

TCVN

TIÊU CHUẨN VIỆT NAM

**TCVN 6091 : 2004
ISO 1656 : 1996**

Xuất bản lần 3

**CAO SU THIÊN NHIÊN VÀ LATEX CAO SU THIÊN NHIÊN –
XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG NITƠ**

*Rubber, raw natural, and rubber latex, natural –
Determination of nitrogen content*

HÀ NỘI - 2004

Lời nói đầu

TCVN 6091 : 2004 thay thế TCVN 6091 : 1995.

TCVN 6091 : 2004 hoàn toàn tương đương với ISO 1656 : 1996.

TCVN 6091 : 2004 do Ban Kỹ thuật Tiêu chuẩn TCVN/TC45 *Cao su thiên nhiên* biên soạn, trên cơ sở dự thảo đề nghị của Viện nghiên cứu cao su – Tổng Công ty Cao su Việt Nam, Tổng cục Tiêu chuẩn Đo lường Chất lượng xét duyệt, Bộ Khoa học và Công nghệ ban hành.

Cao su thiên nhiên và latex cao su thiên nhiên – Xác định hàm lượng nitơ

Rubber, raw natural, and rubber latex, natural – Determination of nitrogen content

CẢNH BÁO – Những người sử dụng tiêu chuẩn này phải có kinh nghiệm trong phòng thí nghiệm thông thường. Tiêu chuẩn này không đề cập đến tất cả các vấn đề an toàn liên quan khi sử dụng. Người sử dụng tiêu chuẩn phải có trách nhiệm thiết lập các biện pháp an toàn và bảo vệ sức khỏe phù hợp với các qui định pháp lý hiện hành.

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này qui định phương pháp vĩ mô và trung lượng để xác định hàm lượng nitơ trong cao su thiên nhiên thô và latex cao su thiên nhiên sử dụng qui trình khác nhau của Kendan.

CHÚ THÍCH: Xác định hàm lượng nitơ trong cao su thiên nhiên thường được thực hiện để đánh giá hàm lượng protein. Số lượng nhỏ của các thành phần chứa nitơ không có protein cũng được trình bày, tuy nhiên trong các chất rắn khó chuẩn bị từ latex cao su thiên nhiên, những vật liệu này có thể tạo ra sự đóng góp đáng kể trong tổng hàm lượng nitơ.

2 Tài liệu viện dẫn

TCVN 5598 : 1997 (ISO 123 : 1985) Latex cao su – Lấy mẫu.

TCVN 6086 : 2004 (ISO 1795 : 2000) Cao su thiên nhiên và cao su tổng hợp – Lấy mẫu và chuẩn bị mẫu thử.

TCVN 6315 : 1997 (ISO 124 : 1997) Các loại latex cao su – Xác định tổng hàm lượng chất rắn.

ISO/TR 9272 : 1986 Rubber and rubber products – Determination of precision for test method standards (Cao su và các sản phẩm cao su – Xác định độ chính xác đối với các tiêu chuẩn về phương pháp thử).

3 Nguyên tắc

Một lượng mẫu đã biết được phân huỷ bằng hỗn hợp axit sunfuric, kali sunfat và lượng xúc tác đồng sunfat, selen hoặc natri selenat, do vậy biến đổi các hợp chất nitơ thành amoni hydro sunfua từ đó amoniác được chưng cất sau khi tạo thành hỗn hợp kiềm.

Amoniác chưng cất được hấp thụ:

- trong dung dịch axit sunfuric thể tích chuẩn sau đó là chuẩn độ axit thừa bằng dung dịch kiềm thể tích chuẩn;
- hoặc trong dung dịch axit boric sau đó là chuẩn độ bằng dung dịch axit thể tích chuẩn (vì axit boric là một axit yếu nên nó không ảnh hưởng đến chất chỉ thị được sử dụng trong chuẩn độ này).

4 Phương pháp vĩ mô

4.1 Thuốc thử

Trong suốt quá trình phân tích, trừ khi có qui định khác, chỉ sử dụng thuốc thử có độ TKPT, cất hoặc nước có độ tinh khiết tương đương.

4.1.1 Hỗn hợp chất xúc tác hoặc dung dịch chất xúc tác

CHÚ Ý – Khi sử dụng selen, tránh hít phải hơi và/hoặc tránh để selen tiếp xúc với da hoặc quần áo. Chỉ sử dụng selen khi đảm bảo được sự thông gió thích hợp.

4.1.1.1 Hỗn hợp chất xúc tác

Chuẩn bị hỗn hợp trộn kỹ được chia nhỏ gồm:

- 30 phần, theo khối lượng, kali sunfat khan (K_2SO_4);
- 4 phần, theo khối lượng, đồng sunfat ngậm 5 phân tử nước ($CuSO_4 \cdot 5H_2O$);
- 1 phần, theo khối lượng, bột selen, hoặc 2 phần, theo khối lượng, natri selenat ngậm 10 phân tử nước ($Na_2SeO_4 \cdot 10H_2O$).

4.1.1.2 Dung dịch chất xúc tác

Hoà tan bằng cách đun nóng:

- 110 g kali sunfat khan,
- 14,7 g đồng sunfat ngậm 5 phân tử nước,
- 3,7 g selen hoặc 7,49 g natri selenat

trong 600 cm³ axit sunfuric (4.1.2).

4.1.2 **Axit sunfuric**, $d = 1,84 \text{ g/cm}^3$.

4.1.3 **Axit sunfuric**, dung dịch thể tích chuẩn, $c(\text{H}_2\text{SO}_4) = 0,05 \text{ mol/dm}^3$.

4.1.4 **Natri hydroxit**, dung dịch thể tích chuẩn $c(\text{NaOH}) = 0,1 \text{ mol/dm}^3$.

4.1.5 **Natri hydroxit**, dung dịch, $c(\text{NaOH}) = 10 \text{ mol/dm}^3$.

Hoà tan 400 g natri hydroxit rắn trong 600 cm^3 nước.

4.1.6 **Axit boric**, dung dịch, $c(\text{H}_3\text{BO}_3) = 0,17 \text{ mol/dm}^3$.

Hoà tan 40 g axit boric rắn trong 1 dm^3 nước, nếu cần thiết thì trong nước ấm, và làm nguội đến nhiệt độ phòng.

4.1.7 Dung dịch hỗn hợp chỉ thị

Hoà tan 0,1 g metyl đỏ và 0,05 g metylen xanh trong 100 cm^3 etanol 96 % (V/V).

Chất chỉ thị này có thể bị hỏng trong quá trình lưu giữ, do vậy phải chuẩn bị chất chỉ thị mới.

4.2 Thiết bị

Các thiết bị thông thường trong phòng thí nghiệm và

Thiết bị **Kendan**, với bình phân giải có dung tích 800 cm^3 .

4.3 Lấy mẫu và chuẩn bị phần mẫu thử

Để xác định hàm lượng nitơ trong cao su rắn thô, cắt một mẫu thử từ mẫu đồng nhất được lấy mẫu và chuẩn bị theo TCVN 6086 : 2004 (ISO 1795).

Để xác định hàm lượng nitơ trong latex, phần mẫu đại diện (xem TCVN 5598 : 1997 (ISO 123)) từ latex hỗn hợp chứa khoảng 2 g chất rắn tổng phải được làm khô đến khối lượng không đổi theo TCVN 6315 : 1997 (ISO 124).

4.4 Cách tiến hành

4.4.1 Cân khoảng 2 g cao su hoặc latex khô chính xác đến 0,5 mg, cắt thành những miếng nhỏ và cho vào bình phân giải (xem 4.2). Thêm khoảng 13 g hỗn hợp chất xúc tác (4.1.1.1) và 60 cm^3 axit sunfuric (4.1.2) hoặc 65 cm^3 dung dịch chất xúc tác (4.1.1.2). Trộn các chất trong bình bằng cách lắc xoay tròn, sau đó đun sôi nhẹ cho đến khi hoà tan hoàn toàn. Tiếp tục đun sôi thêm 1 giờ.

Để nguội bình phân giải và các chất trong đó đến nhiệt độ phòng, cẩn thận thêm vào 200 cm^3 nước và trộn bằng cách lắc xoay tròn.

Đặt bình chứa dung dịch hấp thụ vào vị trí nối với thiết bị chưng cất, sau đó thêm từ từ 150 cm^3 dung dịch natri hydroxit (4.1.5) vào bình phân giải bằng một phễu nhỏ giọt.

4.4.2 Thực hiện việc hấp thụ và chuẩn độ amoniac đã được giải phóng bằng cách tiến hành 4 được mô tả trong 4.4.2.1 hoặc 4.4.2.2. Giữ bình chứa ở nhiệt độ dưới 30 °C để tránh sự thất thoát amoniac.

4.4.2.1 Dùng pipet thêm 75 cm³ nước và 25 cm³ dung dịch axit sunfuric thể tích chuẩn (4.1.3) vào bình chứa của thiết bị chưng cất cùng với hai giọt dung dịch chất chỉ thị hỗn hợp (4.1.7). Đặt bình chứa sao cho phần đuôi của ống truyền từ bình ngưng chìm xuống dưới bề mặt của dung dịch hấp thụ. Trong khi để nút đậy của bình phân giải vào vị trí thích hợp, trộn kỹ lưỡng các chất bằng cách cuốn xoay. Ngay lập tức bắt đầu chưng cất và tiếp tục để tốc độ ổn định cho đến khi thu được 20 cm³ phần cất. Nếu màu của chất chỉ thị thay đổi, chỉ thị độ kiểm của dung dịch hấp thụ, đình chỉ việc xác định và lập lại các thao tác dùng nhiều axit sunfuric hoặc phần mẫu thử nhỏ hơn.

Khi chưng cất đã hoàn thành (thường thể tích trong bình đạt khoảng 300 cm³), chuẩn độ các bằng dung dịch natri hydroxit (4.1.4), đọc trên buret chính xác đến 0,02 cm³.

4.4.2.2 Cho 100 cm³ dung dịch axit boric (4.1.6) vào bình chứa của thiết bị chưng cất với hai giọt dung dịch hỗn hợp chất chỉ thị (4.1.7). Tiến hành chưng cất như đã mô tả trong 4.4.2.1 và chuẩn phần cất bằng dung dịch axit sunfuric (4.1.3), đọc trên buret chính xác đến 0,02 cm³.

4.5 Thử mẫu trắng

Song song với việc xác định, tiến hành phép thử mẫu trắng với cùng lượng thuốc thử trong cùng điều kiện thí nghiệm, nhưng bỏ qua phần mẫu thử.

4.6 Biểu thị kết quả ¹⁾

4.6.1 Khi axit sunfuric được sử dụng làm dung dịch hấp thụ theo qui định trong 4.4.2.1, hàm lượng nitơ của cao su được tính bằng phần trăm khối lượng theo công thức:

$$\frac{0,14 (V_2 - V_1)}{m}$$

trong đó:

- V₁ là thể tích của dung dịch natri hydroxit (4.1.4) dùng để chuẩn độ, tính bằng centimet khối (c
- V₂ là thể tích của dung dịch natri hydroxit (4.1.4) dùng để chuẩn độ trong phép thử mẫu thử tính bằng centimet khối (cm³);
- m là khối lượng của phần mẫu thử, tính bằng gam (g).

Kết quả được tính chính xác đến 0,01 %.

¹⁾ Nếu nồng độ của dung dịch chuẩn được sử dụng không chính xác như qui định trong danh mục thuốc phải hiệu chỉnh để cho thích hợp.

4.6.2 Khi axit boric được sử dụng như là dung dịch hấp thụ theo qui định trong 4.4.2.2, hàm lượng nitơ của cao su, tính bằng phần trăm khối lượng, theo công thức:

$$\frac{0,14 (V_3 - V_4)}{m}$$

trong đó:

V_3 là thể tích của dung dịch axit sunfuric (4.1.3) dùng để chuẩn độ, tính bằng centimet khối (cm^3);

V_4 là thể tích của dung dịch axit sunfuric (4.1.3) dùng để chuẩn độ trong phép thử mẫu trắng, tính bằng centimet khối (cm^3);

m là khối lượng của phần mẫu thử, tính bằng gam (g).

Kết quả được tính chính xác đến 0,01 %.

5 Phương pháp trung lượng

5.1 Thuốc thử

Trong suốt quá trình phân tích, trừ trường hợp có qui định khác, chỉ sử dụng thuốc thử có độ TKPT và nước cất hoặc nước có độ tinh khiết tương đương.

5.1.1 Hỗn hợp chất xúc tác

CHÚ Ý – Khi sử dụng selen, tránh hít phải hơi và/hoặc tránh để selen tiếp xúc với da hoặc quần áo. Chỉ làm việc khi đảm bảo được sự thông gió thích hợp.

Chuẩn bị hỗn hợp trộn kỹ được chia nhỏ cẩn thận gồm:

- 30 phần, theo khối lượng, kali sunfat khan (K_2SO_4);
- 4 phần, theo khối lượng, đồng sunfat ngậm 5 phân tử nước ($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$);
- 1 phần, theo khối lượng, bột selen, hoặc 2 phần, theo khối lượng, natri selenat ngậm 10 phân tử nước ($\text{Na}_2\text{SeO}_4 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$).

5.1.2 Axit sunfuric, $d = 1,84 \text{ g/cm}^3$.

5.1.3 Axit sunfuric, dung dịch thể tích chuẩn, $c(\text{H}_2\text{SO}_4) = 0,01 \text{ mol/dm}^3$.

5.1.4 Natri hydroxit, dung dịch, $c(\text{NaOH}) = 10 \text{ mol/dm}^3$.

Hoà tan 400 g natri hydroxit rắn vào trong 600 cm^3 nước.

5.1.5 Natri hydroxit, dung dịch thể tích chuẩn, $c(\text{NaOH}) = 0,02 \text{ mol/dm}^3$, cacbonat tự do.

5.1.6 Axit boric, dung dịch, $c(\text{H}_3\text{BO}_3) = 0,17 \text{ mol/dm}^3$.

Hoà tan 20 g axit boric rắn trong 1 dm^3 nước, nếu cần thiết thì trong nước ấm, và làm nguội đến nhiệt độ phòng.

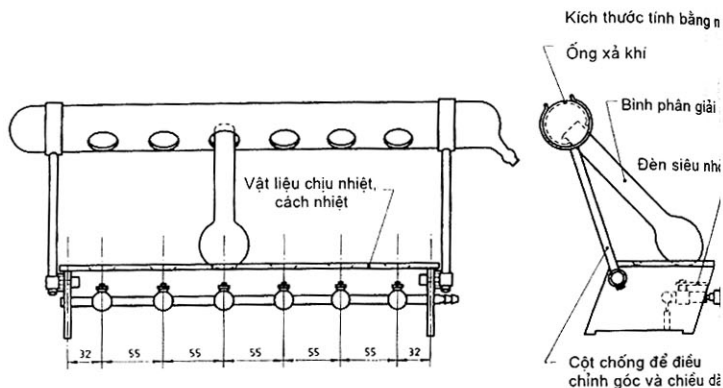
5.1.7 Dung dịch hỗn hợp chỉ thị

Hoà tan 0,1 g metyl đỏ và 0,05 g metylen xanh trong 100 cm³ etanol 96 % (V/V).
 Chất chỉ thị này có thể bị hỏng trong quá trình lưu, giữ do vậy phải chuẩn bị chất chỉ thị mới.

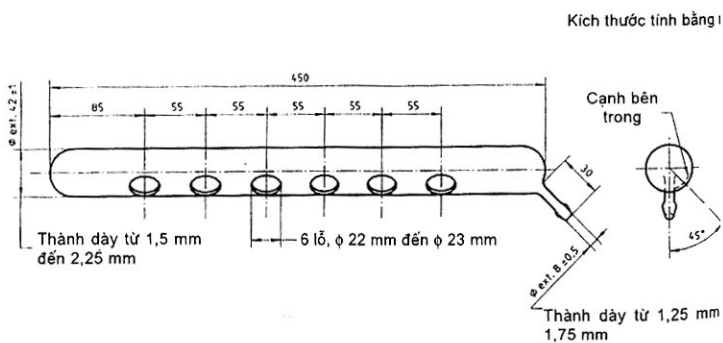
5.2 Thiết bị

Các thiết bị thông thường trong phòng thí nghiệm và

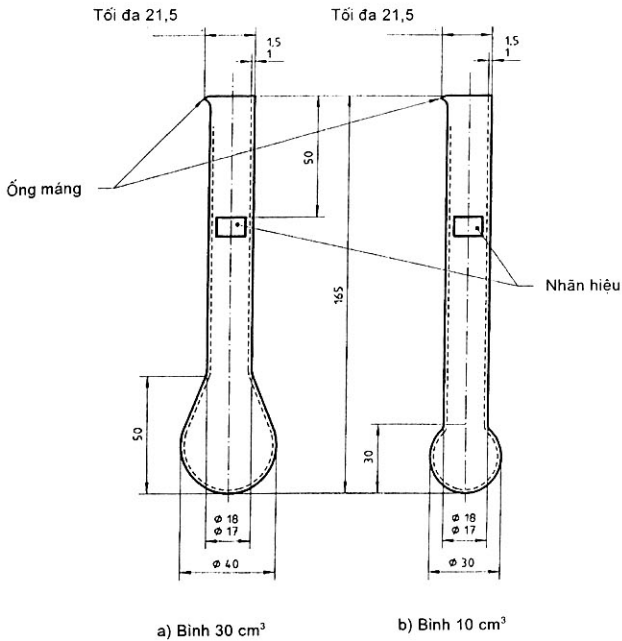
5.2.1 **Bình phân giải Kendan trung lượng**, với bình phân giải có dung tích 30 cm³ và 10 cửa về một thiết bị điển hình, xem Hình 1, 2 và 3).



Hình 1 – Cách lắp đặt bình phân giải cho phương pháp trung lượng

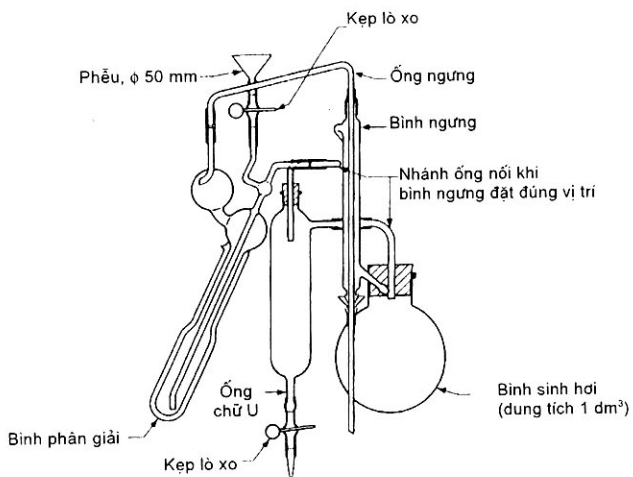


Hình 2 – Ống thoát hơi nước cho phương pháp trung lượng

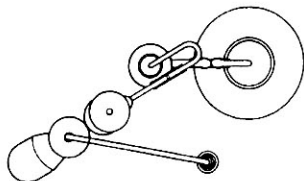


Hình 3 – Bình phân giải cho phương pháp trung lượng

5.2.2 Bộ chưng cất Kenden trung lượng, với ống ngưng tụ bằng bạc, kính borosilicat hoặc thiếc (xem ví dụ Hình 4 đến 9).



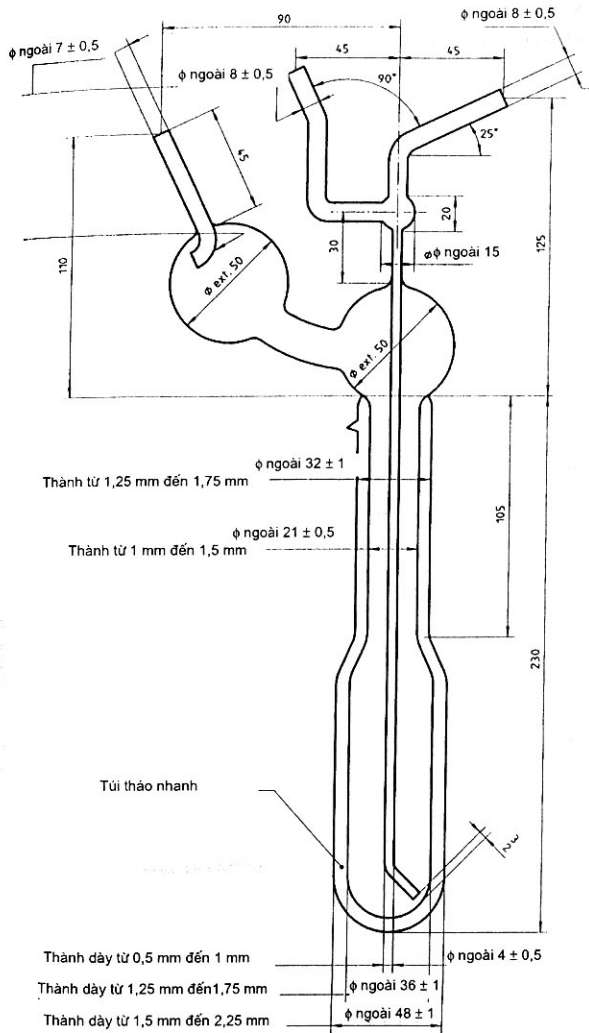
Hình chiếu đứng



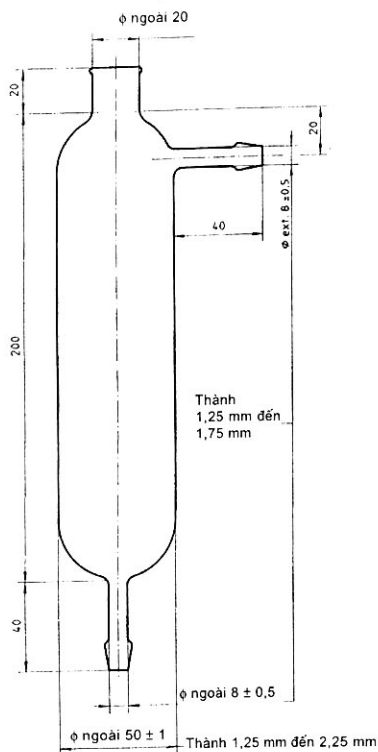
Hình chiếu bằng

Hình 4 – Cách lắp đặt bộ chưng cất cho phương pháp trung lượng

Kích thước tính bằng milimet

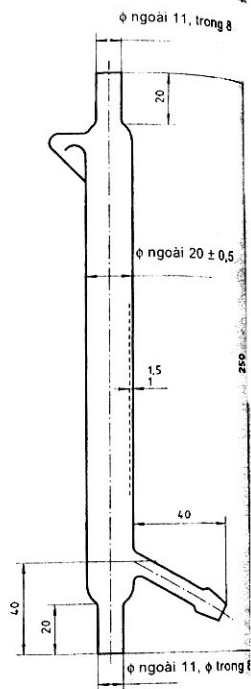


Hình 5 – Bình chưng cất cho phương pháp trung lượng

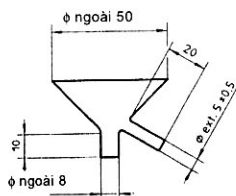


Hình 6 – Ống chữ U cho phương pháp trung lượng

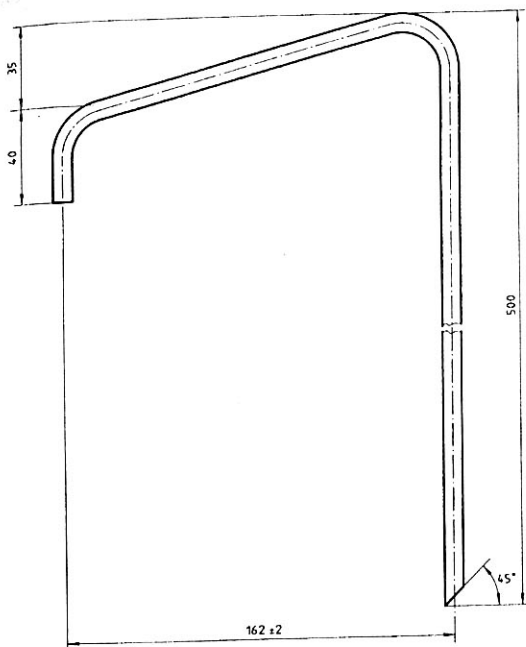
Kích thước tính bằng mm



Hình 7 – Bao ngưng tụ cho phương pháp trung lượng



Hình 8 – Phễu nhỏ giọt cho phương pháp trung lượng



Hình 9 – Ống ngưng tụ cho phương pháp trung lượng

5.2.3 Buret, dung tích 5 cm³ hoặc 10 cm³, có vạch chia 0,02 cm³.

5.3 Lấy mẫu và chuẩn bị phần mẫu thử

Để xác định hàm lượng nitơ trong cao su rắn thô, lấy một phần mẫu thử từ mẫu đồng nhất được lấy mẫu và chuẩn bị theo TCVN 6086 : 2004 (ISO 1795).

Để xác định hàm lượng nitơ trong latex, mẫu đại diện (xem TCVN 5598 : 1997(ISO 123)) từ hỗn hợp latex chứa khoảng 0,1 g chất rắn tổng được làm khô đến khối lượng không đổi như qui định trong TCVN 6315 : 1997 (ISO 124).

5.4 Cách tiến hành

5.4.1 Cân 0,1 g đến 0,2 g cao su hoặc cao su latex khô chính xác đến 0,1 mg và cho vào phân giải (xem 5.2.1). Thêm 0,65 g hỗn hợp chất xúc tác (5.1.1) và 3,0 cm³ axit sunfuric (5.1.3) đun nóng các chất cẩn thận đến điểm sôi. Tiếp tục đun sôi thêm 30 phút sau khi phân giải toàn và thành màu xanh không có sắc vàng.

Tránh đun sôi quá, như đã chỉ ra sự phân giải có xu hướng đông đặc khi làm lạnh, từ điều kiện thể dẫn đến sự thất thoát nitơ.

Đổ nước vào phần tạo hơi nước của bộ chưng cất để đun sôi và cho hơi nước đi qua thiết bị chưng cất này (5.2.2), kể cả bình chứa, ít nhất trong 2 phút. Túi nước của bình ngưng sẽ không còn trong suốt quá trình hơi nước thoát ra. Trong lúc đó, làm lạnh bình phân giải đến nhiệt độ phòng hoặc dưới nhiệt độ phòng, thêm 10 cm³ nước và ngay lập tức chuyển các chất vào bình phân giải tại cuối quá trình thoát hơi nước. Hoàn thành việc chuyển chất bằng cách rửa 3 lần với 3 cm³ và cho chảy nhỏ giọt vào bình sau mỗi lần chuyển.

5.4.2 Loại bỏ phần ngưng bất kỳ thu được, hoàn tất việc chưng cất và chuẩn độ amoniác các bước đã mô tả trong 5.4.2.1 hoặc 5.4.2.2. Giữ nhiệt độ của bình chứa dưới 30 °C để tránh thất thoát amoniác.

5.4.2.1 Từ buret (5.2.3) cho một thể tích đã tính dung dịch axit sunfuric (5.1.3) vào thiết bị chưng cất thu hơi nước, dùng ít nhất 5 cm³ (thể tích chính xác phụ thuộc lượng nitơ thu được), còn hai giọt dung dịch hỗn hợp chỉ thị (5.1.7) và khoảng 5 cm³ nước. Đặt bình chứa sao cho đầu ống truyền từ bình ngưng ngâm dưới bề mặt axit. Để thuận lợi, nghiêng nhẹ bình chứa để thu chất lỏng có chiều sâu lớn hơn.

Thêm khoảng 15 cm³ dung dịch natri hydroxit (5.1.4) vào bình chưng cất bằng ống đong hình nón và cho hơi nước từ bộ tạo hơi nước đi qua bình chưng cất từ 10 đến 12 phút với tốc độ sao cho tích chất lỏng cuối cùng trong bình chứa khoảng 70 cm³. Nếu màu của chất lỏng thay đổi, chỉ thị độ kiềm của dung dịch hấp thụ, ngừng việc xác định và lặp lại thí nghiệm, nhiều axit sunfuric hơn hoặc phần mẫu thử nhỏ hơn.

Khi hoàn thành việc chưng cất, hạ thấp bình chứa cho đến khi đầu của bình ngưng ở trên mức tiếp tục chưng cất 1 phút nữa, sau đó rửa đầu ống bình ngưng bằng một vài cm³ nước thu trong lúc chưng cất. Ngay lập tức chuẩn độ các chất trong bình vừa nhận được bằng dung dịch natri hydroxit (5.1.5), đọc buret chính xác đến 0,02 cm³.

5.4.2.2 Cho khoảng 10 cm³ dung dịch axit boric (5.1.6) vào bình thu hơi nước thoát ra với hai giọt dung dịch hỗn hợp chất chỉ thị (5.1.7). Tiến hành chưng cất như đã mô tả ở 5.4.2.1, nhưng cố gắng với sự có mặt của axit boric, màu của chất chỉ thị sẽ thay đổi ngay lập tức sự chuẩn độ amoniác bắt đầu. Chuẩn độ phần chưng cất bằng dung dịch axit sunfuric (5.1.3), đọc trên buret chính xác đến 0,02 cm³.

5.5 Thử mẫu trắng

Song song với việc xác định, tiến hành phép thử mẫu trắng với cùng lượng thuốc thử, trong cùng điều kiện thí nghiệm, nhưng không có mẫu thử.

5.6 Biểu thị kết quả²⁾

5.6.1 Khi axit sunfuric được sử dụng làm dung dịch hấp thụ theo qui định trong 5.4.2.1, hàm lượng nitơ của cao su, tính bằng phần trăm khối lượng, theo công thức:

$$\frac{0,028 (V_2 - V_1)}{m}$$

trong đó:

- V_1 là thể tích của dung dịch natri hydroxit (5.1.5) dùng để chuẩn độ, tính bằng centimét khối (cm³);
- V_2 là thể tích của dung dịch natri hydroxit (5.1.5) dùng để chuẩn độ trong phép thử mẫu trắng, tính bằng centimét khối (cm³);
- m là khối lượng của phần mẫu thử, tính bằng gam (g).

Kết quả được tính chính xác đến 0,01 %.

5.6.2 Khi axit boric được sử dụng làm dung dịch hấp thụ theo qui định trong 5.4.2.2, hàm lượng nitơ của cao su, tính bằng phần trăm khối lượng, theo công thức

$$\frac{0,028 (V_3 - V_4)}{m}$$

trong đó:

- V_3 là thể tích của dung dịch axit sunfuric (5.1.3) dùng để chuẩn độ, tính bằng centimét khối (cm³);
- V_4 là thể tích của dung dịch axit sunfuric (5.1.3) dùng để chuẩn độ trong phép thử mẫu trắng, tính bằng centimét khối (cm³);
- m là khối lượng của phần mẫu thử, tính bằng gam (g).

Kết quả được tính chính xác đến 0,01 %.

²⁾ Nếu nồng độ của dung dịch chuẩn được sử dụng không chính xác như qui định trong danh sách thuốc thử, phải hiệu chỉnh để cho thích hợp.

6 Độ chụm

6.1 Qui định chung

Độ chụm biểu thị độ lặp lại và độ tái lập phù hợp với ISO/TR 9272. Tham khảo báo cáo kỹ thuật này cho khái niệm và thuật ngữ độ chụm. Phụ lục A của tiêu chuẩn này đưa ra hướng dẫn sử dụng độ lặp lại và độ tái lập.

6.2 Chi tiết về độ chụm

6.2.1 Vào cuối năm 1984 Viện nghiên cứu cao su của Malaysia đã tiến hành một chương thử nghiệm liên phòng. Hai chương trình riêng biệt được thực hiện, một vào tháng ba và một tháng bảy. Hai loại vật liệu được gửi đến mỗi phòng thí nghiệm:

- mẫu pha trộn của hai loại cao su "A" và "B";
- mẫu không pha trộn (mẫu thường) của hai vật liệu như nhau "A" và "B".

6.2.2 Đối với cả hai loại mẫu pha trộn và mẫu không pha trộn: Kết quả thử là giá trị trung của 3 lần xác định riêng biệt.

6.2.3 Phương pháp lò nung được sử dụng để xác định hàm lượng chất bay hơi.

6.2.4 Độ chụm "loại 1" được tính trong chương trình thử nghiệm liên phòng. Chu kỳ xác định lặp lại và tái lập được thực hiện trong ngày. Tổng số có 14 phòng thí nghiệm tham gia chương "hỗn hợp" cho mẫu pha trộn và 13 phòng thí nghiệm cho mẫu không pha trộn.

6.3 Kết quả độ chụm

Kết quả độ chụm đối với chương trình mẫu pha trộn được nêu trong Bảng 1 và đối với chương trình mẫu không pha trộn được nêu trong Bảng 2.

Bảng 1 – Độ chụm loại 1 – Thử nghiệm mẫu pha trộn

Mẫu cao su	Hàm lượng nitơ trung bình % (m/m)	Độ lặp lại trong phòng thí nghiệm		Độ tái lập liên phòng thí nghiệm	
		r	(r)	R	(R)
A	0,45	0,053	11,7	0,094	20,4
B	0,53	0,024	4,45	0,161	30,
Giá trị chung phần	0,49	0,042	8,42	0,127	25,

r : độ lặp lại, tính bằng phần trăm theo khối lượng;
 (r): độ lặp lại, tính bằng phần trăm (tương đối) của giá trị trung bình;
 R : độ tái lập, tính bằng phần trăm theo khối lượng;
 (R): độ tái lập, tính bằng phần trăm (tương đối) của giá trị trung bình.

Bảng 2 – Độ chụm loại 1 – Thử nghiệm mẫu không pha trộn

Mẫu cao su	Hàm lượng nitơ trung bình % (m/m)	Độ lặp lại trong phòng thí nghiệm		Độ tái lập liên phòng thí nghiệm	
		<i>r</i>	(<i>r</i>)	<i>R</i>	(<i>R</i>)
A	0,36	0,021	5,83	0,189	52,7
B	0,36	0,038	10,82	0,185	51,9
Giá trị chung phần	0,36	0,031	8,67	0,187	52,4

r: độ lặp lại, tính bằng phần trăm theo khối lượng;
(*r*): độ lặp lại, tính bằng phần trăm (tương đối) của giá trị trung bình;
R: độ tái lập, tính bằng phần trăm theo khối lượng;
(*R*): độ tái lập, tính bằng phần trăm (tương đối) của giá trị trung bình.

7 Báo cáo thử nghiệm

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

- Tài liệu viện dẫn và phương pháp thử của tiêu chuẩn này;
- Các thông tin cần thiết để nhận biết mẫu thử một cách đầy đủ;
- Các kết quả và đơn vị được thể hiện;
- Bất kỳ các điểm đặc biệt nào ghi nhận trong quá trình thử;
- Các thao tác khác với qui định của tiêu chuẩn này;
- Ngày, tháng, năm tiến hành thử nghiệm.

Phụ lục A

(tham khảo)

Hướng dẫn sử dụng kết quả độ chụm

A.1 Thủ tục chung đối với việc sử dụng độ chụm như sau: Ký hiệu $|x_1 - x_2|$ chỉ sự chênh lệch của hai giá trị đo bất kỳ.

A.2 Trên bảng độ chụm thích hợp (cho bất kỳ thông số thử nghiệm đang được xem xét) tại giá trị trung bình (của thông số đã đo) gần nhất với giá trị thử trung bình. Dòng này cho r_c hoặc (R) thích hợp để quyết định quá trình thử.

A.3 Với giá trị r và (r) này, có thể công bố độ lặp lại chung.

A.3.1 Đối với chênh lệch tuyệt đối: Chênh lệch $|x_1 - x_2|$ giữa hai giá trị trung bình thử nghiệm tìm được trên mẫu vật liệu giống nhau trên danh nghĩa với thao tác bình thường và chính xác qui trình thử, đối với giá trị trung bình chỉ một trong 20 trường hợp được vượt các giá trị độ lặp đã nêu trong bảng.

A.3.2 Đối với chênh lệch phần trăm giữa hai giá trị thử trung bình:

$$[|x_1 - x_2| / ((x_1 + x_2) / 2)] \times 100$$

Chênh lệch phần trăm giữa hai giá trị thử, tìm được trên mẫu vật liệu giống nhau trên danh nghĩa với thao tác bình thường và chính xác theo qui trình thử, đối với giá trị trung bình chỉ một trong 20 trường hợp được vượt các giá trị độ lặp lại đã nêu trong bảng.

A.4 Với giá trị R và (R) này có thể công bố độ tái lập chung.

A.4.1 Đối với chênh lệch tuyệt đối: Chênh lệch tuyệt đối $|x_1 - x_2|$ giữa hai giá trị trung bình thử đo độc lập, tìm được trong hai phòng thí nghiệm, thực hiện các thao tác bình thường và chính xác theo qui trình thử, đối với giá trị trung bình chỉ một trong 20 trường hợp được vượt các giá trị độ lặp R đã nêu trong bảng.

A.4.2 Đối với chênh lệch phần trăm giữa hai giá trị thử trung bình:

$$[|x_1 - x_2| / ((x_1 + x_2) / 2)] \times 100$$

Chênh lệch phần trăm giữa hai giá trị trung bình thử được đo độc lập, tìm được trong hai phòng thí nghiệm, thực hiện các thao tác bình thường và chính xác theo qui trình thử, đối với giá trị trung bình chỉ một trong 20 trường hợp được vượt các giá trị độ tái lập R đã nêu trong bảng.