

TCVN

TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

TCVN 6315:2015

ISO 124:2014

Xuất bản lần 3

**LATEX CAO SU -
XÁC ĐỊNH TỔNG HÀM LƯỢNG CHẤT RẮN**

Latex, rubber - Determination of total solids content

HÀ NỘI - 2015

Mục lục

	Trang
Lời nói đầu.....	4
1 Phạm vi áp dụng.....	5
2 Tài liệu viện dẫn.....	5
3 Nguyên tắc.....	5
4 Thiết bị, dụng cụ.....	6
5 Lấy mẫu.....	6
6 Cách tiến hành.....	6
6.1 Quy định chung.....	6
6.2 Sấy ở áp suất khí quyển (70 °C và 150 °C) - Latex cao su thiên nhiên và latex cao su tổng hợp.....	6
6.3 Sấy ở áp suất khí quyển (lên đến 160 °C) - Latex cao su tổng hợp.....	7
6.4 Sấy ở áp suất giảm - Latex cao su tổng hợp.....	7
7 Biểu thị kết quả.....	7
8 Độ chụm.....	8
9 Báo cáo thử nghiệm.....	8
Phụ lục A (tham khảo) Điều kiện sấy đối với latex tổng hợp tại áp suất khí quyển.....	9
Phụ lục B (tham khảo) Công bố độ chụm.....	10
Thư mục tài liệu tham khảo.....	13

Lời nói đầu

TCVN 6315:2015 thay thế TCVN 6315:2007.

TCVN 6315:2015 hoàn toàn tương đương ISO 124:2014.

TCVN 6315:2015 do Ban kỹ thuật tiêu chuẩn quốc gia TCVN/TC45 *Cao su thiên nhiên* biên soạn, Tổng cục Tiêu chuẩn Đo lường Chất lượng đề nghị, Bộ Khoa học và Công nghệ công bố.

Lactex cao su - Xác định tổng hàm lượng chất rắn

Latex, rubber - Determination of total solids content

CẢNH BÁO: Người sử dụng tiêu chuẩn này phải có kinh nghiệm làm việc trong phòng thử 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.

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp xác định tổng hàm lượng chất rắn của latex cao su thiên nhiên vườn cây, latex cao su thiên nhiên cô đặc và latex cao su tổng hợp. Phương pháp này không phù hợp cho các loại latex có nguồn gốc thiên nhiên khác với *Hevea brasiliensis*, latex đã lưu hóa, latex đã phối liệu hoặc cao su phân tán nhân tạo.

2 Tài liệu viện dẫn

Các tài liệu viện dẫn sau đây là cần thiết để áp dụng tiêu chuẩn này. Đối với các tài liệu viện dẫn ghi năm công bố thì áp dụng bản được nêu. Đối với các tài liệu viện dẫn không ghi năm công bố thì áp dụng phiên bản mới nhất, bao gồm cả các sửa đổi, bổ sung (nếu có).

TCVN 5598 (ISO 123) *Latex cao su – Lấy mẫu.*

3 Nguyên tắc

Sấy phần mẫu thử của latex đến khối lượng không đổi dưới các điều kiện quy định ở áp suất khí quyển hoặc chân không. Tổng hàm lượng chất rắn được xác định bằng cách cân mẫu thử trước và sau khi sấy đến khối lượng không đổi.

CHÚ THÍCH: Phép xác định cận sau sấy trong một thời gian xác định theo TCVN 10519 (ISO 3251)^[1].

4 Thiết bị, dụng cụ

Các thiết bị, dụng cụ thông thường trong phòng thử nghiệm và cụ thể như sau.

4.1 Đĩa đáy phẳng, thành thấp, đường kính khoảng 60 mm.

4.2 Tủ sấy, có khả năng duy trì nhiệt độ ở $70\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$, $105\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$ hoặc nhiệt độ được chọn khác từ $100\text{ }^{\circ}\text{C}$ đến $160\text{ }^{\circ}\text{C}$, chính xác đến $\pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$.

4.3 Tủ sấy chân không, có khả năng duy trì nhiệt độ ở $125\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ và áp suất dưới 20 kPa ¹⁾.

4.4 Cân phân tích, có khả năng cân chính xác đến 0,1 mg.

5 Lấy mẫu

Tiến hành lấy mẫu theo một trong các phương pháp được quy định trong TCVN 5589 (ISO 123).

6 Cách tiến hành

6.1 Quy định chung

Đối với latex cao su thiên nhiên tiến hành theo 6.2; và đối với latex cao su tổng hợp tiến hành theo 6.2, 6.3 hoặc 6.4. Tiến hành phép xác định hai lần.

Trong trường hợp có tranh chấp, gia nhiệt latex tại $70\text{ }^{\circ}\text{C}$ là phương pháp trọng tài.

6.2 Gia nhiệt ở áp suất khí quyển ($70\text{ }^{\circ}\text{C}$ và $150\text{ }^{\circ}\text{C}$) - Latex cao su thiên nhiên và latex cao su tổng hợp

Cân đĩa (4.1) chính xác đến 0,1 mg. Rót vào đĩa $2,0\text{ g} \pm 0,5\text{ g}$ latex và cân khối lượng (m_0) chính xác đến 0,1 mg. Lắc nhẹ đĩa để đảm bảo latex bao phủ đáy đĩa. Nếu cần thiết, rót vào đĩa khoảng 1 cm^3 nước cất hoặc nước có độ tinh khiết tương đương và trộn đều với latex bằng cách lắc nhẹ.

Đặt đĩa nằm ngang vào trong tủ sấy (4.2) và sấy ở $70\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$ trong 16 h hoặc ở $105\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$ trong 2 h cho tới khi mẫu thử mất màu trắng.

CHÚ THÍCH 1: Sự mất màu trắng là dấu hiệu đầu tiên ở trạng thái khô. Màng latex khô thì trong suốt.

Lấy đĩa ra khỏi tủ sấy, để nguội trong bình hút ẩm đến nhiệt độ phòng. Lấy đĩa ra và cân.

¹⁾ $1\text{ kPa} = 1\text{ kN/m}^2$.

Cho đĩa lại vào tủ sấy khoảng 30 min nếu nhiệt độ sấy là $70\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$ hoặc khoảng 15 min nếu nhiệt độ sấy là $105\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$. Lấy đĩa ra và để nguội trong bình hút ẩm đến nhiệt độ phòng như trước và cân lại.

Lặp lại quy trình sấy trên khoảng 30 min hoặc 15 min, cho đến khi khối lượng hao hụt giữa hai lần cân liên tiếp nhỏ hơn 0,5 mg.

Ghi lại khối lượng latex đã sấy khô (m_1).

Sau khi sấy ở $105\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$, nếu mẫu thử quá dính thì lặp lại phép xác định ở nhiệt độ $70\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$.

CHÚ THÍCH 2: Dính là biểu hiện của sự oxy hóa cao su khi để ngoài không khí ở nhiệt độ quá cao.

6.3 Gia nhiệt ở áp suất khí quyển (lên đến $160\text{ }^{\circ}\text{C}$) - Latex cao su tổng hợp

Để rút ngắn thời gian sấy, quá trình sấy có thể được thực hiện ở nhiệt độ lên đến $160\text{ }^{\circ}\text{C}$ theo sự thỏa thuận giữa các bên liên quan.

CHÚ THÍCH: Nhiệt độ sấy tối đa đối với latex CR là $130\text{ }^{\circ}\text{C}$, trong khi latex cao su bất kỳ, nêu trong Bảng A.1, có thể sấy đến $160\text{ }^{\circ}\text{C}$, ngoại trừ CR.

Tiến hành theo 6.2, nhưng sấy đĩa chứa latex ở nhiệt độ quy định là $130\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$ trong 40 min hoặc $160\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$ trong 20 min (xem Phụ lục A). Sau khi để nguội trong bình hút ẩm và cân, lặp lại quy trình sấy trên khoảng 10 min, cho đến khi khối lượng hao hụt giữa hai lần cân liên tiếp nhỏ hơn 0,5 mg.

6.4 Gia nhiệt ở áp suất giảm - Latex cao su tổng hợp

Cân đĩa (4.1) chính xác đến 0,1 mg. Rót vào đĩa $1,0\text{ g} \pm 0,2\text{ g}$ latex và cân chính xác đến 0,1 mg. Thêm vào đĩa khoảng 1 cm^3 nước cất hoặc nước có độ tinh khiết tương đương và trộn đều với latex bằng cách lắc nhẹ, bảo đảm latex phủ đều đáy đĩa.

Đặt đĩa nằm ngang trong tủ sấy chân không (4.3). Làm giảm áp suất từ từ để tránh tạo xốp và tiếng lộp bộp, sấy ở nhiệt độ $125\text{ }^{\circ}\text{C}$ từ 45 min đến 60 min tại áp suất dưới 20 kPa. Mở tủ sấy từ từ, lấy đĩa trong lò và để nguội trong bình hút ẩm. Lấy đĩa ra và cân. Lặp lại quá trình sấy trên trong những khoảng thời gian 15 min cho tới khi khối lượng hao hụt giữa hai lần cân liên tiếp nhỏ hơn 0,5 mg.

7 Biểu thị kết quả

Tổng hàm lượng chất rắn, TSC, tính bằng phần trăm khối lượng của latex, theo công thức (1):

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

TCVN 6315:2015

trong đó

m_0 là khối lượng của phần mẫu thử trước khi sấy, tính bằng g;

m_1 là khối lượng mẫu thử sau khi sấy, tính bằng g.

Chênh lệch kết quả của hai lần tiến hành phép xác định không lớn hơn 0,2 % phần khối lượng.

CHÚ THÍCH: Qua nhiều lần xác định, phương pháp chân không (6.4) có khuynh hướng cho trị số tới hạn thấp hơn nhưng không khác nhiều hơn 0,1 % phần khối lượng.

8 Độ chụm

Xem Phụ lục B.

9 Báo cáo thử nghiệm

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

- a) viện dẫn tiêu chuẩn này [nghĩa là: TCVN 6315:2015 (ISO 124:2014)];
- b) chi tiết của phương pháp sấy và nhiệt độ sử dụng;
- c) tất cả các thông tin cần thiết để nhận biết về mẫu thử;
- d) giá trị trung bình của các kết quả thử nghiệm và các đơn vị biểu thị;
- e) các đặc điểm bất thường ghi nhận trong quá trình thử;
- f) chi tiết về bất kỳ thao tác nào không quy định trong tiêu chuẩn này hoặc trong tiêu chuẩn viện dẫn, cũng như bất kỳ thao tác nào được xem như tùy ý.

Phụ lục A
(tham khảo)

Điều kiện sấy đối với latex tổng hợp tại áp suất khí quyển

A.1 Các điều kiện sấy phù hợp đối với nhiều loại latex tổng hợp khác nhau đã được xác định, nghĩa là các điều kiện đưa ra khối lượng không đổi. Các điều kiện này được tóm tắt trong Bảng A.1. Các điều kiện đưa ra đối với mỗi latex không được coi là các điều kiện cần thiết, nhưng là các điều kiện khuyến cáo cho phép xác định tổng hàm lượng chất rắn.

A.2 Latex cao su cloropren (CR) không nên sấy ở nhiệt độ lớn hơn 130 °C vì có thể phân hủy.

Bảng A.1 - Điều kiện sấy ở 130 °C và 160 °C

Latex ^a	Thời gian sấy min	
	130 °C	160 °C
X-SBR	40	20
CR	30	Không áp dụng ^b
VP	40	20
SBR	40	20
X-SBR (có chất chống thoái hóa)	40	20
NBR (có chất chống thoái hóa)	40	20
X-NBR	40	20
X-NBR (có chất chống thoái hóa)	40	20
X-MBR	40	20

^a "X-" nghĩa là "cacboxyl hóa".
^b Xem A.2.

Phụ lục B

(tham khảo)

Công bố độ chụm

B.1 Dữ liệu độ chụm thể hiện trong Bảng B.1, B.2 và B.3 nhận được trong các chương trình thử nghiệm liên phòng (ITPs) riêng rẽ thực hiện tại các thời điểm khác nhau, sử dụng các phương pháp thử tương ứng quy định trong 6.2 và 6.3.

B.2 Độ chụm được xác định theo ISO/TR 9272^[2]. Tham khảo ISO/TR 9272 về các thuật ngữ và giải thích các khái niệm thống kê.

B.3 Các chi tiết độ chụm trong phụ lục này đưa ra đánh giá độ chụm của các phương pháp thử nghiệm này với nguyên liệu dùng trong chương trình thử nghiệm liên phòng cụ thể được mô tả sau đây. Các thông số độ chụm sẽ không được dùng để chấp nhận hay từ chối thử nghiệm cho bất kỳ nhóm nguyên liệu nào mà không được chứng minh bằng tài liệu rằng các thông số có thể áp dụng cho nhóm nguyên liệu cụ thể và các thử nghiệm đặc biệt ghi lại trong phương pháp thử nghiệm này.

B.4 Các kết quả về độ chụm nêu trong Bảng B.1, B.2 và B.3. Độ chụm được biểu thị trên cơ sở 95 % mức độ tin cậy đối với các giá trị được thiết lập cho độ lặp lại, r , và độ tái lập, R .

CHÚ THÍCH: Không áp dụng độ chệch. Trong thuật ngữ phương pháp thử, độ chệch là chênh lệch giữa giá trị thử trung bình và giá trị chuẩn (hay giá trị thực) của tính chất thử nghiệm. Giá trị chuẩn không tồn tại đối với phương pháp thử này vì giá trị (tính chất thử nghiệm) được xác định một cách riêng biệt bởi phương pháp thử. Do đó, độ chệch không thể xác định được cho phương pháp thử đặc biệt này.

B.4.1 Các kết quả trong Bảng B.1 là các giá trị trung bình và đưa ra một đánh giá độ chụm của phương pháp thử này như đã xác định trong chương trình thử nghiệm liên phòng (ITP) thực hiện từ năm 2012, trong đó bảy phòng thử nghiệm đã thực hiện ba lần phân tích trên ba mẫu FL/1, FL/2 và FL/3, các mẫu này được chuẩn bị từ latex cao su thiên nhiên vườn cây. Latex gộp lại từ mỗi mẫu được làm đồng nhất, khuấy đều và chia thành mẫu nhỏ cho vào trong các chai dung tích 1 L được dán nhãn FL/1, FL/2 và FL/3. Mỗi phòng thử nghiệm tham gia được yêu cầu thử nghiệm trên ba mẫu này vào ngày được ghi trên mẫu cho các phòng tham gia chương trình thử nghiệm liên phòng (ITP).

B.4.2 Các kết quả trong Bảng B.2 là các giá trị trung bình và đưa ra một đánh giá độ chụm của phương pháp thử này như đã xác định trong chương trình thử nghiệm liên phòng (ITP) thực hiện từ năm 2010, trong đó mười phòng thử nghiệm đã thực hiện ba lần phân tích trên hai mẫu A và B, các mẫu này được chuẩn bị từ latex cao su thiên nhiên có hàm lượng amoniac cao. Mẫu gộp

được lọc, sau đó đồng nhất bằng cách khuấy trộn thật đều và chia thành mẫu nhỏ cho vào trong các chai dung tích 1 L được dán nhãn A và B. Do đó thực chất, mẫu A và B là giống nhau và được xử lý như vậy trong các tính toán thống kê. Mỗi phòng thử nghiệm tham gia được yêu cầu thử nghiệm trên hai mẫu này vào ngày được ghi trên mẫu cho các phòng tham gia chương trình thử nghiệm liên phòng (ITP).

B.4.3 Các kết quả trong Bảng B.3 là các giá trị trung bình và đưa ra một đánh giá độ chụm của phương pháp thử này như đã xác định trong chương trình thử nghiệm liên phòng (ITP) thực hiện từ năm 2004. Ba lần phân tích trên ba nguyên liệu, X-SBR-1, X-SBR-2 và CR được thực hiện bởi 11 phòng thử nghiệm. Mỗi phòng thử nghiệm tham gia được yêu cầu thử nghiệm trên các mẫu vật liệu này, các mẫu này được đưa cho các thành viên trong chương trình thử nghiệm liên phòng (ITP), sử dụng nhiệt độ và thời gian sấy nêu trong Bảng B.3.

B.5 Trong mỗi trường hợp, độ chụm loại 1 được xác định theo phương pháp lấy mẫu các mẫu latex sử dụng cho chương trình thử nghiệm liên phòng (ITP) tiến hành năm 2004, 2010 và 2012.

B.6 Độ lặp lại, r (theo đơn vị đo), của mỗi phương pháp thử được thiết lập như là giá trị phù hợp được liệt kê trong Bảng B.1, B.2 và B.3. Hai kết quả thử nghiệm đơn, nhận được từ cùng phòng thử nghiệm theo các điều kiện thử nghiệm thông thường, mà chênh lệch nhiều hơn giá trị được liệt kê của r (đối với bất kỳ mức đã cho) được coi là có xuất xứ từ quần thể mẫu khác nhau (không đồng nhất).

B.7 Độ tái lập, R (theo đơn vị đo), của mỗi phương pháp thử này được thiết lập như là giá trị phù hợp được liệt kê trong Bảng B.1, B.2 và B.3. Hai kết quả thử nghiệm đơn, nhận được từ các phòng thử nghiệm khác nhau dưới các điều kiện thử nghiệm thông thường, mà chênh lệch nhiều hơn giá trị được liệt kê của R (đối với bất kỳ mức đã cho) được coi là có xuất xứ từ quần thể mẫu khác nhau (không đồng nhất).

**Bảng B.1 – Độ chụm cho tổng hàm lượng chất rắn,
latex cao su thiên nhiên vườn cây, sấy ở 70 °C**

Nguyên liệu	Giá trị trung bình ^a	Trong phòng thử nghiệm		Giữa các phòng thử nghiệm	
		r	(r)	R	(R)
FL/1	31,13	0,2678	0,3595	0,5146	1,6512
FL/2	29,69	0,3656	1,2313	0,4421	1,4892
FL/3	30,13	0,1288	0,4275	1,1011	3,6546

r là độ lặp lại (theo đơn vị đo)
 (r) là độ lặp lại (theo phần trăm mức trung bình)^b
 R là độ tái lập (theo đơn vị đo)
 (R) là độ tái lập (theo phần trăm mức trung bình)^b
^a Hàm lượng chất rắn tính bằng phần trăm (% phần khối lượng).
^b Vì đơn vị đo thực tế tính bằng phần trăm (%), các giá trị này thể hiện tương quan phần trăm, nghĩa là số phần trăm của một phần trăm.

**Bảng B.2 – Độ chụm cho tổng hàm lượng chất rắn,
sấy ở 70 °C và 105 °C (xem 6.2)**

Điều kiện	Nguyên liệu	Giá trị trung bình ^a	Trong phòng thử nghiệm		Giữa các phòng thử nghiệm	
			<i>r</i>	(<i>r</i>)	<i>R</i>	(<i>R</i>)
70 °C 16 h	Latex NR	61,68	0,11	0,18	0,23	0,37
105 °C 2 h	Latex NR	61,83	0,22	0,35	0,44	0,71

r là độ lặp lại (theo đơn vị đo)
(*r*) là độ lặp lại (theo phần trăm mức trung bình)^b
R là độ tái lập (theo đơn vị đo)
(*R*) là độ tái lập (theo phần trăm mức trung bình)^b
^a Hàm lượng chất rắn tính bằng phần trăm (% phần khối lượng).
^b Vì đơn vị đo thực tế tính bằng phần trăm (%), các giá trị này thể hiện tương quan phần trăm, nghĩa là số phần trăm của một phần trăm.

**Bảng B.3 – Độ chụm cho tổng hàm lượng chất rắn,
sấy ở 130 °C và 160 °C (xem 6.3)**

Điều kiện	Nguyên liệu	Giá trị trung bình ^a	Trong phòng thử nghiệm		Giữa các phòng thử nghiệm	
			<i>r</i>	(<i>r</i>)	<i>R</i>	(<i>R</i>)
160 °C 20 min	X-SRB-1	50,7	0,46	0,91	0,46	0,91
	X-SRB-2	50,6	0,20	0,39	0,38	0,75
	CR ^c	50,1	0,18	0,36	0,33	0,66
130 °C 40 min	X-SRB-1	50,7	0,21	0,41	0,25	0,49
	X-SRB-2	50,6	0,08	0,16	0,11	0,22
	CR	50,2	0,12	0,24	0,40	0,80
160 °C 30 min	X-SRB-1	50,6	0,04	0,08	0,16	0,32
	X-SRB-2	50,6	0,05	0,09	0,16	0,32
	CR ^c	50,0	0,11	0,23	0,43	0,86
130 °C 50 min	X-SRB-1	50,7	0,10	0,20	0,18	0,36
	X-SRB-2	50,6	0,04	0,08	0,14	0,28
	CR	50,2	0,09	0,19	0,56	1,12

$P = 11, q = 3, N = 2$
r là độ lặp lại (theo đơn vị đo)
(*r*) là độ lặp lại (theo phần trăm mức trung bình)^b
R là độ tái lập (theo đơn vị đo)
(*R*) là độ tái lập (theo phần trăm mức trung bình)^b
^a Hàm lượng chất rắn tính bằng phần trăm (% phần khối lượng).
^b Vì đơn vị đo thực tế tính bằng phần trăm (%), các giá trị này thể hiện tương quan phần trăm, nghĩa là số phần trăm của một phần trăm.
^c Không nên sấy latex CR ở nhiệt độ này (xem A.2).

Thư mục tài liệu tham khảo

- [1] TCVN 10519 (ISO 3251) Sơn, vecni và chất dẻo – Xác định hàm lượng chất không bay hơi.
 - [2] ISO/TR 9272, Rubber and rubber products – Determination of precision for test method standards (Cao su và sản phẩm cao su – Xác định độ chụm đối với các tiêu chuẩn về phương pháp thử).
-