TCVN TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

TCVN 4866:2013
ISO 2781:2008
WITH AMENDMENT 1:2010

Xuất bản lần 3

CAO SU LƯU HOÁ HOẶC NHIỆT DẺO – XÁC ĐỊNH KHỐI LƯỢNG RIÊNG

Rubber, vulcanized or thermoplastic – Determination of density

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 6

4 Nguyên tắc 6

5 Thiết bị, dụng cụ 6

6 Mẫu thử 6

7 Khoảng thời gian từ tạo mẫu đến thử nghiệm 7

8 Ổn định mẫu thử 7

9 Nhiệt độ thử 7

10 Cách tiến hành 7

10.1 Chuẩn bị mẫu 7

10.2 Phương pháp A 8

10.3 Phương pháp B 9

11 Biểu thị kết quả 9

11.1 Phương pháp A 9

11.2 Phương pháp B 10

12 Độ chụm 11

13 Báo cáo thử nghiệm 11

Phụ lục A (tham khảo) Độ chụm 12

Lời nói đầu

TCVN 4866:2013 thay thế TCVN 4866:2007.

TCVN 4866:2013 hoàn toàn tương đương ISO 2781:2008 và Sửa đổi 1:2010.

TCVN 4866:2013 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.

Cao su lưu hoá hoặc nhiệt dẻo – Xác định khối lượng riêng

Rubber, vulcanized or thermoplastic – Determination of density

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.

CHÚ Ý: Một số qui trình quy định trong tiêu chuẩn này có thể liên quan đến việc sử dụng hoặc tạo ra các chất hoặc chất thải, điều này có thể gây ra mối nguy hại cho môi trường địa phương. Nên ham khảo các tài liệu thích hợp về xử lý an toàn và thải bỏ sau khi sử dụng.

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này quy định hai phương pháp xác định khối lượng riêng của cao su lưu hoá và nhiệt dẻo thể rắn.

Các phép xác định này rất quan trọng trong kiểm soát chất lượng hỗn hợp cao su và trong tính toán khối lượng của cao su cần thiết để tạo thành một thể tích nhất định của vật liệu.

Tiêu chuẩn này không áp dụng để xác định khối lượng riêng tương đối của cao su, là tỷ số giữa khối lượng của thể tích cao su nhất định và khối lượng của cùng thể tích nước tinh khiết ở một nhiệt độ nhất định.

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 1592 (ISO 23529) *Cao su – Quy trình chung để chuẩn bị và ổn định mẫu thử cho phương pháp thử vật lý.*

3 Thuật ngữ và định nghĩa

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

3.1

Khối lượng riêng (density)

Khối lượng của một đơn vị thể tích cao su ở nhiệt độ nhất định.

CHÚ THÍCH: Biểu thị bằng megagam trên mét khối (Mg/m^3).

4 Nguyên tắc

Có hai phương pháp A và B.

Trong phương pháp A, khối lượng của mẫu thử và khối lượng của nước có cùng thể tích với thể tích của mẫu thử được xác định bằng cân phân tích có đĩa cân. Khối lượng biểu kiến của mẫu thử khi nhúng vào nước nhỏ hơn khi ở trong không khí do khối lượng của nước thay thế, thể tích của nước thay thế bằng với thể tích của mẫu thử.

Phương pháp B được sử dụng chỉ khi cần phải cắt mẫu thử thành từng miếng nhỏ để loại trừ khoảng trống không khí, như trong trường hợp ống lỗ hẹp và dây cáp cách điện. Phép đo được thực hiện bằng cách sử dụng cân và bình tỷ trọng.

5 Thiết bị, dụng cụ

Các thiết bị thông thường phòng thử nghiệm và

5.1 Cân phân tích, độ chính xác đến ± 1 mg.

5.2 Đĩa cân, có kích cỡ phù hợp để đỡ cốc và cho phép xác định khối lượng mẫu thử trong nước (đối với phương pháp A).

5.3 Cốc, dung tích 250 cm^3 (hoặc nhỏ hơn nếu cần thiết theo thiết kế của cân) (đối với phương pháp A).

5.4 Bình tỷ trọng (đối với phương pháp B).

6 Mẫu thử

6.1 Mẫu thử bao gồm một miếng cao su có bề mặt nhẵn, không có đường nứt và bụi, và có khối lượng ít nhất 2,5 g. Đối với phương pháp B, mẫu thử phải được cắt thành miếng có hình dạng thích hợp (xem 10.3).

6.2 Phải chuẩn bị ít nhất hai mẫu thử.

7 Khoảng thời gian từ tạo mẫu đến thử nghiệm

7.1 Trừ Khi có quy định khác vì lý do kỹ thuật, các yêu cầu sau đối với khoảng thời gian phải được theo dõi.

7.2 Đối với tất cả mục đích thử nghiệm, thời gian tối thiểu từ tạo mẫu đến thử nghiệm phải là 16 h.

7.3 Đối với phép thử không phải là sản phẩm, thời gian tối đa giữa tạo mẫu và thử nghiệm phải là 4 tuần, và đối với việc đánh giá để so sánh các phép thử phải được thực hiện sau khoảng thời gian như nhau nếu có thể.

7.4 Đối với phép thử sản phẩm, bất cứ lúc nào có thể, thời gian giữa tạo mẫu và thử nghiệm không vượt quá 3 tháng. Trong trường hợp khác, phép thử phải được tiến hành trong vòng 2 tháng từ ngày nhận sản phẩm của khách hàng.

8 Ổn định mẫu thử

8.1 Mẫu và mẫu thử phải được bảo vệ tránh ánh sáng mặt trời trực tiếp trong khoảng thời gian từ lưu hoá đến khi thử nghiệm.

8.2 Mẫu, nếu cần phải chuẩn bị, phải được ổn định ở nhiệt độ tiêu chuẩn phòng thử nghiệm (23 °C ± 2 °C hoặc 27 °C ± 2 °C) ít nhất 3 h trước khi cắt các mẫu thử.

Những mẫu thử này có thể được thử nghiệm ngay, nếu không, chúng phải được giữ ở nhiệt độ tiêu chuẩn phòng thử nghiệm cho đến khi được thử nghiệm. Nếu việc chuẩn bị bao gồm mài nhẵn, khoảng thời gian giữa mài nhẵn và thử nghiệm không vượt quá 72 h.

9 Nhiệt độ thử

Thông thường phép thử được thực hiện ở nhiệt độ tiêu chuẩn phòng thử nghiệm (23 °C ± 2 °C hoặc 27 °C ± 2 °C), nhiệt độ như nhau được sử dụng trong suốt phép thử hoặc một dãy các phép thử so sánh.

10 Cách tiến hành

10.1 Chuẩn bị mẫu

Nếu mẫu có vải dính vào hoặc khâu vào thì phải được lấy ra trước khi cắt mẫu thử. Phương pháp lấy ra tốt nhất tránh sử dụng chất lỏng trương nở, nếu cần thiết, một chất lỏng không độc hại thích hợp có điểm sôi thấp có thể được sử dụng để làm ướt bề mặt tiếp xúc. Cẩn thận để tránh làm co giãn

cao su trong lúc tách vải. Chất lỏng, nếu được sử dụng, phải để bay hơi hoàn toàn khỏi bề mặt cao su sau khi bóc tách. Bề mặt có sợi vải phải được làm nhẵn mịn bằng cách mài nhẵn [xem TCVN 1592 (ISO 23529)].

10.2 Phương pháp A

10.2.1 Treo mẫu thử (Điều 6) lên cái móc trên cân (5.1), sử dụng dây nhỏ có chiều dài thích hợp sao cho đáy của mẫu thử cách đĩa cân (5.2) khoảng 25 mm. Dây nhỏ phải được làm từ vật liệu không tan trong nước và không hấp thụ nhiều nước. Có thể dùng đối trọng hoặc quả cân, nếu được cân, khối lượng của mẫu phải suy ra được từ lần cân mẫu thử tiếp theo (xem 10.2.3).

10.2.2 Cân mẫu thử chính xác đến miligam trong không khí. Lặp lại phép cân với mẫu thử (và vật làm chìm, nếu có yêu cầu, xem 10.2.4) được nhúng vào nước cất mới đun sôi và để nguội hoặc nước khử ion ở nhiệt độ tiêu chuẩn phòng thử nghiệm (23 °C ± 2 °C hoặc 27 °C ± 2 °C) được chứa trong cốc (5.3) đặt trên đĩa cân. Loại bỏ bọt khí dính vào mẫu thử (xem 10.2.5 và 10.2.6) và xác định khối lượng chính xác đến miligam, xem trong vài giây để đảm bảo rằng số đọc không bị trôi từ từ do dòng đối lưu gây ra.

10.2.3 Khi dây nhỏ được sử dụng có khối lượng nhỏ hơn 0,010 g, như với trường hợp dây nilon mảnh, thì sự hiệu chỉnh khối lượng sợi dây là không cần thiết cho độ chính xác của kết quả cuối cùng. Tuy nhiên, khi mẫu thử nhỏ hơn mẫu đã quy định (ví dụ khi xác định khối lượng riêng của vòng tròn nhỏ), điều này có thể dẫn đến sự không chính xác và khối lượng của dây nhỏ cần phải được tính đến ở phép tính cuối cùng. Nếu sử dụng sợi dây treo khác với dây nhỏ, thể tích và khối lượng của sợi dây treo phải được tính đến trong phép tính cuối cùng.

10.2.4 Khi cách tiến hành này được sử dụng đối với cao su có khối lượng riêng nhỏ hơn 1 Mg/m^3, cần phải có một vật làm chìm; cần phải cân bản thân vật làm chìm trong nước. Ngoài ra, một chất lỏng có khối lượng riêng khác với nước mà không có bất cứ sự tương tác nào với cao su, có thể thay thế nước, trong trường hợp này công thức đã cho trong 11.1 được sửa đổi bằng cách thay khối lượng riêng của nước bằng khối lượng riêng của chất lỏng đã sử dụng.

10.2.5 Những nguồn chính dẫn đến sai số là

a) các bọt không khí dính trên bề mặt của mẫu thử trong lúc cân trong nước;

b) sức căng bề mặt ảnh hưởng lên dây treo;

c) dòng đối lưu trong nước có treo mẫu thử. Để giảm thiểu dòng đối lưu, nhiệt độ của nước và của không khí trong hộp cân phải là giống nhau.

10.2.6 Để giảm thiểu sự kết dính của các bọt không khí với mẫu thử, hoặc là thêm vào một lượng vết (1 phần trong 10 000) chất hoạt động bề mặt như chất tẩy rửa vào nước cất hoặc

nhúng nhanh mẫu thử vào một chất lỏng thích hợp, như metyl ancol hoặc rượu biến tính, có khả năng trộn lẫn với nước và làm trương nở hoặc ngấm vào cao su không đáng kể. Nếu phương pháp sau được chấp nhận, cẩn thận giảm thiểu lượng ancol chuyển sang.

10.3 Phương pháp B

10.3.1 Cân bình tỷ trọng sạch, khô và nắp (5.4) trước và sau khi cho mẫu thử cắt thành từng miếng thích hợp (Điều 6). Kích thước và hình dạng chính xác của các miếng nhỏ phụ thuộc vào độ dày của mẫu thử gốc. Miếng thử phải sao cho không có hai kích thước lớn hơn 4 mm và kích thước thứ ba không lớn hơn 6 mm. Với các giới hạn này các miếng có thể càng lớn càng tốt. Tất cả các cạnh được cắt phải mịn. Đổ đầy nước cất mới đun sôi và để nguội hoặc nước khử ion vào bình ở nhiệt độ tiêu chuẩn phòng thử nghiệm (23 °C ± 2 °C hoặc 27 °C ± 2 °C) có chứa sẵn cao su. Đuổi bọt không khí dính vào cao su hoặc thành bình (xem 10.2.6 và 10.3.2 ở dưới). Đậy nắp, cẩn thận để không có không khí vào trong bình hoặc ống mao quản. Cẩn thận làm khô bên ngoài bình. Cân bình và các lượng chứa. Đổ hết những lượng chứa trong bình ra và lại cho nước mới sôi để nguội hoặc nước khử ion vào. Sau khi loại bọt không khí, đậy nắp và làm khô, cân bình và nước. Tất cả các khối lượng cân ở trên phải chính xác đến miligam.

10.3.2 Nguồn gốc của sai số chính là các bọt khí bên trong bình. Cần thiết đun nóng bình và lượng chứa lên khoảng 50 °C để đuổi bọt, trong trường hợp này bình và các lượng chứa phải được để nguội trước khi cân. Ngoài ra, bình có thể được đặt trong bình hút ẩm chân không và tạo, ngắt chân không vài lần cho đến khi không còn bọt khí.

11 Biểu thị kết quả

11.1 Phương pháp A

Khối lượng riêng ρ, biểu thị bằng megagam trên mét khối (Mg/m^3), tính theo công thức

$$\rho = \rho_w \frac{m_1}{m_1 - m_2}$$

trong đó

ρ_w là khối lượng riêng của nước;

m_1 là khối lượng tịnh của cao su, xác định bằng cách cân trong không khí;

m_2 là khối lượng của cao su trừ đi khối lượng của cùng một thể tích nước, được xác định bằng cách cân trong nước, ở cùng nhiệt độ tiêu chuẩn phòng thử nghiệm.

Phương pháp này chính xác đến 0,01 Mg/m^3.

Đối với hầu hết các mục đích, khối lượng riêng của nước ở nhiệt độ tiêu chuẩn phòng thử nghiệm có thể được lấy là 1,00 Mg/m^3. Tuy nhiên để tính toán được chính xác cần phải sử dụng một hệ số để tính khối lượng riêng của nước ở nhiệt độ thử.

Khi sử dụng một vật làm chìm, cách tính được thay đổi như sau:

$$\rho = \rho_w \frac{m_1}{m_1 + m_2 - m_3}$$

trong đó

ρ_w là khối lượng riêng của nước;

m_1 là khối lượng tịnh của cao su, xác định bằng cách cân trong không khí;

m_2 là khối lượng của vật làm chìm trừ đi khối lượng của cùng một thể tích nước, được xác định bằng cách cân trong nước, ở cùng nhiệt độ tiêu chuẩn phòng thử nghiệm;

m_3 là khối lượng của vật làm chìm và cao su trừ đi khối lượng của cùng một thể tích nước của chúng gộp lại, được xác định bằng cách cân trong nước, ở cùng nhiệt độ tiêu chuẩn phòng thử nghiệm.

Báo cáo giá trị trung bình.

11.2 Phương pháp B

Khối lượng riêng ρ, biểu thị bằng megagam trên mét khối (Mg/m^3), tính theo công thức

$$\rho = \rho_w \frac{m_2 - m_1}{m_4 - m_3 + m_2 - m_1}$$

trong đó

ρ_w là khối lượng riêng của nước;

m_1 là khối lượng của bình tỷ trọng;

m_2 là khối lượng của bình tỷ trọng cộng với mẫu thử;

m_3 là khối lượng của bình tỷ trọng cộng với mẫu thử cộng với nước;

m_4 là khối lượng của bình tỷ trọng đổ đầy nước;

Đối với hầu hết các mục đích, khối lượng riêng của nước ở nhiệt độ tiêu chuẩn phòng thử nghiệm có thể được lấy là 1,00 Mg/m^3. Tuy nhiên để tính toán được chính xác cần phải sử dụng một hệ số để tính khối lượng riêng của nước ở nhiệt độ thử.

Báo cáo giá trị trung bình.

12 Độ chụm

Xem Phụ lục A.

13 Báo cáo thử nghiệm

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

a) viện dẫn của tiêu chuẩn này;

b) khối lượng riêng trung bình;

c) nhiệt độ thử nghiệm;

d) phương pháp sử dụng (phương pháp A hoặc phương pháp B);

e) các thao tác khác với qui trình quy định trong tiêu chuẩn này.

Phụ lục A
(Tham khảo)

Độ chụm

A.1 Tổng quan

Một chương trình thử nghiệm liên phòng (ITP) để xác định độ chụm của phương pháp đo khối lượng riêng quy định trong tiêu chuẩn này được thực hiện năm 2008 sử dụng quy trình độ chụm và hướng dẫn mô tả trong ISO/TR 9272:2005, *Cao su và sản phẩm cao su – Xác định độ chụm đối với các tiêu chuẩn phương pháp thử.*

A.2 Chi tiết về ITP

A.2.1 Tổng cộng có 15 phòng thử nghiệm tham gia trong ITP. Tuy nhiên các kết quả thử được báo cáo bởi 13 phòng thử nghiệm. Tổng số có bốn vật liệu hoặc hỗn hợp được sử dụng gọi là hỗn hợp A, B, C và D bằng cách tăng dần độ lớn của khối lượng riêng từ 0,97 đến 1,86. ITP được thực hiện trong khoảng thời gian bốn tuần liên tục. Vào một ngày nhất định của mỗi tuần trong bốn tuần này, mỗi phòng thử nghiệm thực hiện năm phép đo khối lượng riêng riêng biệt trên mỗi vật liệu trong số bốn vật liệu. Kết quả thử được lấy là giá trị trung bình của năm phép đo riêng biệt. Các phân tích số liệu được thực hiện trên cơ sở các kết quả thử nghiệm đó.

A.2.2 Thực hiện hai xác định tách biệt về độ lặp lại và độ tái lập. Các kết quả từ tuần 1 và 2 được dùng để đánh giá độ lặp lại và độ tái lập Số 1 (nghĩa là các kết quả này có được bởi quy trình thử nghiệm điển hình ngày 1 và ngày 2 quy định trong ISO/TR 9272:2005). Các kết quả của tuần 3 và 4 được dùng theo cách tương tự để đánh giá độ lặp lại và độ tái lập Số 2. ISO/TR 9272:2005 sử dụng quy trình loại bỏ bên ngoài tùy chọn 1.

A.2.3 Các kết quả độ chụm khi được xác định bởi ITP này có thể không được áp dụng đối với thử nghiệm chấp nhận hoặc từ chối trong nhóm vật liệu hoặc sản phẩm bất kỳ nếu không có công bố được lập thành văn bản rằng các kết quả đánh giá độ chụm này áp dụng cho sản phẩm hoặc vật liệu đã thử nghiệm trong thực tế.

A.3 Kết quả độ chụm

A.3.1 Các kết quả độ chụm được nêu trong Bảng A.1. Các công bố chung đối với việc sử dụng các kết quả độ chụm cũng được đưa ra. Các kết quả liệt kê trong Bảng A.1 là các kết quả giá trị

trung bình cho các đánh giá 1 và 2 như được chỉ rõ ở trên (nghĩa là trong cả bốn tuần). Điều này được quy định trong các thuật ngữ về cả độ chụm tuyệt đối, *r* và *R*, và độ chụm tương đối, (*r*) và (*R*).

A.3.2 *Độ lặp lại*: Độ lặp lại, hoặc độ chụm phạm vi cục bộ, của phương pháp thử được thiết lập đối với mỗi vật liệu là các giá trị nêu trong Bảng A.1. Hai kết quả thử riêng biệt (nhận được bằng cách sử dụng thích hợp tiêu chuẩn này) khác nhiều so với giá trị đã được lập bảng *r*, tính bằng đơn vị đo lường, hoặc (*r*), tính bằng phần trăm, bị đánh giá là nghi ngờ, tức là đã đến từ các tập hợp khác. Cần tiến hành kiểm tra thích hợp đối với một độ chụm như vậy.

A.3.3 *Độ tái lập:* Độ tái lập, hoặc độ chụm phạm vi toàn cầu, đối với phương pháp thử được thiết lập đối với mỗi vật liệu là giá trị nêu trong Bảng A.1. Hai kết quả thử riêng biệt nhận được từ các phòng thử nghiệm khácn nhau (bằng cách sử dụng thích hợp tiêu chuẩn này), khác nhiều so với giá trị đã được lập bảng *R*, tính bằng đơn vị đo lường, hoặc (*R*), tính bằng phần trăm, bị đánh giá là nghi ngờ, nghĩa là đến từ các tập hợp khác. Cần tiến hành kiểm tra thích hợp đối với một độ chụm như vậy.

Bảng A.1 – Kết quả độ chụm (độ chụm loại 1)

Hỗn hợp	Khối lượng riêng trung bình	Trong cùng phòng thử nghiệm			Giữa các phòng thử nghiệm			Số phòng thử nghiệm[a]
		s_r	R	(r)	s_R	R	(R)	
A	0,966	0,001 86	0,005 21	0,54	0,002 47	0,006 91	0,72	10
B	1,223	0,001 19	0,003 34	0,27	0,001 8	0,005 04	0,41	12
C	1,366	0,000 93	0,002 61	0,19	0,002 02	0,005 65	0,41	11
D	1,857	0,001 16	0,003 25	0,17	0,002 15	0,006 02	0,32	11
Giá trị trung bình[b]		0,001 05	0,002 93	0,18	0,002 08	0,005 84	0,37	

Ký hiệu sử dụng:

s_r là độ lệch chuẩn trong cùng phòng thử nghiệm (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 độ lặp lại (tính bằng đơn vị đo lường);

(r) là độ lặp lại (bằng phần trăm giá trị trung bình);

R là độ tái lập (tính bằng đơn vị đo lường);

(R) là độ tái lập (bằng phần trăm giá trị trung bình).

[a] Số phòng thử nghiệm sau khi bỏ các phòng từ bên ngoài (tổng số phòng thử nghiệm trong ITP: 13).

[b] Giá trị trung bình đơn được tính.

A.4 Bình luận bổ sung

Độ lặp lại và độ tái lập tuyệt đối, *r* và *R*, các giá trị cơ bản không đổi trên dải khối lượng riêng từ 0,97 đến 1,86. Các kết quả này dẫn đến sự giảm nhẹ trong độ chụm tương đối, (*r*) và (*R*), trên dải này. Tham khảo Bảng A.1 đối với các giá trị thực tế.

A.5 Độ chệch

Độ chệch là sự chênh lệch giữa kết quả thử nghiệm trung bình xác định được vào một đối chứng hoặc giá trị thực cho phép đo đang thực hiện. Giá trị đối chứng không có trong phương pháp thử này, do đó không thể xác định được độ chệch.