

**TCVN**

**TIÊU CHUẨN VIỆT NAM**

**TCVN 6089 : 2004**

**ISO 249 : 1995**

Xuất bản lần 3

**CAO SU THIÊN NHIÊN –  
XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG CHẤT BẨN**

*Rubber, raw natural – Determination of dirt content*

**HÀ NỘI - 2004**

**Lời nói đầu**

**TCVN 6089 : 2004** thay thế TCVN 6089 : 1995.

**TCVN 6089 : 2004** hoàn toàn tương đương với ISO 249 : 1995.

**TCVN 6089 : 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 – Xác định hàm lượng chất bẩn

*Rubber, raw natural – Determination of dirt content*

**CẢNH BÁO** – Những người sử dụng tiêu chuẩn này phải có kinh nghiệm làm việc 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 quy định pháp lý hiện hành.

### 1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp xác định hàm lượng chất bẩn đối với cao su thô thiên nhiên.

Tiêu chuẩn này không áp dụng để xác định hàm lượng chất bẩn dưới dạng nhiễm bẩn bề mặt.

### 2 Tài liệu viện dẫn

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

ISO 565 : 1990 Test sieves – Metal wire cloth, perforated metal plate and electroformed sheet - Nominal sizes of openings (Rây thử nghiệm – Sợi kim loại, đĩa kim loại đục lỗ và tấm đúc điện – Kích thước danh nghĩa của lỗ).

ISO 2393 : 1994 Rubber test mixes – Preparation, mixing and vulcanization – Equipment and procedures (Hỗn hợp cao su thử nghiệm – Chuẩn bị, trộn và lưu hóa – Thiết bị và cách tiến hành).

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 chụm đối với các tiêu chuẩn về phương pháp thử).

### 3 Thuộc thử

**CẢNH BÁO** – Tất cả các phòng ngừa về an toàn và sức khỏe được thừa nhận phải được thực hành trong quá trình thao tác phân tích, đặc biệt lưu ý về xử lý an toàn đối với dung môi dễ cháy. Tất cả các dung môi phải tránh nước và chất bẩn.

## TCVN 6089 : 2004

Trong quá trình phân tích, với bất kỳ lý do nào, chỉ sử dụng thuốc thử có độ tinh khiết phân được thừa nhận.

**3.1 Xylen hỗn hợp**, khoảng sôi từ 139 °C đến 141 °C.

**3.2 Dung môi hydrocacbon thơm - cao được biết như là cồn trắng**, khoảng sôi từ 155 °C đến 196 °C hoặc dung môi hydrocacbon khác có khoảng sôi tương tự.

**3.3 Xăng nhẹ**, khoảng sôi từ 60 °C đến 80 °C hoặc dung môi hydrocacbon có khoảng sôi tương tự.

**3.4 Toluen.**

**3.5 Tác nhân peptit hóa cao su.**

**3.5.1 Xylyl mercaptan**, dung dịch 36 % (m/m) trong dầu khoáng.

**3.5.2 2-Mercaptobenzothiazole.**

**3.5.3 Di-(2-benzamidophenyl) disulfua.**

**3.5.4 Tollyl mercaptan**, dung dịch 20 % (m/m) đến 40 % (m/m) trong dầu khoáng.

**3.5.5 Tác nhân peptit hóa cao su hòa tan hoàn toàn khác.**

## 4 Thiết bị

Các thiết bị thông thường trong phòng thí nghiệm và:

**4.1 Bình nón**, dung tích 250 cm<sup>3</sup>, 500 cm<sup>3</sup> có nút đậy phù hợp; hoặc cốc thủy tinh dung tích 250 cm<sup>3</sup>, 500 cm<sup>3</sup>, và mặt kính đồng hồ làm nắp đậy với đường kính phù hợp.

**4.2 Bộ ngưng tụ không khí loại ngắn** (không bắt buộc).

**4.3 Nhiệt kế**, thang đo ít nhất 200 °C.

**4.4 Tủ sấy**, để sấy bình nón hoặc cốc thủy tinh (4.1) và những vật liệu có trong đó (chú thích trong 5.3.4).

Đĩa sấy cung cấp nhiệt đồng nhất trên bề mặt hoặc đèn hồng ngoại được khuyến dùng. Đèn hồng ngoại (250 W) có thể đặt thành dãy, với nền của bình nón cách đỉnh của đèn 20 cm. Kiểm tra từng bóng đèn được khuyến nghị để tránh sự quá nhiệt cục bộ. Có thể sử dụng một bếp cách chày thay thế.

**4.5 Rây**, kích thước lỗ danh nghĩa 45 µm, lưới dây kim loại chống ăn mòn, thép không gỉ là tốt nhất theo ISO 565.

- 4.5.1** Lưới dây kim loại được gắn ngang vào đầu cuối của một ống kim loại đường kính khoảng 25 mm và chiều dài lớn hơn 20 mm.
- 4.5.2** Rây sẽ được lắp đặt theo cách sao cho lưới không bị biến dạng và tránh khỏi hư hại bất ngờ. Cách lắp đặt thích hợp được chỉ ra trong Hình 1.
- 4.5.3** Rây và giá đỡ cũng có thể được lắp bằng cách tháo bỏ đáy của cốc nung kim loại có kích thước thích hợp và hàn lưới sàng vào cốc nung. Kết quả cho một bình chứa rộng chứa dung dịch cao su trong suốt quá trình lọc.
- 4.5.4** Một lưới thô cũng có thể được hàn dưới lưới 45  $\mu\text{m}$  để bảo vệ rây khỏi hư hại bất ngờ. Lưới "bảo vệ" này sẽ không cản trở sự lọc trong bất kỳ trường hợp nào mà nó chỉ hỗ trợ cho lưới lọc.
- 4.5.5** Có thể chấp nhận thiết bị lọc bán sẵn (có lưới lọc 45  $\mu\text{m}$ ), phù hợp qui định của tiêu chuẩn này.
- 4.6** Máy siêu âm, để làm sạch rây (không bắt buộc, nhưng nên có).

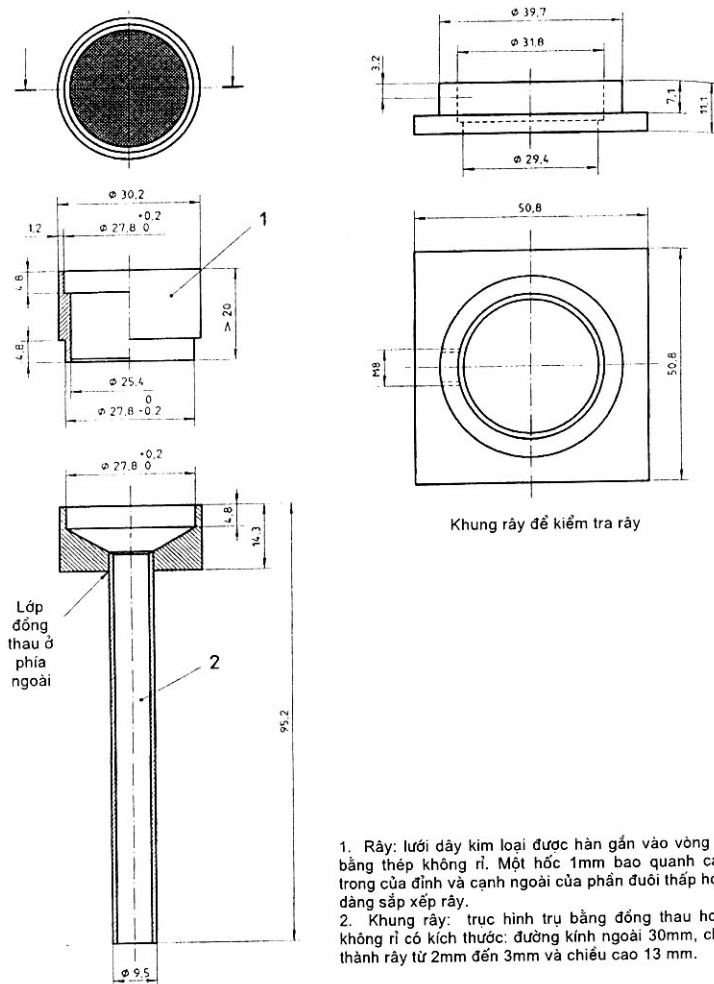
## 5 Cách tiến hành

### 5.1 Chuẩn bị phần mẫu thử

- 5.1.1** Chuẩn bị một mẫu phòng thí nghiệm đồng nhất của cao su thô thiên nhiên theo TCVN 6086 : 2004 (ISO 1795). Từ mẫu phòng thí nghiệm đồng nhất này lấy khoảng 30 g, và cho cân nguội hai lần bằng máy cân phòng thí nghiệm. Khe hở giữa hai trục cân được điều chỉnh đến  $0,5 \text{ mm} \pm 0,1 \text{ mm}$  bằng một mảnh chì (xem ISO 2393).
- 5.1.2** Ngay sau đó, cân phần mẫu thử khoảng 10 g đến 20 g, chính xác đến 0,1 mg. (Đối với cao su "sạch" có hàm lượng chất bẩn thấp thì nên cân phần mẫu thử 20 g. Còn với cao su bị nhiễm bẩn nặng thì nên sử dụng lượng nhỏ hơn).
- 5.1.3** Tiến hành hai phép thử song song.

### 5.2 Chuẩn bị peptit hóa

- 5.2.1** Nếu sử dụng xylyl mercaptan (3.5.1), dùng 1 g dung dịch cho mỗi phần mẫu thử và 150  $\text{cm}^3$  đến 230  $\text{cm}^3$  dung môi (3.1 hoặc 3.2).
- 5.2.2** Nếu sử dụng 2-mercaptobenzothiazon (3.5.2) hoặc di-(2-benzamidophenyl) disulfua, dùng 0,5 g mỗi phần mẫu thử. Chuẩn bị dung dịch bằng cách hòa tan 0,5 g chất rắn trong 200  $\text{cm}^3$  dung môi (3.1 hoặc 3.2) và lọc các chất không tan.
- 5.2.3** Nếu sử dụng tolyl mercaptan (3.5.4), dùng 1 g đến 1,5 g dung dịch cho mỗi phần mẫu thử và 200  $\text{cm}^3$  dung môi (3.1 hoặc 3.2).



1. Rây: lưới dây kim loại được hàn gắn vào vòng tròn rá bằng thép không rỉ. Một lớp 1mm bao quanh cạnh bên trong của đỉnh và cạnh ngoài của phần dưới thấp hơn để dễ dàng sắp xếp rây.
2. Khung rây: trục hình trụ bằng đồng thau hoặc thép không rỉ có kích thước: đường kính ngoài 30mm, chiều dài thành rây từ 2mm đến 3mm và chiều cao 13 mm.

Hình 1 – Bản chi tiết rây và khung rây phù hợp để xác định hàm lượng chất bẩn

### 5.3 Phương pháp xác định

5.3.1 Đổ dung môi và tác nhân peptit hóa theo 5.2.1, 5.2.2 hoặc 5.2.3 vào bình nón hoặc cốc thủy tinh.

5.3.2 Cắt phần mẫu thử thành các miếng, mỗi miếng khoảng 1 g và thả từng miếng vào bình nón hoặc cốc thủy tinh có sẵn dung môi (5.3.1).

5.3.3 Nung bình nón hoặc cốc thủy tinh và các chất trong bình/cốc (xem 4.4) ở nhiệt độ 125 °C đến 130 °C cho đến khi nhận được dung dịch mềm, đẩy nút bình hoặc đẩy cốc bằng nắp kính đồng hồ và để yên vài giờ ở nhiệt độ phòng trước khi nung ở nhiệt độ 125 °C đến 130 °C. Sử dụng bộ ngưng (4.2) trong suốt quá trình nung để giảm sự bay hơi của dung môi.

5.3.4 Thỉnh thoảng lắc mạnh bình hoặc cốc bằng tay.

Nếu đun sôi hoặc đun qua nhiệt, dung dịch cao su sẽ tạo thành một chất keo dính rất khó lọc và có thể tạo ra một lượng chất bẩn cao hơn; do vậy phải tránh cho thiết bị và điều kiện thí nghiệm tạo ra quá nhiệt cục bộ.

5.3.5 Khi cao su được hòa tan hoàn toàn (dung dịch đạt đủ độ linh động), gạn dung dịch nóng qua rây (4.5), cân chính xác đến 0,1 mg, giữ lại khối chất bẩn trong bình nón hoặc cốc.

5.3.6 Rửa bình hoặc cốc và giữ lại chất bẩn với dung môi nóng (3.1 và 3.2) cho đến khi cao su được loại bỏ hoàn toàn. Một lần nữa, lại giữ lại lượng chất bẩn trong bình hoặc cốc. (Để việc rửa có hiệu quả dùng khoảng 100 cm<sup>3</sup> dung môi nóng). Trong suốt giai đoạn sau của việc làm sạch, súc rửa chất bẩn từ bình hoặc cốc vào rây. Dùng đũa thủy tinh làm long chất bẩn bất kỳ dính vào bình hoặc cốc, rồi súc rửa trên rây.

5.3.7 Loại bỏ cao su keo hóa bám trên rây bằng một trong các cách sau:

- chải nhẹ nhàng bề mặt dưới của lưới bằng bàn chải lông nhỏ trong khi dung môi nóng còn trong rây;
- giữ yên rây trong cốc có chứa khoảng 10 mm toluen (3.4) theo chiều sâu và đun sôi nhẹ khoảng 1 giờ, đẩy cốc bằng nắp kính đồng hồ.

Các thao tác này phải được thực hiện trong tủ hút.

5.3.8 Rửa rây hai lần bằng xăng nhẹ (3.3) trong trường hợp sấy ở 100 °C trong 30 phút hoặc bằng cồn trắng trong trường hợp sấy ở 100 °C trong 1 giờ.

5.3.9 Chất bẩn trong rây sau khi sấy sẽ long ra, tách rời mảnh sợi để chảy tự do. Nó dễ dàng bị trục xuất ra khỏi lưới kim loại. Nếu không, xử lý rây bằng toluen sôi như trong 5.3.7 b).

5.3.10 Nếu cao su keo vẫn bị giữ lại trên rây, phải thực hiện lại phép thử.

5.3.11 Làm nguội rây và phần còn lại trong bình hút ẩm và cân chính xác đến 0,1 mg.

#### 5.4 Bảo quản rây

5.4.1 Trong tất cả các giai đoạn, cần xử lý rây cẩn thận. Kiểm tra rây sau mỗi lần thử để xem sự hư hại, ví dụ dưới kính hiển vi hoặc máy chiếu phim dương bản (cho một hình ảnh của lưới màn hình). Nếu lưới kim loại bị biến dạng thì phải thay thế một lưới khác.

5.4.2 Sau mỗi lần xác định, cần thận loại bỏ phần chất bẩn long ra bằng bàn chải. Một phớt bị tắc nghẽn luôn luôn được làm sạch bằng cách đun sôi trong xylen, nhưng hiệu quả hơn là máy rửa siêu âm (4.6). Nếu xử lý theo cách này, lưới vẫn bị tắc nghẽn và khối lượng của rây lên hơn 1 mg, phải thay lưới khác.

5.4.3 Rây có thể được cất giữ trong toluen ẩm để giảm bớt sự tích tụ của cao su.

### 6 Biểu thị kết quả

Hàm lượng chất bẩn (X) của phần mẫu thử, tính bằng phần trăm khối lượng, theo công thức:

$$X = \frac{m_1}{m_0} \times 100$$

trong đó

$m_0$  là khối lượng của phần mẫu thử, tính bằng gam (g);

$m_1$  là khối lượng của chất bẩn, tính bằng gam (g).

Kết quả tính chính xác đến 0,01 %.

### 7 Độ chụm

#### 7.1 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 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.

#### 7.2 Chi tiết về độ chụm

7.2.1 Vào cuối năm 1984, Viện nghiên cứu cao su của Malaysia đã tiến hành một chương trình 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".



7.2.2 Đối với cả hai loại mẫu pha trộn và mẫu không pha trộn: kết quả thử là giá trị trung bình của 5 lần xác định riêng biệt.

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

### 7.3 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 chất bẩn trung bình<br>% (m/m) | Độ lặp lại trong phòng thí nghiệm |         | Độ tái lập liên phòng thí nghiệm |         |
|--------------------|--|-----------------------------------|---------|----------------------------------|---------|
|                    |  | $r$                               | ( $r$ ) | $R$                              | ( $R$ ) |
| A                  | 0,11                                     | 0,0185                            | 16,4    | 0,031                            | 27,0    |
| B                  | 0,16                                     | 0,0385                            | 24,4    | 0,065                            | 40,9    |
| Giá trị chung phần | 0,14                                     | 0,031                             | 22,4    | 0,051                            | 37,1    |

$r$ : 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 chất bẩn trung bình<br>% (m/m) | Độ lặp lại trong phòng thí nghiệm |         | Độ tái lập liên phòng thí nghiệm |         |
|--------------------|--|-----------------------------------|---------|----------------------------------|---------|
|                    |  | $r$                               | ( $r$ ) | $R$                              | ( $R$ ) |
| A                  | 0,04                                     | 0,013                             | 31,5    | 0,035                            | 86,2    |
| B                  | 0,04                                     | 0,017                             | 39,3    | 0,029                            | 67,7    |
| Giá trị chung phần | 0,04                                     | 0,015                             | 35,8    | 0,032                            | 77,1    |

$r$ : 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.

## 8 Báo cáo thử nghiệm

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

- a) Các thông tin cần thiết để nhận biết mẫu thử một cách đầy đủ;
- b) Giá trị trung bình của hai kết quả;
- c) Dung môi và tác nhân peptit hóa được sử dụng;
- d) Bất kỳ các điểm đặc biệt nào ghi nhận trong quá trình thử;
- e) Các thao tác khác với qui định của tiêu chuẩn này;
- f) 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 dương 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 một giá trị trung bình (của thông số đã đo) gần nhất với giá trị thử trung bình. Dòng này cho  $r$ , ( $r$ ),  $R$  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 theo qui trình thử, đối với giá trị trung bình chỉ một trong 20 trường hợp được vượt các giá trị độ lặp lại  $r$  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  $r$  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 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.

**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.