

**TCVN**

**TIÊU CHUẨN QUỐC GIA**

**TCVN 6086:2010  
ISO 1795:2007**

Xuất bản lần 4

**CAO SU THIÊN NHIÊN THÔ VÀ CAO SU TỔNG HỢP THÔ –  
LẤY MẪU VÀ CHUẨN BỊ MẪU**

*Rubber, raw natural and raw synthetic –  
Sampling and further preparative procedures*

HÀ NỘI - 2010

### **Lời nói đầu**

**TCVN 6086:2004** thay thế cho TCVN 6086:2004.

**TCVN 6086:2004** hoàn toàn tương đương với ISO 1795:2007.

**TCVN 6086:2004** do Tiểu Ban Kỹ thuật Tiêu chuẩn quốc gia TCVN/TC45/SC2 *Cao su – Phương pháp thử* biên soạn, Tổng cục Tiêu chuẩn Đo lường Chất lượng đề nghị, Bộ Khoa học và Công nghệ công bố.

## Cao su thiên nhiên thô và cao su tổng hợp thô – Lấy mẫu và chuẩn bị mẫu

*Rubber, raw natural and raw synthetic – Sampling and further preparative procedures*

**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 khoẻ phù hợp với các quy định pháp lý hiện hành.

### 1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp lấy mẫu cao su thô dạng bánh (kiện), khối hoặc trong bao gói và quy trình chuẩn bị mẫu để thử nghiệm các tính chất lý học và hóa học.

### 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 các phép thử vật lý.*

TCVN 6088 (ISO 248), *Cao su thô – Xác định hàm lượng chất bay hơi.*

TCVN 6090-1 (ISO 289-1), *Cao su chưa lưu hóa – Phương pháp sử dụng nhớt kế đĩa trượt – Phần 1: Xác định độ nhớt Mooney.*

TCVN 8243-2 (ISO 3951-2), *Quy trình lấy mẫu để kiểm tra định lượng – Phần 1: Quy định chung đối với phương án lấy mẫu một lần xác định theo giới hạn chất lượng chấp nhận (AQL) để kiểm tra từng lô có các đặc trưng chất lượng độc lập.*

TCVN 8494 (ISO 2930), *Cao su thiên nhiên thô – Xác định độ dẻo – Phần 1: Xác định chỉ số duy trì độ dẻo (PRI).*

ISO 1658, *Natural rubber (NR) – Evaluation procedure (Cao su thiên nhiên – Quy trình đánh giá).*

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

### 3 Thuật ngữ, định nghĩa

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

CHÚ THÍCH: Tất cả những khái niệm liên quan đến từ "bánh" bao gồm các khối và gói cao su ở dạng mảnh, bột và tờ.

#### 3.1

##### Lô (lot)

Tập hợp các bánh cao su cùng loại, cùng cấp và cùng mác.

#### 3.2

##### Mẫu (sample)

Nhóm các bánh được lựa chọn để đại diện cho lô hàng.

#### 3.3

##### Mẫu phòng thí nghiệm (laboratory sample)

Cao su được lấy từ một bánh của mẫu để đại diện cho bánh đó.

#### 3.4

##### Mẫu phòng thí nghiệm liên hợp (combined laboratory sample)

Lượng cao su đại diện cho mẫu, được chuẩn bị bằng cách pha trộn những phần bằng nhau của các mẫu phòng thí nghiệm với nhau để có một mẫu đồng nhất.

#### 3.5

##### Mẫu thử (test sample)

Cao su được lấy từ mẫu phòng thí nghiệm hoặc mẫu phòng thí nghiệm liên hợp để thử nghiệm, bao gồm cả việc chuẩn bị phần thử nghiệm.

#### 3.6

##### Phần mẫu thử (test piece)

Cao su được lấy từ mẫu thử để thực hiện một phép thử cụ thể.

CHÚ THÍCH: Một số tiêu chuẩn sử dụng thuật ngữ đồng nghĩa "mẫu thử nghiệm (test specimen)"

### 4 Phương pháp lựa chọn mẫu

Số lượng bánh trong mẫu càng lớn thì mẫu càng có tính đại diện cao cho lô, nhưng thực tế trong hầu hết các trường hợp số lượng này được cân nhắc và đặt ra giới hạn phù hợp. Số lượng bánh sẽ được chọn ngẫu nhiên phải được khách hàng và nhà cung cấp thoả thuận. Nếu có thể, áp dụng sơ đồ lấy mẫu thống kê theo TCVN 8243-2 (ISO 3951-2).

## 5 Phương pháp lấy mẫu phòng thí nghiệm

Phương pháp ưu tiên trong lấy mẫu phòng thí nghiệm từ các bánh đã lựa chọn như sau.

Bỏ tám phủ bọc bên ngoài, lớp bọc polyetylen, lớp phủ ngoài bánh hoặc vật liệu phủ bề mặt khác khỏi bánh cao su, không dùng dầu nhờn, cắt xuyên suốt toàn bộ bánh ra làm hai, vuông góc với bề mặt bánh có diện tích bề mặt lớn nhất, sao cho miếng cắt ngang được lấy ra từ phần giữa của bánh. Đối với mục đích trọng tải, phải sử dụng phương pháp ưu tiên này.

Theo cách khác, mẫu phòng thí nghiệm có thể được lấy từ bất kỳ phần nào thuận tiện của bánh.

Trong mỗi trường hợp, tùy thuộc vào phép thử được tiến hành, mẫu phòng thí nghiệm phải có tổng khối lượng khoảng từ 350 g đến 1 500 g. Nếu cao su ở dạng mảnh hoặc bột, một lượng tương tự như vậy được lấy ngẫu nhiên từ gói.

Trừ khi mẫu phòng thí nghiệm được sử dụng ngay lập tức, mẫu phải được đặt trong vật chứa hoặc gói chống ánh sáng và chống ẩm có thể tích không quá hai lần thể tích của nó cho đến khi phép thử được tiến hành.

CHÚ THÍCH: Có thể bỏ lớp bề mặt nếu bị nhiễm bẩn do bột tan hoặc chất khác.

## 6 Thử nghiệm

6.1 Mỗi mẫu phòng thí nghiệm phải được thử và báo cáo riêng biệt.

6.2 Đối với mục đích kiểm soát chất lượng, có thể sử dụng mẫu phòng thí nghiệm liên hợp (3.4) để xác định các tính chất hóa học và đặc tính lưu hóa.

## 7 Chuẩn bị các mẫu thử

### 7.1 Khái quát

Trong quá trình cán, phải sử dụng máy cán luyện có đặc tính như mô tả trong ISO 2393.

Nếu có thể, nhiệt độ và độ ẩm phòng thử nghiệm phải phù hợp với TCVN 1592 (ISO 23529).

### 7.2 Cao su thiên nhiên

#### 7.2.1 Cán

Chuẩn bị mẫu thử như sau. Cán 250 g  $\pm$  5 g mẫu phòng thí nghiệm, chính xác đến 0,1 g, sau đó đồng nhất mẫu bằng cách cán 6 lần giữa bề mặt của trục cán với khe hở giữa hai trục là 1,69 mm  $\pm$  0,17 mm và nhiệt độ bề mặt của trục cán duy trì tại nhiệt độ phòng. Không được gia nhiệt nước đi qua các trục cán. Trong các lần cán thứ 2 đến thứ 5 liên tiếp, cao su được cuộn lại và cho đầu kia của cuộn cao su vào khe hở của trục để cán tiếp. Gom vào khối cao su bất kỳ chất rắn nào

## **TCVN 6086:2010**

tách khỏi mẫu khi cân. Ở lần cân thứ 6, tờ cao su được để nguội trong bình hút ẩm. Cân lại mẫu, chính xác đến 0,1 g.

Khối lượng cao su lúc đầu và cuối cùng được dùng để tính toán chất bay hơi vì một phần chất bay hơi bị mất trong quá trình đồng nhất [xem phương pháp lò sấy của TCVN 6088 (ISO 248)]. Nếu chất bay hơi không thể xác định ngay, bảo quản cao su đã đồng nhất trong vật chứa kín khí có thể tích không quá hai lần thể tích của cao su, hoặc gói kín giữa hai lớp lá nhôm cho đến khi phép thử được tiến hành.

### **7.2.2 Phép thử tính chất hóa học và lý học**

Cắt mẫu thử từ mẫu phòng thí nghiệm đã đồng nhất (xem 7.2.1) và chia mẫu cho các phép thử cụ thể theo yêu cầu. Những phép thử này sẽ được thực hiện theo tiêu chuẩn thích hợp. Tiến hành xác định hàm lượng chất bay hơi bằng phương pháp lò sấy quy định trong TCVN 6088 (ISO 248).

### **7.2.3 Độ nhớt Mooney**

Chuẩn bị hai phần mẫu thử từ mẫu phòng thí nghiệm đã đồng nhất (xem 7.2.1) theo phương pháp quy định trong TCVN 6090-1 (ISO 289-1) và đo độ nhớt Mooney theo TCVN 6090-1 (ISO 289-1).

### **7.2.4 Chỉ số duy trì độ dẻo (PRI)**

Lấy 20 g  $\pm$  2 g phần mẫu thử từ mẫu phòng thí nghiệm đã đồng nhất (xem 7.2.1) và chuẩn bị mẫu theo quy trình quy định trong TCVN 8494 (ISO 2930). Xác định chỉ số duy trì độ dẻo (PRI) theo TCVN 8494 (ISO 2930).

### **7.2.5 Đặc tính lưu hóa**

Lấy phần mẫu thử từ mẫu phòng thí nghiệm đã đồng nhất (xem 7.2.1) và xác định đặc tính lưu hóa theo ISO 1658.

## **7.3 Cao su tổng hợp**

### **7.3.1 Phép thử tính chất hóa học và lý học**

Cắt một mẫu thử 250 g  $\pm$  5 g (hoặc, nếu sản phẩm ở dạng mảnh hoặc bột, lấy ngẫu nhiên một lượng mẫu tương tự) từ mẫu phòng thí nghiệm và xác định hàm lượng chất bay hơi theo phương pháp cân nóng được quy định trong TCVN 6088 (ISO 248). Lấy các phần từ vật liệu dùng để xác định hàm lượng chất bay hơi đủ để thực hiện các phép thử hóa học cần thiết khác.

Một số loại cao su có khuynh hướng dính vào trục cân trong phương pháp cân nóng. Nếu xảy ra hiện tượng kết dính, thì sử dụng phương pháp lò sấy theo TCVN 6088 (ISO 248). Nếu sử dụng phương pháp lò sấy để xác định hàm lượng chất bay hơi, cao su vẫn phải làm khô theo phương pháp cân nóng trước khi thực hiện phép thử hóa học. Nếu không được thì mẫu thử phải được lấy trực tiếp từ mẫu phòng thí nghiệm.

Nếu thực hiện quy trình đã nêu tại 6.2, có thể chuẩn bị mẫu phòng thí nghiệm liên hợp bằng cách trộn các vật liệu còn lại từ mỗi phép xác định hàm lượng chất bay hơi sao cho mẫu phòng thí nghiệm liên hợp là  $250 \text{ g} \pm 5 \text{ g}$ . Trộn từng miếng cao su riêng với nhau theo quy trình 7.3.2.2.

### 7.3.2 Độ nhớt Mooney

#### 7.3.2.1 Chuẩn bị mẫu không qua cán

Đây là quy trình ưu tiên.

Từ mẫu phòng thí nghiệm cắt một mẫu thử với chiều dày thích hợp. Chuẩn bị hai phần mẫu thử theo phương pháp quy định tại TCVN 6090-1 (ISO 289-1) và đo độ nhớt Mooney theo TCVN 6090-1 (ISO 289-1). Phần mẫu thử phải càng không có không khí càng tốt và các hốc rỗng có thể chặn không khí tiếp xúc với rôto và bề mặt khuôn. Cao su ở dạng mảnh hoặc viên phải được phân bố đều trên và dưới rôto.

#### 7.3.2.2 Chuẩn bị mẫu bằng cách cán

Trong một vài trường hợp, cần phải tạo khối cao su để cán trước khi thử nghiệm (đối với loại cao su đặc biệt, bằng quy trình đánh giá thích hợp sẽ quy định liệu có cần cán hay không). Cách cán sẽ được thực hiện theo quy trình sau:

Lấy một mẫu thử cao su khoảng  $250 \text{ g} \pm 5 \text{ g}$  từ mẫu phòng thí nghiệm. Cán mẫu thử 10 lần giữa các bề mặt của trục cán với khe hở là  $1,4 \text{ mm} \pm 0,1 \text{ mm}$  và nhiệt độ bề mặt trục cán được duy trì ở  $50 \text{ }^\circ\text{C} \pm 5 \text{ }^\circ\text{C}$  (tuy nhiên, xem các quy trình đặc biệt đối với cao su butadien, cao su etylen-propylen-dien và một vài loại cao su butadien-acrylonitril nêu dưới đây). Trong các lần cán thử 2 đến thử 9, gấp đôi cao su. Trong lần cán thử 10, không gấp đôi tấm cao su. Chuẩn bị hai phần mẫu thử theo phương pháp quy định trong TCVN 6090-1 (ISO 289-1) và xác định độ nhớt Mooney theo TCVN 6090-1 (ISO 289-1).

Đối với cao su butadien (BR) và đối với cao su etylen-propylen-dien (EPDM) có độ nhớt Mooney thấp ( $< 35$ ), nhiệt độ bề mặt trục cán phải là  $35 \text{ }^\circ\text{C} \pm 5 \text{ }^\circ\text{C}$ .

Đối với một vài loại cao su butadien- acrylonitrile (NBR), cần đặt khe hở tại  $1,0 \text{ mm} \pm 0,1 \text{ mm}$  và nhiệt độ bề mặt trục cán là  $50 \text{ }^\circ\text{C} \pm 5 \text{ }^\circ\text{C}$ .

Theo thỏa thuận giữa các bên liên quan, có thể sử dụng các điều kiện khác để tạo khối (ví dụ chiều rộng khe hở hoặc nhiệt độ). Các điều kiện này phải được báo cáo.

CHÚ THÍCH 1: Các trường hợp cần chuẩn bị mẫu bằng cách cán:

- cao su có độ xoắn và độ không đồng nhất cao;
- cao su có độ nhớt rất cao;
- cao su có cốt trong chế biến;
- hỗn hợp chủ than đen (carbon black).

CHÚ THÍCH 2: Khi cao su được chuẩn bị bằng phương pháp cán thì giá trị độ nhớt Mooney nhận được không giống như khi sử dụng phương pháp thường dùng trước đây và kết quả cho thấy có độ tái lập thấp.

### 7.3.3 Đặc tính lưu hóa

Cắt một mẫu thử (hoặc lựa chọn theo trạng thái tự nhiên, nếu cao su ở dạng mảnh hoặc bột) từ mẫu phòng thí nghiệm và xác định đặc tính lưu hóa theo quy trình đánh giá thích hợp với cao su được thử nghiệm.

Nếu thực hiện theo quy trình nêu tại 6.2 thì lấy đủ vật liệu từ mỗi mẫu phòng thí nghiệm để tạo thành một mẫu phòng thí nghiệm liên hợp có kích cỡ đúng. Thực hiện các thao tác trộn lẫn trước quy trình luyện quy định trong quy trình đánh giá khả năng ứng dụng cao su.

## 8 Báo cáo lấy mẫu

Báo cáo lấy mẫu phải bao gồm ít nhất các thông tin sau:

- a) Các chi tiết cần thiết để nhận biết đầy đủ về mẫu, ví dụ dấu hiệu nhận biết lô hàng;
  - b) Loại và hạng cao su;
  - c) Số lượng bành hoặc gói tạo thành lô, và loại bành hoặc gói;
  - d) Số lượng bành hoặc gói tạo thành mẫu;
  - e) Các sai khác so với quy định của tiêu chuẩn này;
  - f) Ngày lấy mẫu.
-