

TCVN

TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

TCVN 4857:2015

ISO 125:2011

Xuất bản lần 4

**LATEX CAO SU THIÊN NHIÊN CÔ ĐẶC - XÁC ĐỊNH ĐỘ
KIỀM**

Natural rubber latex concentrate -- Determination of alkalinity

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 Thuộc thử.....	6
5 Thiết bị, dụng cụ.....	6
6 Lấy mẫu.....	6
7 Cách tiến hành.....	7
7.1 Quy định chung.....	7
7.2 Chuẩn độ điện thế.....	7
7.3 Chuẩn độ sử dụng dụng cụ chỉ thị nhìn được.....	7
8 Biểu thị kết quả.....	7
9 Độ chụm.....	8
10 Báo cáo thử nghiệm.....	8
Phụ lục A (tham khảo) Công bố độ chụm.....	9
Thư mục tài liệu tham khảo.....	11

Lời nói đầu

TCVN 4857:2015 thay thế TCVN 4857:2007.

TCVN 4857:2015 hoàn toàn tương đương ISO 125:2011.

TCVN 4857:2015 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.

Latex cao su thiên nhiên cô đặc - Xác định độ kiềm

Natural rubber latex concentrate - Determination of alkalinity

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 độ kiềm của latex cao su thiên nhiên cô đặc.

Phương pháp này không phù hợp cho các loại latex có nguồn gốc thiên nhiên khác với *Hevea brasiliensis* hoặc các loại latex cao su tổng hợp, latex đã phối liệu, latex đã lưu hóa hoặc cao su phân tán nhân tạo.

CHÚ THÍCH: Phương pháp xác định độ kiềm của latex polycloropren được quy định trong ISO 13773 (Xem Thư mục tài liệu tham khảo).

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 4860 (ISO 976), *Cao su và chất dẻo – Polime phân tán và các loại latex cao su – Xác định pH.*

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

3 Nguyên tắc

Phần mẫu thử latex cô đặc được chuẩn độ bằng axit đến pH = 6 với khi có chất ổn định để tránh sự đông tụ bằng phương pháp chuẩn độ điện thế hoặc chất chỉ thị màu metyl đỏ. Độ kiềm được tính từ lượng axit đã sử dụng.

4 Thuốc thử

Các loại thuốc thử phải có chất lượng tinh khiết phân tích. Nước cất hoặc nước có độ tinh khiết tương đương được sử dụng khi cần thiết.

4.1 Dung dịch ổn định, dung dịch 5 % (theo khối lượng) của chất ổn định không ion loại sản phẩm trùng ngưng của alkyl phenol và polyetylen oxit. Trước khi sử dụng, pH của dung dịch phải được điều chỉnh đến giá trị $6,0 \pm 0,05$.

4.2 Axit sulfuric, $c(\text{H}_2\text{SO}_4) = 0,05 \text{ mol/dm}^3$, hoặc **axit clohydric**, $c(\text{HCl}) = 0,1 \text{ mol/dm}^3$, dung dịch chuẩn độ tiêu chuẩn.

Chuẩn hóa HCl $0,1 \text{ mol/dm}^3$ bằng cách sử dụng pipet lấy 10 ml dung dịch Na_2CO_3 $0,5 \text{ mol/dm}^3$ (4.4) cho vào bình tam giác và chuẩn độ với HCl $0,1 \text{ mol/dm}^3$, sử dụng chất chỉ thị metyl da cam (4.5).

4.3 Metyl đỏ, dung dịch 0,1 % trong etanol có độ tinh khiết không nhỏ hơn 95 % (theo thể tích).

4.4 Dung dịch natri cacbonat, $c(\text{Na}_2\text{CO}_3) = 0,05 \text{ mol/dm}^3$.

Na_2CO_3 được làm khô tại nhiệt độ $120 \text{ }^\circ\text{C} \pm 5 \text{ }^\circ\text{C}$ trong 2 h trước khi dùng để chuẩn bị dung dịch.

4.5 Metyl da cam, dung dịch 0,1 % trong etanol có độ tinh khiết tối thiểu 95 % (theo thể tích).

5 Thiết bị, dụng cụ

Các thiết bị, dụng cụ tiêu chuẩn phòng thử nghiệm và:

5.1 Máy khuấy điện, động cơ có dây tiếp đất và cánh khuấy phi kim loại dạng chân vịt, hoặc máy khuấy từ.

5.2 Thiết bị đo pH, có điện cực phù hợp để sử dụng trong dung dịch có pH lên đến 12, theo quy định trong TCVN 4860 (ISO 976), chính xác đến 0,02 đơn vị pH.

5.3 Cân, chính xác đến 0,01 g.

6 Lấy mẫu

Tiến hành lấy mẫu theo một trong các phương pháp quy định trong TCVN 5598 (ISO 123).

7 Cách tiến hành

7.1 Quy định chung

Thực hiện hai lần phép xác định.

Lấy khoảng 200 cm³ nước vào trong một cốc thủy tinh dung tích 400 cm³, thêm 10 cm³ dung dịch ổn định (4.1) trong khi khuấy.

Cho 5 g đến 10 g latex cô đặc, cân chính xác đến 10 mg, vào trong cốc và khuấy đều.

Đảm bảo latex được cho vào không bị chảy xuống thành cốc thủy tinh (có thể dẫn đến thất thoát amoniac) hoặc xuống thành lọ cân.

Chuẩn độ hỗn hợp dung dịch trên theo 7.2 hoặc 7.3.

7.2 Chuẩn độ điện thế

Lắp điện cực của thiết bị đo pH và khuấy liên tục, dùng buret thêm dung dịch axit sulfuric hoặc axit clohydric (4.2), khi gần đến điểm cuối, thêm từng giọt axit cho đến khi pH giảm tới giá trị $6,0 \pm 0,05$.

7.3 Chuẩn độ sử dụng dụng cụ chỉ thị nhìn được

Thêm 2 hoặc 3 giọt metyl đỏ (4.3) vào hỗn hợp và chuẩn độ với HCl 0,1 mol/dm³ (xem 4.2), khi màu đổi từ vàng sang hồng thì lấy là điểm cuối.

8 Biểu thị kết quả

8.1 Tùy thuộc vào latex cô đặc được bảo quản bằng amoniac hay kali hydroxit, tính toán độ kiềm tương ứng theo quy định trong 8.2 hoặc 8.3.

8.2 Nếu latex cô đặc được bảo quản bằng amoniac, độ kiềm được tính bằng % (theo khối lượng) amoniac (NH₃) trong latex cô đặc, theo công thức:

$$\text{Độ kiềm (theo NH}_3\text{)} = \frac{F_1 c V}{m}$$

trong đó

F_1 là hệ số: 1,7 đối với axit clohydric hoặc 3,4 đối với axit sulfuric;

c là nồng độ thực của axit clohydric hoặc sulfuric đã sử dụng, tính bằng mol/dm³;

V là thể tích axit đã sử dụng, tính bằng cm³;

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

TCVN 4857:2015

Báo cáo kết quả là giá trị trung bình của hai lần thử. Nếu các kết quả riêng lẻ sai lệch lớn hơn 0,01 đơn vị so với giá trị trung bình khi độ kiềm thực tế lớn hơn 0,5 đơn vị, hoặc sai lệch lớn hơn 0,005 đơn vị so với giá trị trung bình khi độ kiềm thực tế nhỏ hơn hoặc bằng 0,5 đơn vị, lặp lại phép xác định.

8.3 Nếu latex được bảo quản bằng kali hydroxit, độ kiềm được tính bằng % kali hydroxit (theo khối lượng) trong latex cô đặc, theo công thức:

$$\text{Độ kiềm (theo KOH)} = \frac{F_1 cV}{m}$$

trong đó:

F_1 là hệ số: 5,61 đối với axit clohydric hoặc 11,22 đối với axit sulfuric;

c , V và m : tương tự như 8.2.

Báo cáo kết quả là giá trị trung bình của hai lần thử. Nếu các kết quả riêng lẻ sai lệch lớn hơn 0,015 đơn vị so với giá trị trung bình, lặp lại phép xác định.

9 Độ chụm

Xem Phụ lục A.

10 Báo cáo thử nghiệm

Báo cáo thử nghiệm gồm các thông tin sau:

- viện dẫn tiêu chuẩn này;
- tất cả các chi tiết để nhận biết về mẫu thử;
- giá trị trung bình của các phép thử và đơn vị đo;
- các chi tiết của bất kỳ sự cố nào có thể ảnh hưởng đến kết quả;
- các chi tiết của bất kỳ thao tác nào không quy định trong tiêu chuẩn này hoặc trong bất kỳ tiêu chuẩn nào được tham khảo, cũng như các chi tiết bất kỳ được xem như tùy ý;
- ngày thử nghiệm.

Phụ lục A

(tham khảo)

Công bố độ chụm

A.1 Độ chụm của phương pháp này được xác định theo ISO/TR 9272. Tham khảo ISO/TR 9272 về thuật ngữ và các chi tiết thống kê khác.

A.2 Dữ liệu độ chụm cho trong Bảng A.1. Các thông số độ chụm sẽ không được dùng để chấp nhận hay từ chối 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 biên bản thử nghiệm của phương pháp thử này. Độ chụm được biểu thị trên cơ sở 95 % độ tin cậy cho các giá trị được thiết lập đối với độ lặp lại r và độ tái lập R .

A.3 Các kết quả trong Bảng A.1 là các giá trị trung bình và cho một đánh giá độ chụm của phương pháp thử này như đã xác định trong chương trình thử nghiệm liên phòng (ITP) được thực hiện năm 2001 và bao gồm 13 phòng thử nghiệm thực hiện 3 lần phân tích trên hai mẫu A và B, các mẫu này được chuẩn bị từ latex có hàm lượng amoniac cao. Trước khi mẫu lớn được chia thành mẫu nhỏ cho vào chai 1 L và được dán nhãn A và B, nó được lọc và làm đồng đều bằng cách khuấy. 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 2 mẫu này vào ngày được ghi trên mẫu cho các phòng tham gia chương trình thử nghiệm liên phòng (ITP).

A.4 Độ chụm loại 1 được xác định theo phương pháp lấy mẫu các mẫu latex sử dụng cho chương trình thử nghiệm liên phòng.

A.5 **Độ lặp lại:** Độ lặp lại r (theo đơn vị đo) của phương pháp thử này được thiết lập như là giá trị phù hợp liệt kê trong Bảng A.1. 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).

A.6 **Độ tái lập:** Độ tái lập R (theo đơn vị đo) của phương pháp thử này được thiết lập như là giá trị phù hợp liệt kê trong Bảng A.1. 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 A.1 – Số liệu độ chụm

Kết quả trung bình	Trong phòng thử nghiệm		Giữa các phòng thử nghiệm	
	s_r	r	s_R	R
0,64	0,007	0,02	0,013	0,04
$r = 2,83 \times s_r$ trong đó r là độ lặp lại (đơn vị đo) và s_r là độ lệch chuẩn trong phòng thử nghiệm. $R = 2,83 \times s_R$ trong đó R là độ tái lập (đơn vị đo) và s_R là độ lệch chuẩn giữa các phòng thử nghiệm.				

A.7 Độ chệch: Trong thuật ngữ phương pháp thử, độ chệch là chênh lệch giữa giá trị thử trung bình và giá trị chuẩn của tính chất thử nghiệm (hay giá trị thực).

Các giá trị chuẩn không tồn tại đối với phương pháp thử này vì giá trị (của tính chất thử nghiệm) được xác định bởi phương pháp thử bị loại bỏ. Do đó, phương pháp thử này không thể xác định được độ chệch.

Thư mục tài liệu tham khảo

- [1] 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)
- [2] ISO13773, *Rubber — Polychloroprene latex — Determination of alkalinity* (Cao su — Latex polychloroprene — Xác định độ kiềm)
-