oven pengering, berventilasi, mampu mempertahankan suhu udara $(105 \pm 2)^\circ\text{C}$.

6.3.7 Neraca, dengan presisi 0,1 mg.

5 Reagent

5.1 Acetone (CH_3COCH_3), analytical reagent grade.

WARNING — Acetone is a highly flammable material; therefore only approved electric or steam heating shall be used. The entire procedure must be performed in a chemical fume hood and the extraction should not be left unattended for any length of time. Caution should be taken to avoid open flame. Care should be taken to avoid inhalation, ingestion, or body contact.

6 Apparatus

Ordinary laboratory equipment and the following.

6.1 Option A

6.1.1 Soxhlet extraction apparatus, with ground-glass joints, consisting of a Soxhlet extraction flask of 250 ml capacity, Soxhlet extraction tube, and a Graham or Allihn-type condenser.

NOTE For pulp samples with a low content of acetone-soluble matter, an extractor with a larger volume may be needed.

6.1.2 Electric heater, with a suitable capacity, giving an extraction rate of at least 4 cycles per hour. A hot water bath can also be used.

6.2 Option B

6.2.1 Extraction apparatus of the Soxtec® type, or equivalent.

6.2.2 Aluminium or glass cups for extraction.

6.3 Options A and B

6.3.1 Extraction thimbles, alundum (aluminium oxide), porosity RA 98; fritted glass, coarse porosity; or cellulose pre-extracted with acetone (5.1).

6.3.2 Boiling beads, made of porcelain or similar material, pre-extracted with acetone (5.1).

6.3.3 Glass fibre wool, pre-extracted with acetone.

6.3.4 Glass filter, of porosity 3.

6.3.5 Weighing dishes, of aluminium or other lightweight material. Check that the dishes do not lose or gain mass when subjected to the drying cycle described in Clause 7.

6.3.6 Drying oven, ventilated, capable of maintaining an air temperature of $(105 \pm 2) ^\circ\text{C}$.

6.3.7 Balance, with a precision of 0,1 mg.

7 Pengambilan dan persiapan contoh

Ambil contoh pulp kering udara yang mewakili, cukup untuk menghasilkan dua bahan uji 10 g dan dua bahan uji untuk penentuan kadar kering bahan. Jika ditemukan (atau diketahui) bahwa massa ekstrak dari 10 g contoh tidak melebihi 5 mg, massa contoh yang lebih besar akan diperlukan. Untuk pengambilan contoh dari induk contoh dan kiriman pulp komersial, contoh harus diambil sesuai dengan ISO 7213. Jika analisis dilakukan pada tipe contoh lain, laporkan asal contoh dan, jika mungkin, prosedur pengambilan contoh, dan pastikan bahwa bahan uji yang diambil dalam Pasal 8 mewakili contoh yang diterima.

Gunakan sarung tangan pelindung pada saat penanganan contoh. Simpan contoh dalam refrigerator dengan kantong polietilen atau dalam kemasan aluminium foil. Untuk penyimpanan jangka panjang, contoh harus ditempatkan dalam pembeku.

Jika kadar kering bahan di bawah 90 %, biarkan seluruh contoh kering dalam semalam pada suhu kamar atau dalam oven pengering dengan suhu tidak melebihi 40 °C.

CATATAN Pengering-beku direkomendasikan daripada pengeringan udara atau pengeringan dengan oven jika ekstrak harus dianalisis untuk komposisi kimianya, untuk menghindari kemungkinan oksidasi asam lemak dan resin.

Potong atau sobek bagian uji menjadi potongan-potongan kecil, 1 cm kali 1 cm. Sobek pulp *flash-dried* menjadi potongan yang sesuai dengan lebar tidak melebihi 15 mm.

8 Prosedur

8.1 Ekstraksi dengan aseton

8.1.1 Pilihan A

Lakukan prosedur ekstraksi secara duplo.

Biarkan contoh untuk mencapai keseimbangan kadar air dengan lingkungan tempat neraca. Timbang dua bahan uji sekitar 10 g hingga 1 mg terdekat. Pada waktu yang sama, timbang dua bahan uji terpisah untuk penentuan kadar kering bahan seperti yang dijelaskan dalam ISO 638. Massa bagian uji harus disesuaikan sehingga menghasilkan massa ekstrak lebih dari 5 mg. Untuk contoh dengan kandungan zat terlarut dalam aseton rendah, ekstraktor dengan volume yang lebih besar dapat digunakan untuk memungkinkan peningkatan jumlah contoh yang diekstraksi. Dimungkinkan juga untuk mengekstraksi dua atau lebih bagian contoh dan menggabungkan bagian pelarut sebelum penguapan.

Pindahkan satu bahan uji ke ekstraktor (6.1.1). Gunakan bidal ekstraksi selulosa (6.3.1) atau letakkan pada piringan porselen berpori atau segumpal wol serat gelas (6.3.3) di atas bahan uji untuk mencegah kehilangan contoh pada saat ekstraksi. Periksa bahwa tidak ada bagian dari bahan uji yang menempel di bagian atas tabung pengeringan. Selalu gunakan bidal ekstraksi apabila pulp dalam bentuk cabikan atau *flash dried*.

Ke dalam labu ekstraksi (6.1.1) tambahkan batu didih (6.3.2) dan volume aseton (5.1) sesuai dengan 1,5 kali volume ekstraktor. Hubungkan dengan kondensor dan mulai ekstraksi.

Didihkan pelarut dan sesuaikan laju pengosongan ekstraktor hingga minimal 4 kali per jam. Total waktu ekstraksi tidak boleh kurang dari 4 h.

7 Sampling and preparation of the sample

Obtain a representative sample of air-dry pulp sufficient to provide two 10 g test specimens and two specimens for determination of dry matter content. If it is found (or known) that the mass of the extract from 10 g does not exceed 5 mg, a greater mass of sample will be required. For sampling from lots and consignments of market pulp, the sample shall be taken in accordance with ISO 7213. 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 specimens taken in Clause 8 are representative of the sample received.

Use protective gloves whenever handling the sample. Keep the sample in a refrigerator in polyethylene bags or in packages of aluminium foil. For long-term storage, samples should be placed in a freezer.

If the dry matter content is below 90 %, allow the whole sample to air-dry overnight at room temperature or in a drying oven at a temperature not exceeding 40 °C.

NOTE Freeze-drying instead of air-drying or oven drying is recommended if the extracts are to be analysed for their chemical composition, in order to avoid possible oxidation of fatty and resin acids.

Cut or tear the test portions into small pieces, 1 cm by 1 cm. Tear flash-dried pulp into suitable pieces no more than 15 mm wide.

8 Procedure

8.1 Extraction with acetone

8.1.1 Option A

Carry out the extraction procedure in duplicate.

Allow the sample to attain moisture equilibrium with the atmosphere near the balance. Weigh two specimens of about 10 g each to the nearest 1 mg. At the same time, weigh two separate specimens for the determination of the dry matter content as described in ISO 638. The mass of the test portion should be adjusted so that the extract mass will exceed 5 mg. For samples with a low content of acetone-soluble matter, an extractor with a larger volume can be used to make it possible to increase the amount of sample extracted. It is also possible to extract two or more sample portions and combine the solvent portions before evaporation.

Transfer one specimen to the extractor (6.1.1). Use a cellulose extraction thimble (6.3.1) or place a porous porcelain disc or a wad of glass fibre wool (6.3.3) over the specimen to prevent any loss. Check that no part of the specimen extends above the top of the draining tube. Always use an extraction thimble if the pulp is shredded or flash dried.

To the extraction flask (6.1.1) add the boiling beads (6.3.2) and a volume of acetone (5.1) corresponding to 1,5 times the volume of the extractor. Connect the condenser and start the extraction.

Bring the solvent to a boil and adjust the rate of emptying the extractor to at least 4 times per hour. The total extraction time shall be no less than 4 h.

8.1.2 Pilihan B

Operasikan peralatan ekstraksi otomatis sesuai dengan instruksi pabrik pembuat alat.

Lakukan prosedur ekstraksi secara duplo.

Biarkan contoh untuk mencapai keseimbangan kadar air dengan lingkungan tempat neraca.

Timbang dua bahan uji masing-masing sekitar 5 g sampai dengan 10 g hingga 1 mg terdekat. Massa bahan uji tergantung pada tingkat kandungan ekstrakatif dan kapasitas ekstraktor. Massa bagian uji harus disesuaikan sehingga menghasilkan massa ekstrak lebih dari 5 mg. Jika massa ekstrak kurang dari 5 mg, dua atau lebih bagian contoh dapat diekstraksi dan bagian pelarut dapat digabungkan sebelum penguapan. Pada waktu yang sama, timbang dua bahan uji terpisah untuk penentuan kadar kering bahan seperti yang dijelaskan dalam ISO 638. Pindahkan bahan uji ke dalam bidal ekstraksi (6.3.1).

Tambahkan aseton (5.1) antara 50 ml dan 100 ml ke dalam *cup* ekstraksi (6.2.2) dan mulai pendidihan. Bagian uji harus tertutup dengan aseton. Pilih suhu untuk ekstraksi seperti yang direkomendasikan oleh pabrik pembuat alat.

Biarkan bagian uji mendidih minimal selama 15 min (lihat Catatan), dan kemudian pindahkan bidal ekstraksi ke posisi pembilasan dan bilas selama 1 h.

CATATAN Periode pendidihan 15 min biasanya cukup untuk contoh dengan kandungan ekstrakatif rendah (di bawah 0,5 %), seperti pulp kimia yang diputihkan. Namun, untuk contoh dengan tingkat ekstrakatif yang relatif lebih tinggi (di atas 0,5 %), termasuk pulp yang tidak diputihkan dan pulp mekanis, periode ekstraksi yang lebih lama hingga 1 h mungkin diperlukan untuk memastikan ekstraksi sempurna. Direkomendasikan bahwa, untuk contoh seperti itu, atau untuk tipe contoh baru, untuk menetapkan terlebih dahulu bahwa tidak ada perbedaan yang signifikan dengan periode pendidihan 1 h sebelum mengadopsi periode pendidihan yang lebih singkat.

8.2 Blanko

Lakukan ekstraksi blanko menggunakan pelarut dan prosedur ekstraksi yang sama seperti untuk contoh, termasuk jika relevan, bidal ekstraksi kosong. Lakukan ekstraksi blanko untuk setiap pelarut baru atau *batch* baru pelarut daur ulang.

Jika massa residu blanko, *b*, melebihi 0,1 mg, hal tersebut harus dicatat dan dipertimbangkan dalam perhitungan hasil.

CATATAN Jika *batch* pelarut daur ulang digunakan, pengguna harus menentukan batas tertinggi untuk massa residu blanko.

8.3 Penguapan pelarut dan pengeringan residu ekstraksi

Pelarut dapat diuapkan sebagian secara langsung dalam Soxhlet (Pilihan A) atau dalam alat Soxtec[®] (Pilihan B). Sebagai alternatif, ekstrak dapat dipindahkan ke dalam tabung Zymark^{®2)} dan diuapkan dalam alat Zymark^{®2)} pada suhu 40 °C dengan nitrogen.

Uapkan pelarut hingga volume residu antara 25 ml dan 30 ml dan pindahkan ke dalam cawan aluminium yang telah ditimbang (6.3.5).

²⁾ Contoh produk yang sesuai tersedia secara komersial. Informasi ini diberikan untuk kenyamanan pengguna dokumen ini dan bukan merupakan rekomendasi oleh ISO atas produk yang disebutkan. Produk-produk yang setara dapat digunakan jika dapat ditunjukkan untuk memberikan hasil yang sama.

8.1.2 Option B

Operate the automated extraction apparatus according to the manufacturer's instructions.

Carry out the extraction procedure in duplicate.

Allow the sample to attain moisture equilibrium with the atmosphere near the balance.

Weigh two specimens of about 5 g to 10 g each to the nearest 1 mg. The mass of the specimens depends on the extractives level and on the capacity of the extractor. The mass of the test portion should be adjusted so that the extract mass will exceed 5 mg. If the mass of extract is less than 5 mg, two or more sample portions can be extracted and the solvent portions can be combined before evaporation. At the same time weigh two separate specimens for the determination of the dry matter content as described in ISO 638. Transfer the specimen to an extraction thimble (6.3.1).

Add between 50 ml and 100 ml of acetone (5.1) to the extraction cup (6.2.2) and start the boiling. The test portion shall be covered with acetone. Select the temperature for extraction as recommended by the equipment manufacturer.

Allow the test portion to boil for at least 15 min (see Note), and then move the extraction thimble to the rinsing position and rinse for 1 h.

NOTE A boiling period of 15 min is normally sufficient for samples with low extractives content (below 0,5 %), such as bleached chemical pulps. However, for samples with a relatively higher (above 0,5 %) level of extractives, including unbleached pulps and mechanical pulps, a longer extraction period of up to 1 h may be necessary to ensure complete extraction. It is recommended that, for such samples, or for new types of samples, to establish first that there are no significant differences with a 1 h boiling period before adopting a shorter boiling period.

8.2 Blanks

Carry out a blank extraction using the same solvent and extraction procedure as for the sample, including if relevant, an empty extraction thimble. Run a blank for each new supply of solvent or new batch of recycled solvent.

If the mass of the blank residue, b , exceeds 0,1 mg, it shall be recorded and taken into consideration in the calculation of the result.

NOTE If a batch of recycled solvent is used, the user should define the upper limit for the mass of the blank residue.

8.3 Evaporation of the solvent and drying of the extraction residue

The solvent can be partially evaporated directly in the Soxhlet (Option A) or in the Soxtec[®] (Option B) apparatus. Alternatively, the extract can be transferred to a Zymark^{®2)} tube and evaporated in a Zymark^{®2)} apparatus at 40 °C with nitrogen.

Evaporate the solvent to a residual volume between 25 ml and 30 ml and transfer to a weighed aluminium dish (6.3.5).

²⁾ Examples of suitable products available commercially. This information is given for the convenience of users of this document and does not constitute an endorsement by ISO of the products named. Equivalent products may be used if they can be shown to lead to the same results.

CATATAN 1 Jika residu ekstraksi harus dianalisis lebih lanjut, labu gelas harus digunakan sebagai pengganti cawan aluminium, karena sulit untuk melarutkan residu ekstraksi dan untuk memindahkannya secara kuantitatif dari cawan aluminium.

Bilas labu atau *cup* dengan aseton 3×5 ml (5.1) dan pindahkan bilasan ke dalam cawan aluminium.

Jika larutan dengan residu ekstraksi terlihat mengandung serat, larutan harus disaring melalui saringan gelas (6.3.4) sebelum penguapan akhir.

Biarkan aseton dalam cawan aluminium menguap dalam lemari asam dan terakhir keringkan residu ekstraksi dalam oven pengering (6.3.7) pada suhu 105 °C hingga massa konstan, sekitar 30 min.

CATATAN 2 Jika ekstrak harus dianalisis lebih lanjut untuk komposisi kimianya, pengeringan harus dilakukan pada suhu yang lebih rendah misal pada 40 °C selama 2 h, atau lebih dianjurkan dengan pengering-beku.

Biarkan residu ekstraksi dalam cawan aluminium menjadi dingin hingga suhu ruang dalam desikator dan timbang dengan neraca (6.3.1) hingga 0,1 mg terdekat, α .

9 Pernyataan hasil

Hitung kadar zat terlarut dalam aseton berdasarkan:

$$X = \frac{(a - b)100}{m}$$

keterangan

- X adalah kadar zat terlarut dalam aseton dari contoh, dalam persen;
- a adalah massa residu yang diperoleh setelah ekstraksi, dalam gram;
- b adalah massa residu blanko, dalam gram;
- m adalah massa contoh kering oven, dalam gram.

10 Laporan hasil uji

Laporan hasil uji seharusnya mencakup informasi berikut:

- a) acuan ke Standar Nasional ini;
- b) tanggal dan tempat pengujian;
- c) identifikasi lengkap dari contoh yang diuji;
- d) alat uji yang digunakan: peralatan Soxhlet (Pilihan A) atau Soxtec® atau peralatan ekstraksi sejenis (Pilihan B);
- e) massa bahan uji yang diekstraksi untuk setiap penentuan dan waktu ekstraksi;
- f) hasilnya, dinyatakan sebagai persentase dari massa kering oven dari contoh pulp;
- g) setiap penyimpangan dari prosedur standar yang dapat memengaruhi hasil.

NOTE 1 If the extraction residue is to be further analysed, glass flasks should be used instead of aluminium dishes, since it is difficult to dissolve the extraction residue and to transfer it quantitatively from the aluminium dishes.

Rinse the flask or the cup with 3 × 5 ml acetone (5.1) and transfer the rinsings to the aluminium dish.

If the solution with the extraction residue contains visible fibres, it should be filtered through a glass filter (6.3.4) before final evaporation.

Allow the acetone in the aluminium dish to evaporate in a fume hood and finally dry the extraction residue in a drying oven (6.3.7) at 105 °C to constant mass, about 30 min.

NOTE 2 If the extract is to be analysed further for its chemical composition, drying should be carried out at a lower temperature e.g. at 40 °C for 2 h, or preferably by freeze-drying.

Allow the extraction residue in the aluminium dish to cool to room temperature in a desiccator and weigh it on a balance (6.3.1) to the nearest 0,1 mg, *a*.

9 Expression of results

Calculate the content of acetone-soluble matter according to:

$$X = \frac{(a - b)100}{m}$$

where

- X* is the content of acetone-soluble matter of the sample, in percent;
a is the mass of the extraction residue, in grams;
b is the mass of the blank residue, in grams;
m is the mass of the oven-dry sample, in grams.

10 Test report

The test report shall include the following particulars:

- a reference to this National Standard;
- date and place of testing;
- complete identification of the sample tested;
- test equipment used: Soxhlet apparatus (Option A) or Soxtec® or similar extraction equipment (Option B);
- mass of specimen extracted for each determination and extraction time;
- the results, expressed as a percentage of the oven-dry mass of the pulp sample;
- any departure from the standard procedure that may have affected the result.

Lampiran A (informatif)

Presisi

A.1 Umum

Pernyataan presisi ini diperoleh dari studi *round-robin* tahun 2002, dengan partisipasi dari laboratorium di Swedia, Finlandia, Norwegia, Afrika Selatan dan Thailand.

Data presisi berdasarkan pada dua contoh pulp, *kraft* kayudaun dan *TMP*, diuji oleh 21 laboratorium yang berbeda, sesuai dengan Standar Nasional ini, dengan pengecualian bahwa waktu ekstraksi 15 min digunakan untuk kedua contoh untuk metode Soxtec®. Karena kandungan ekstraktif dalam contoh *TMP* ditemukan lebih besar dari 0,5 %, waktu ekstraksi yang lebih lama seharusnya digunakan dalam kasus ini. Untuk metode Soxhlet, laboratorium yang berpartisipasi menggunakan kondisi ekstraksi yang sama seperti yang ditentukan dalam metode ini. Enam laboratorium menggunakan metode Soxhlet, dan 15 laboratorium menggunakan metode Soxtec® (14 untuk *TMP*).

Perhitungan telah dilakukan sesuai dengan ISO/TR 24498 ^[4].

Batas *repeatability* dan *reproducibility* yang dilaporkan adalah estimasi perbedaan maksimum yang harus diperkirakan dalam 19 dari 20 kejadian, ketika membandingkan dua hasil pengujian untuk bahan yang sejenis dengan yang dijelaskan dalam kondisi pengujian yang sejenis. Estimasi ini mungkin 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 $2,77 = 1,96 \sqrt{2}$.

Data *pooled repeatability* dan *pooled reproducibility* disajikan pada Tabel A.1 dan Tabel A.2, untuk metode Soxhlet, dan pada Tabel A.3 dan Tabel A.4 untuk metode Soxtec®. Nilai koefisien variasi yang lebih tinggi untuk contoh *TMP* dengan metode Soxtec® mungkin disebabkan oleh fakta bahwa waktu ekstraksi 15 min tidak mencukupi dalam kasus ini, karena kandungan ekstraktif lebih besar dari 0,5 %.

Annex A **(informative)**

Precision

A.1 General

This precision statement was obtained from a 2002 round-robin study, with participation from laboratories in Sweden, Finland, Norway, South Africa, and Thailand.

The precision data are based on two pulp samples, a hardwood kraft, and a TMP, tested by 21 different laboratories, according to this National Standard, with the exception that a 15-min extraction time was used for both samples for the Soxtec[®] method. Since the extractives content in the TMP sample was found to be greater than 0,5 %, a longer extraction time should have been used in this case. For the Soxhlet method, participating laboratories used the same extraction conditions as those specified in this method. Six laboratories used the Soxhlet method, and 15 laboratories used the Soxtec[®] method (14 for the TMP).

The calculations have been made according to ISO/TR 24498 [4].

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 $2,77 = 1,96 \sqrt{2}$.

The pooled repeatability and reproducibility data are presented in Tables A.1 and A.2, for the Soxhlet method, and in Tables A.3 and A.4 for the Soxtec[®] method. The higher coefficient of variation content for the TMP sample by the Soxtec[®] method is probably due to the fact that a 15-min extraction time was insufficient in this case, since the extractives content was greater than 0,5 %.

A.2 Repeatability (metode Soxhlet)**Tabel A.1 — Estimasi *repeatability* metode Soxhlet**

Contoh	Jumlah laboratorium	Rata-rata kelarutan dalam aseton %	Simpangan baku s_r (%)	Koefisien variasi $C_{V,r}$ (%)	Batas <i>repeatability</i> r (%)
Kraft kayudaun	6	0,167	0,004	2,40	0,011
TMP	6	1,186	0,036	3,04	0,100

A.3 Reproducibility (metode Soxhlet)**Tabel A.2 — Estimasi *reproducibility* metode Soxhlet**

Contoh	Jumlah laboratorium	Rata-rata kelarutan dalam aseton %	Simpangan baku S_R (%)	Koefisien variasi $C_{V,R}$ (%)	Batas <i>reproducibility</i> R (%)
Kraft kayudaun	6	0,167	0,019	11,4	0,053
TMP	6	1,186	0,144	12,1	0,399

A.4 Repeatability (metode Soxtec®)**Tabel A.3 — Estimasi *repeatability* metode Soxtec®**

Contoh	Jumlah laboratorium	Rata-rata kelarutan dalam aseton %	Simpangan baku s_r (%)	Koefisien variasi $C_{V,r}$ (%)	Batas <i>repeatability</i> r (%)
Kraft kayudaun	15	0,159	0,012	7,55	0,033
TMP	14	1,039	0,030	2,89	0,083

A.5 Reproducibility (metode Soxtec®)**Tabel A.4 — Estimasi *reproducibility* metode Soxtec®**

Contoh	Jumlah laboratorium	Rata-rata kelarutan dalam aseton %	Simpangan baku S_R (%)	Koefisien variasi $C_{V,R}$ (%)	Batas <i>reproducibility</i> R (%)
Kraft kayudaun	15	0,159	0,019	11,9	0,053
TMP	14	1,039	0,126	12,1	0,349

A.2 Repeatability (Soxhlet method)**Table A.1 — Estimation of the repeatability of the Soxhlet method**

Sample	Number of laboratories	Mean acetone-soluble matter %	Standard deviation s_r (%)	Coefficient of variation $C_{V,r}$ (%)	Repeatability limit r (%)
Hardwood kraft	6	0,167	0,004	2,40	0,011
TMP	6	1,186	0,036	3,04	0,100

A.3 Reproducibility (Soxhlet method)**Table A.2 — Estimation of the reproducibility of the Soxhlet method**

Sample	Number of laboratories	Mean acetone-soluble matter %	Standard deviation s_R (%)	Coefficient of variation $C_{V,R}$ (%)	Reproducibility limit R (%)
Hardwood kraft	6	0,167	0,019	11,4	0,053
TMP	6	1,186	0,144	12,1	0,399

A.4 Repeatability (Soxtec® method)**Table A.3 — Estimation of the repeatability of the Soxtec® method**

Sample	Number of laboratories	Mean acetone-soluble matter %	Standard deviation s_r (%)	Coefficient of variation $C_{V,r}$ (%)	Repeatability limit r (%)
Hardwood kraft	15	0,159	0,012	7,55	0,033
TMP	14	1,039	0,030	2,89	0,083

A.5 Reproducibility (Soxtec® method)**Table A.4 — Estimation of the reproducibility of the Soxtec® method**

Sample	Number of laboratories	Mean acetone-soluble matter %	Standard deviation s_R (%)	Coefficient of variation $C_{V,R}$ (%)	Reproducibility limit R (%)
Hardwood kraft	15	0,159	0,019	11,9	0,053
TMP	14	1,039	0,126	12,1	0,349

Bibliografi

- [1] Sitholé, B.B., Vollstaedt, P., and Allen, L.H., *Comparison of Soxtec and Soxhlet Systems for Determining Extractives Content*, Tappi J., 74 (11): 187 (1991)
- [2] Bergelin, E., von Schoultz, S., Hemming, J., and Holmbom, B., *Evaluation of Methods for Extraction and Analysis of Wood Resin in Birch Kraft Pulp*, Nordic Pulp and Paper Res. J., 18 (2): 129 (2003)
- [3] *Determination of extract content in pulp and chip samples – Influence of various parameters*, NSP Report No, 4 (Dec 2009)
- [4] ISO/TR 24498, *Paper, board and pulps — Estimation of uncertainty for test methods*

Informasi pendukung terkait perumus standar

[1] Komtek/Sub Komtek perumus SNI

Komite Teknis 85-01, Teknologi Kertas

[2] Susunan keanggotaan Komtek perumus SNI

Ketua : Edy Sutopo
Sekretaris : Yasmita
Anggota : Emil Satria
Rr. Citra Rapati
Andoyo Sugiharto
Heronimus Judi Tjahjono
Nina Elyani
Dharmawan
Susi Sugesty
Uu Wahyudin
Papua Yuniarto
Nurmayanti
Liana Bratasida

[3] Konseptor rancangan SNI

Balai Besar Pulp dan Kertas

[4] Sekretariat pengelola Komtek perumus SNI

Pusat Standardisasi Industri - Badan Penelitian dan Pengembangan Industri
Kementerian Perindustrian