

**TCVN**

**TIÊU CHUẨN QUỐC GIA**

**TCVN 4859:2013  
ISO 1652:2011**

Xuất bản lần 4

**LATEX CAO SU – XÁC ĐỊNH ĐỘ NHỚT BIỂU KIẾN  
BẰNG PHƯƠNG PHÁP THỬ BROOKFIELD**

*Rubber latex – Determination of apparent viscosity by the Brookfield test method*

HÀ NỘI – 2013

**Mục lục**

	Trang
Lời nói đầu .....	4
1 Phạm vi áp dụng.....	5
2 Tài liệu viện dẫn .....	5
3 Thuật ngữ và định nghĩa.....	5
4 Nguyên tắc.....	6
5 Thiết bị, dụng cụ.....	6
6 Lấy mẫu .....	7
7 Chuẩn bị mẫu thử .....	9
8 Cách tiến hành .....	9
9 Biểu thị kết quả .....	10
10 Độ chụm.....	10
12 Báo cáo thử nghiệm .....	11
Phụ lục A (tham khảo) Phương pháp đo độ nhớt .....	12
Phụ lục B (tham khảo) Công bố độ chụm.....	13
Thư mục tài liệu tham khảo .....	15

**TCVN 4859:2013**

## **Lời nói đầu**

**TCVN 4859:2013** thay thế TCVN 4859:2007.

**TCVN 4859:2013** hoàn toàn tương đương với ISO 1652:2011.

**TCVN 4859:2013** 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 – Xác định độ nhớt biểu kiến bằng phương pháp thử Brookfield

*Rubber latex – Determination of apparent viscosity by the Brookfield test method*

**CẢNH BÁO** Những 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 pháp lý hiện hành.

### 1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp xác định độ nhớt biểu kiến của latex cao su thiên nhiên cô đặc và các loại latex cao su tổng hợp bằng phương pháp Brookfield. Phương pháp này cũng áp dụng cho việc xác định độ nhớt cho các loại latex tự nhiên có nguồn gốc khác với *Hevea brasiliensis* và cũng áp dụng cho latex hỗn hợp. Các phương pháp khác để xác định độ nhớt được nêu ra trong Phụ lục A.

### 2 Tài liệu viện dẫn

Các tài liệu viện dẫn sau đây là rất cần thiết khi 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 bản sửa đổi, bổ sung (nếu có).

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

TCVN 6315 (ISO 124) *Latex cao su – Xác định tổng hàm lượng chất rắn.*

### 3 Thuật ngữ và định nghĩa

Trong tiêu chuẩn này áp dụng các thuật ngữ và định nghĩa sau.

#### 3.1

**Mẫu thử** (test sample)

Lượng latex thích hợp để thử nghiệm, nhận được bằng cách lọc mẫu phòng thử nghiệm. [TCVN 5598 (ISO 123)].

#### 4 Nguyên tắc

Độ nhớt của mẫu latex được xác định bằng nhớt kế đo mômen xoắn sinh ra trên một trục chuyên dụng điều khiển bằng một động cơ điện quay ở một tần số quay không đổi và tốc độ trượt được kiểm soát, trong khi nhớt kế được nhúng vào latex ở một độ sâu quy định. Độ nhớt biểu kiến có được bằng cách nhân số đọc mômen xoắn với hệ số phụ thuộc vào tần số quay và kích thước của trục. Phép đo có thể được thực hiện trên latex không pha loãng hoặc trên latex sau khi pha loãng đến tổng hàm lượng chất rắn cần thiết.

Tiêu chuẩn này phù hợp với loại nhớt kế thao tác thủ công hơn là các loại nhớt kế kỹ thuật số sản xuất hiện nay. Nếu có thể, nên so sánh hai loại nhớt kế để tham khảo.

CHÚ THÍCH: Các phương pháp hiện có khác để xác định độ nhớt của latex và nhũ tương (xem Phụ lục A).

#### 5 Thiết bị, dụng cụ

**5.1 Máy đo độ nhớt**, gồm có một động cơ điện truyền động, ở tần số quay không đổi, đến một trục có gắn các cánh khuấy có hình dạng và kích thước khác nhau. Tần số quay có thể được chọn từ một số tốc độ. Tiêu chuẩn này quy định hai loại tốc độ nhưng các tốc độ khác cũng có thể áp dụng trong thực tế. Trục chuyên dụng được ngâm vào latex ở một độ sâu định trước và cánh khuấy trên trục quay trong latex tạo nên một mômen xoắn trên trục. Mômen xoắn cân bằng tạo ra được kim chỉ trên một thước đo đã được hiệu chỉnh từ 0 đến 100 đơn vị<sup>1)</sup>.

Thiết bị L dùng một mômen xoắn lò xo  $67,37 \mu\text{N.m} \pm 0,07 \mu\text{N.m}$  ( $673,7 \text{ dyn.cm} \pm 0,7 \text{ dyn.cm}$ ) trên độ lệch toàn thang đo.

Thiết bị R dùng một mômen xoắn lò xo  $718,7 \mu\text{N.m} \pm 0,7 \mu\text{N.m}$  ( $7187 \text{ dyn.cm} \pm 7 \text{ dyn.cm}$ ) trên độ lệch toàn thang đo.

Trục chuyên dụng được chế tạo chính xác phù hợp với Hình 1 và kích thước cho trong Bảng 1. Các trục có dấu vạch hay dụng cụ đánh dấu khác để chỉ chiều sâu cần thiết khi nhúng vào latex.

Ông nivo kiểu bọt nước được đưa vào hộp động cơ để chỉ thị, khi trục chuyên dụng ở vị trí thẳng đứng thì sẽ được gắn vào trục động cơ.

Một bộ phận che chắn để bảo vệ trục khi thao tác. Bộ phận này gồm thanh chắn mặt cắt ngang hình chữ nhật khoảng 9,5 mm x 3 mm với các góc tròn, uốn dạng chữ U.

---

<sup>1)</sup> Thiết bị phù hợp nhận được từ một số nguồn, chẳng hạn như Brookfield Engineering Laboratories, Inc. Stoughton, Mass. 02072, USA (kiểu LVF và LVT đáp ứng các yêu cầu đối với thiết bị L và kiểu RVF và RVT đáp ứng các yêu cầu đối với thiết bị R) và Gebrüder Haake GmbH, Dieselstr. 4, D-76227 Karlsruhe, Germany. Thông tin này đưa ra để thuận tiện cho người sử dụng tiêu chuẩn này và không phải là xác nhận của ISO về sản phẩm này.

Đầu phía trên của bộ phận che chắn được gắn vào hộp động cơ nhưng dễ tháo ra để làm sạch. Phần nằm ngang của bộ phận che chắn được nối với thanh đứng của nó theo đường cong với bán kính trong khoảng 6 mm.

CHÚ THÍCH: Mặc dù chức năng của bộ phận che chắn chủ yếu là để bảo vệ, nó là bộ phận không thể thiếu của thiết bị và việc đo độ nhớt cũng thay đổi nếu nó không nằm đúng chỗ.

Khoảng cách thẳng góc giữa hai mặt trong của hai thanh đứng của bộ phận che chắn khi nó gắn chặt vào hộp động cơ là  $31,8 \text{ mm} \pm 0,8 \text{ mm}$  với thiết bị L và  $76,2 \text{ mm} \pm 0,8 \text{ mm}$  với thiết bị R. Khoảng cách thẳng góc giữa mặt phía trên của phần ngang của bộ phận che chắn và đáy của trục chuyên dụng khi bộ phận che chắn được gắn chặt vào hộp động cơ và khi trục chuyên dụng được gắn vào trục của động cơ sẽ không được nhỏ hơn 10 mm cho thiết bị L và không nhỏ hơn 4,5 mm cho thiết bị R.

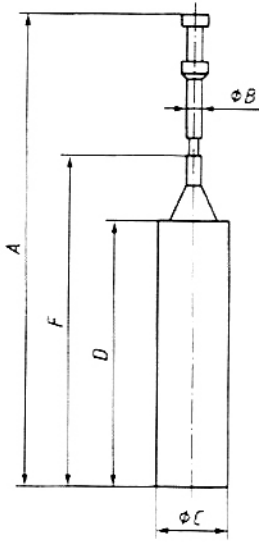
**5.2 Cốc**, thủy tinh, đường kính trong ít nhất 85 mm và dung tích 600 cm<sup>3</sup>.

Giá trị thực của độ nhớt được xác định bị ảnh hưởng bởi kích cỡ của cốc. Do vậy phải cẩn thận để đảm bảo rằng kích cỡ của vật chứa được sử dụng là thích hợp.

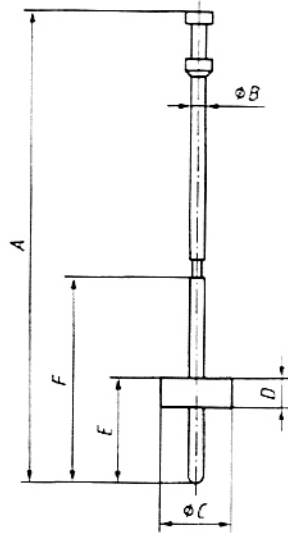
**5.3 Bể điều nhiệt**, có khả năng duy trì ở nhiệt độ  $23 \text{ }^\circ\text{C} \pm 2 \text{ }^\circ\text{C}$  hoặc  $27 \text{ }^\circ\text{C} \pm 2 \text{ }^\circ\text{C}$  ở khí hậu nhiệt đới.

## **6 Lấy mẫu**

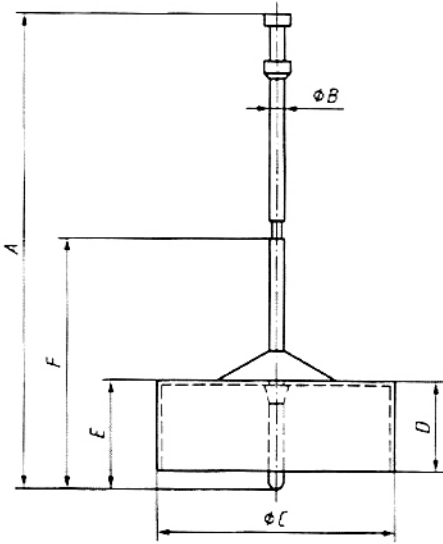
Tiến hành lấy mẫu theo một trong các phương pháp quy định trong TCVN 5598 (ISO 123).



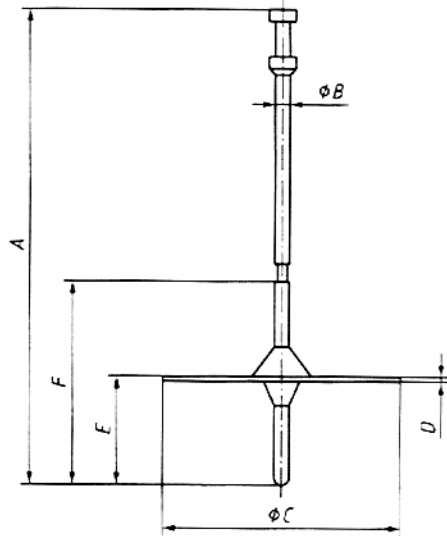
a) Mã số L1



b) Mã số L2 và L3



c) Mã số R1



d) Mã số R2 và R3

Hình 1 – Các loại trục

**Bảng 1 – Kích thước trục chuyên dụng**

Kích thước tính bằng milimét

Mã số trục	A ± 1,3	B ± 0,03	C ± 0,03	D ± 0,06	E ± 1,3	F ± 0,15
L1	115,1	3,18	18,84	65,10	–	81,0
L2	115,1	3,18	18,72	6,86	25,4	50,0
L3	115,1	3,18	12,70	1,65	25,4	50,0
R1	133,3	3,18	56,26 <sup>a</sup>	22,48 <sup>b</sup>	27,0	61,1
R2	133,3	3,18	46,93	1,57	27,0	49,2
R3	133,3	3,18	34,69	1,65	27,0	49,2

<sup>a</sup> Độ dày của thành khoảng 0,6 mm.  
<sup>b</sup> Độ dày của thành khoảng 1,0 mm.

## 7 Chuẩn bị mẫu thử

Nếu phải xác định độ nhớt ở hàm lượng chất rắn cụ thể, xác định tổng hàm lượng chất rắn của latex theo TCVN 6315 (ISO 124), sau đó nếu cần thiết, điều chỉnh chính xác đến trị số yêu cầu bằng cách thêm nước cất hoặc nước có độ tinh khiết tương đương. Thêm nước từ từ vào latex và khuấy nhẹ hỗn hợp trong 5 min, cẩn thận để tránh không khí xâm nhập.

Nếu mẫu thử chứa không khí và độ nhớt nhỏ hơn 200 mPa.s (200 cP), loại bỏ không khí bằng cách giữ yên latex trong 24 h.

Nếu latex chứa không khí, không có các chất bay hơi khác và có độ nhớt lớn hơn 200 mPa.s (200 cP), loại bỏ không khí bằng chân không cho đến khi ngừng tạo bọt.

## 8 Cách tiến hành

Rót phần mẫu thử (xem Điều 7) vào cốc (5.2). Đặt cốc trong bể điều nhiệt (5.3), duy trì ở nhiệt độ 23 °C ± 2 °C hoặc 27 °C ± 2 °C và khuấy nhẹ latex cho đến nhiệt độ 23 °C ± 2 °C hoặc 27 °C ± 2 °C. Ghi nhiệt độ chính xác. Ngay sau đó gắn một trục chuyên dụng vào trục động cơ và gắn bộ phận che chắn vào hộp động cơ của nhớt kế (5.1). Cẩn thận nhúng trục chuyên dụng và bộ phận che chắn vào mẫu latex cho tới khi bề mặt của mẫu nằm ở điểm giữa của vạch đánh dấu trên trục chuyên dụng. Tránh không để không khí bám vào phần dưới trục quay. Trục chuyên dụng được đặt thẳng đứng trong mẫu (được kiểm tra bởi ống nivo kiểu bọt trên hộp động cơ) và chính giữa cốc.

Chọn tần số quay của thiết bị như sau:



## TCVN 4859:2013

Thiết bị L:  $60 \text{ min}^{-1} \pm 0,2 \text{ min}^{-1}$  ( $1 \text{ s}^{-1} \pm 0,003 \text{ s}^{-1}$ ).

Thiết bị R:  $20 \text{ min}^{-1} \pm 0,2 \text{ min}^{-1}$  ( $0,333 \text{ s}^{-1} \pm 0,003 \text{ s}^{-1}$ ).

Bật công tắc động cơ thiết bị đo độ nhớt và đọc trị số cân bằng tại vạch chia gần nhất trên thước đo theo hướng dẫn thao tác vận hành của nhà sản xuất. Sau 20 s đến 30 s có thể không đạt được trạng thái cân bằng.

Trị số đọc được giữa 10 và 90 đơn vị là phù hợp. Nếu trị số đọc được nhỏ hơn 10 hoặc lớn hơn 90 đơn vị thì phải sử dụng trục lớn hơn hoặc nhỏ hơn, tùy trường hợp. Điều này không cần thiết với nhớt kế kỹ thuật số.

Nếu dùng phương pháp để giám sát hoặc kiểm tra chất lượng cần cẩn thận để chắc chắn rằng kích thước trục làm việc và tần số quay là không đổi.

Với những mục đích cụ thể, như việc đánh giá các tính chất lưu biến, thì cần đo độ nhớt ở nhiều tần số quay khác nhau (xem Phụ lục A). Đối với mục đích này, nhớt kế được tắt và để latex đứng yên không dưới 30 s trước khi khởi động đo ở tốc độ khác. Nếu xác định ở nhiều tần số quay hoặc tốc độ khác nhau so với tần số của quy định trên, các sự kiện này phải được ghi trong báo cáo thử nghiệm.

## 9 Biểu thị kết quả

Tính độ nhớt của latex, biểu thị milipascal giây (centipoices), bằng cách dùng các hệ số thích hợp theo Bảng 2.

**Bảng 2 – Các hệ số cần thiết để biến đổi trị số đọc trên thang đo từ 0 đến 100 sang milipascal giây (centipoices)**

Mã số trục	Hệ số
L1	× 1
L2 hoặc R1	× 5
L3 hoặc R2	× 20
R3	× 50

## 10 Độ chụm

Xem Phụ lục B.

## 11 Báo cáo thử nghiệm

Báo cáo thử nghiệm gồm các thông tin sau:

- a) viện dẫn tiêu chuẩn này;
- b) tất cả các chi tiết cần thiết để nhận biết mẫu thử;
- c) kết quả thử nghiệm và đơn vị biểu thị;
- d) thiết bị sử dụng (L hoặc R);
- e) mã số trục chuyên dụng và tốc độ quay;
- f) tổng hàm lượng chất rắn của latex và latex được pha loãng.;
- g) nhiệt độ thử nghiệm của latex;
- h) các đặc điểm bất thường ghi nhận trong khi thử;
- i) bất kỳ thao tác nào được thực hiện không được quy định trong tiêu chuẩn này cũng như bất kỳ thao tác nào được xem như tùy ý;
- j) ngày thử nghiệm.

## Phụ lục A

(tham khảo)

### Phương pháp đo độ nhớt

Latex thường có đặc tính phi-Newtonian, có nghĩa là sức kháng trượt của nó không tỷ lệ tuyến tính với lực trượt đặt vào. Vì vậy độ nhớt đo được là độ nhớt biểu kiến.

Tỷ lệ độ nhớt biểu kiến đo được dùng cùng một trục làm việc ở hai tần số quay khác nhau có thể cho biết chỉ số về mức độ xúc biến (thixotropy) (chỉ số xúc biến) và đặc biệt dùng để so sánh hiệu quả của các tác nhân làm đặc trong latex và hỗn hợp latex.

Cũng có nhiều phương pháp khác nhau để xác định độ nhớt biểu kiến của nhũ tương, ví dụ như:

*ISO 2555 Chất dẻo – Nhựa ở trạng thái lỏng hoặc nhũ tương hoặc phân tán – Xác định độ nhớt biểu kiến bằng phương pháp thử nghiệm Brookfield (sử dụng thiết bị tương tự với các trục làm việc khác nhau);*

*ISO 3219 Chất dẻo – Polyme/nhựa ở trạng thái lỏng hoặc nhũ tương hoặc phân tán – Xác định độ nhớt dùng nhớt kế quay với hệ số trượt xác định.*

Cũng có phương pháp dùng nhớt kế chảy. Việc sử dụng các nhớt kế chảy này thường không phù hợp cho latex. Tuy nhiên, vì tính đơn giản của nó nên nó tiện lợi trong việc giám sát các hỗn hợp dùng trong nhà máy.

## Phụ lục B

(Tham khảo)

### Công bố độ chụm

#### B.1 Tổng quan

Độ chụm của phương pháp thử được xác định theo ISO/TR 9272. Tham khảo tài liệu này cho các thuật ngữ và các chi tiết thống kê khác.

Số liệu độ chụm được nêu trong Bảng B.1. Các thông số độ chụm không nên sử dụng để chấp nhận hoặc từ chối đối với nhóm vật liệu không được lập thành văn bản mà thông số có thể áp dụng cho các vật liệu đặc biệt này và các thủ tục thử nghiệm cụ thể của phương pháp thử. Biểu thị độ chụm dựa 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,  $R$ .

Các kết quả trong Bảng B.1 được tính giá trị trung bình và đưa ra sự đánh giá về độ chụm của phương pháp thử này theo xác định của chương trình thử nghiệm liên phòng (ITP) thực hiện năm 2007. 12 phòng thử nghiệm đã tham gia trong ITP này, tiến hành phân tích đúp trên hai mẫu thử A và B, đã được chuẩn bị từ latex ammonia cao. Trước khi số lượng lớn được lấy mẫu phụ vào hai lọ ghi nhãn A và B, cần lọc và đồng nhất bằng cách khuấy kỹ. Như vậy, về cơ bản các mẫu A và B là như nhau và được xử lý như vậy trong các tính toán thống kê. Mỗi phòng thử nghiệm thành viên cần thực hiện phép thử bằng cách sử dụng hai mẫu thử này vào ngày trao cho họ.

Độ chụm Loại 1 được xác định dựa trên phương pháp lấy mẫu được sử dụng cho chương trình thử nghiệm liên phòng.

Số liệu độ chụm nhận được bằng cách sử dụng thiết bị đo độ nhớt kỹ thuật số vì hệ thống chia độ tương tự không còn phù hợp cho việc đo sự chênh lệch về độ nhớt.

**Bảng B.1 – Số liệu độ chụm**

Kết quả giá trị trung bình	Trong cùng phòng thử nghiệm		Giữa các phòng thử nghiệm	
	$s_r$	$r$	$s_R$	$R$
60,08	0,05	0,15	0,09	0,25

$s_r$  là độ lệch chuẩn trong cùng phòng thử nghiệm (tính bằng đơn vị đo lường);  
 $r$  là độ lặp lại (tính bằng đơn vị đo lường);  
 $s_R$  là độ lệch chuẩn giữa các phòng thử nghiệm (tính bằng đơn vị đo lường);  
 $R$  là tái lập (tính bằng đơn vị đo lường).

## B.2 Độ lặp lại

Độ lặp lại,  $r$ , tính bằng đơn vị đo lường, của phương pháp thử được thiết lập như là giá trị thích hợp đã được lập bảng trong Bảng B.1. Hai kết quả thử riêng biệt nhận được từ cùng phòng thử nghiệm bằng cách sử dụng quy trình thử nghiệm thông thường, khác nhiều so với giá trị đã được lập bảng  $r$  (đối với các mức đã cho) nên coi là đến từ các quần thể khác hoặc không nhận biết, tập hợp mẫu.

## B.3 Độ tái lập

Độ tái lập,  $R$ , tính bằng đơn vị đo lường, của phương pháp thử được thiết lập như là giá trị thích hợp đã được lập bảng trong Bảng B.1. Hai kết quả thử riêng biệt nhận được từ các phòng thử nghiệm khác nhau bằng cách sử dụng quy trình thử nghiệm thông thường, khác nhiều so với giá trị đã được lập bảng  $R$  (đối với các mức đã cho) cần coi là đến từ các quần thể khác hoặc không nhận biết, tập hợp mẫu.

## B.4 Độ chệch

Trong thuật ngữ phương pháp thử, độ chệch là sự chênh lệch giữa trị số thử nghiệm trung bình với trị số đặc tính thử nghiệm đối chứng (hoặc giá trị thực). Trị số đối chứng không có trong phương pháp thử này vì trị số về đặc tính thử nghiệm được quy định riêng bằng phương pháp thử. Do đó phương pháp cụ thể này không thể xác định được độ chệch.

**Thư mục tài liệu tham khảo**

- [1] ISO 2555, *Plastics – Resins in the liquid state or as emulsions or dispersions – Determination of apparent viscosity by the Brookfield Test method (Chất dẻo – Nhựa ở trạng thái lỏng hoặc như nhũ tương hoặc phân tán – Xác định độ nhớt biểu kiến bằng phương pháp thử Brookfield)*.
- [2] ISO 3219, *Plastics – Polymers/resins in the liquid state or as emulsions or dispersions – Determination of viscosity using a rotational viscometer with defined shear rate (Chất dẻo – Polyme/nhựa trong trạng thái lỏng hoặc như nhũ tương hoặc phân tán – Xác định độ nhớt bằng cách dùng nhớt kế quay với tốc độ trượt quy định)*.
- [3] 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 tiêu chuẩn phương pháp thử)*.
-