



TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

**TCVN 6317 : 2007**

**ISO 706 : 2004**

Xuất bản lần 3

**LATEX CAO SU –  
XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG CHẤT ĐÔNG KẾT  
(CHẤT CÒN LẠI TRÊN RÂY)**

*Rubber latex – Determination of coagulum content (sieve residue)*

HÀ NỘI – 2007

## **Lời nói đầu**

**TCVN 6317 : 2007** thay thế TCVN 6317 : 1997.

**TCVN 6317 : 2007** hoàn toàn tương đương với ISO 706 : 2004.

**TCVN 6317 : 2007** do Ban kỹ thuật tiêu chuẩn TCVN/TC45 *Cao su thiên nhiên* và Viện nghiên cứu cao su Việt Nam 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 hàm lượng chất đông kết (chất còn lại trên rây)

*Rubber latex – Determination of coagulum content (sieve residue)*

**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 khỏe phù hợp với các qui định pháp lý hiện hành.

### 1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này qui định phương pháp xác định hàm lượng chất đông kết (chất giữ lại trên rây) của latex cao su thiên nhiên cô đặc và phần lớn latex cao su tổng hợp. Tiêu chuẩn này không phù hợp cho latex XSBR dùng tráng trên mặt giấy (Xem 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 (nếu có).

TCVN 5598 : 2007 (ISO 123 : 2001) Latex cao su – Lấy mẫu.

ISO 3310-1 : 2000 Test sieves – Technical requirements and testing – Part 1: Test sieves of metal wire cloth (Rây thử nghiệm – Yêu cầu kỹ thuật và phương pháp thử – Phần 1: Rây thử nghiệm bằng sợi kim loại).

ISO 4576 Plastics – Polymer dispersions – Determination of sieve residue (gross particle and coagulum content) [Chất dẻo – Polime phân tán – Xác định chất còn lại trên rây (hạt lớn và lượng chất đông kết)].

### 3 Thuật ngữ và định nghĩa

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

#### 3.1

**Mẫu phòng thử nghiệm** (laboratory sample)

Lượng latex đại diện cho lô hàng dùng để kiểm tra và thử nghiệm của phòng thử nghiệm.

#### 3.2

**Hàm lượng chất đông kết** (coagulum content)

**Chất còn lại trên rây** (sieve residue)

Vật liệu, bao gồm các tạp chất và cao su đông kết được giữ lại trên rây thử nghiệm bằng không gì có kích thước lỗ trung bình rộng  $180 \mu\text{m} \pm 10 \mu\text{m}$  phù hợp với ISO 3310-1 : 2000, điều kiện thử nghiệm.

**CHÚ THÍCH** Trong phạm vi kiểm tra xuất hàng, giao nhận .vv..hàm lượng chất đông kết thường dùng đồng kết. Miếng màng latex, miếng latex đồng lớn không nằm trong mẫu của phòng thí nghiệm và được ra trong lần lọc đầu tiên.

### 4 Nguyên tắc

Phần mẫu phòng thử nghiệm được lấy ra từ khối vật liệu được lọc qua lưới lọc thô và trộn vào ổn định bề mặt và lọc qua lưới lọc có kích thước xác định. Hàm lượng chất đông kết được xác định bằng cách sấy khô các chất cặn sau khi rửa sạch latex.

### 5 Thuốc thử

Trong suốt quá trình phân tích, chỉ sử dụng loại hóa chất tinh khiết phân tích và chỉ dùng nước hay nước có độ tinh khiết tương đương.

**5.1 Chất hoạt động bề mặt anion**, gồm dung dịch kali oleat hay amoni laurat chứa 50 hoạt động bề mặt/lít dung dịch (dùng cho các loại latex cao su thiên nhiên).

**5.2 Chất hoạt động bề mặt không ion**, gồm dung dịch nước hòa tan etoxylat alkylphenol 50 g chất hoạt động bề mặt/lít dung dịch và có pH =  $7,0 \pm 0,5$  (dùng cho các loại latex tổng hợp).

**5.3 Giấy chỉ thị.**

## 6 Thiết bị, dụng cụ

Thiết bị, dụng cụ thông thường trong phòng thử nghiệm và

6.1 Rây lọc, rây lọc có kích thước lỗ danh nghĩa  $710 \mu\text{m} \pm 25 \mu\text{m}$ , làm bằng sợi thép không gỉ hoặc sợi tổng hợp, bền với latex.

6.2 Rây lọc thử nghiệm, gồm có một đĩa lưới bằng thép không gỉ (vật liệu phù hợp), có kích thước lỗ danh nghĩa  $180 \mu\text{m} \pm 10 \mu\text{m}$  phù hợp với ISO 3310-1. Sợi tổng hợp cũng sử dụng được.

Nếu yêu cầu rửa rây lọc (sử dụng lại), ngâm rây trong axit nitric lạnh 5 % (thể tích) và đun sôi trong 30 phút. Rửa sạch bằng nước và sấy khô đến khối lượng không đổi.

**CẢNH BÁO** - Điều này không áp dụng đối với rây làm từ vải sợi tổng hợp.

6.3 Hai vòng thép không gỉ, có đường kính trong bằng nhau giữa 25 mm và 50 mm.

6.4 Cốc có mỏ, nắp đậy, dung tích 600 ml.

6.5 Tủ sấy, có thể duy trì ở  $100 \text{ }^\circ\text{C} \pm 5 \text{ }^\circ\text{C}$  (xem chú thích ở 8.6).

6.6 Bình hút ẩm.

6.7 Cân, cân phân tích có thể cân chính xác đến 1 mg hoặc tốt hơn và một cân có thể cân chính xác đến 1 g.

## 7 Lấy mẫu

Tiến hành lấy mẫu theo một trong các phương pháp qui định trong TCVN 5598 : 2007.

Mẫu phòng thử nghiệm không chứa bất kỳ mảnh mẫu có lớp vàng latex khô hoặc bất kỳ miếng cao su đông kết nào.

## 8 Cách tiến hành

8.1 Thực hiện phép thử hai lần như sau.

8.2 Khuấy kỹ mẫu phòng thử nghiệm để đảm bảo cho mẫu được đồng đều.

8.3 Lọc một lượng mẫu phòng thử nghiệm phù hợp qua rây lọc  $710 \mu\text{m}$  (6.1) vào cốc thủy tinh sạch

8.4. Đậy cốc thủy tinh để bảo đảm bề mặt latex không bị khô.

8.4 Sấy khô rây thử nghiệm (6.2) đến khối lượng không đổi trong tủ sấy (6.5) ở nhiệt độ  $100 \text{ }^\circ\text{C} \pm 5 \text{ }^\circ\text{C}$  (xem chú thích ở 8.6) và ghi lại khối lượng chính xác đến 1 mg ( $m_1$ ). Kẹp chặt rây thử giữa hai vòng thép không gỉ (6.3).

Cân 200 g ± 1 g ( $m_0$ ) mẫu phòng thử nghiệm đã lọc chuẩn bị theo 8.3 cho vào trong cốc (6.4). Với latex vừa thêm 200 ml dung dịch chất hoạt động bề mặt anion (5.1) trong trường hợp latex cao su thiên nhiên cô đặc hoặc 200 ml dung dịch chất hoạt động bề mặt không ion (5.2) trong trường hợp latex cao su tổng hợp.

Làm ướt rây thử nghiệm (6.2) bằng dung dịch chất hoạt động bề mặt sử dụng (5.1 hoặc 5.2), sau rót hỗn hợp latex/chất hoạt động bề mặt qua rây. Ngay sau đó rửa cốc thủy tinh với một lượng dung dịch chất hoạt động bề mặt, rót nước rửa qua lưới lọc. Tiếp tục rửa chất cặn trên lưới lọc lượng nhỏ dung dịch chất hoạt động bề mặt cho đến khi nước rửa trong và không còn latex.

Với latex cao su thiên nhiên, tiếp tục rửa chất cặn bằng nước cho đến khi nước rửa trung tính với giấy chỉ thị (5.3).

Với latex cao su tổng hợp, rửa chất cặn bằng khoảng 200 ml nước.

**8.5** Cẩn thận tháo rây lọc chứa cao su đông kết ra khỏi kẹp và đặt lên tờ giấy lọc.

**8.6** Sấy rây lọc và cao su đông kết khoảng 30 phút trong tủ sấy ở nhiệt độ 100 °C ± 5 (xem chú thích), chuyển sang bình hút ẩm (6.6) và để nguội. Cân chính xác đến 1 mg. Sấy trong tủ sấy ở nhiệt độ 100 °C ± 5 °C (xem chú thích) trong thời gian hơn 15 phút, để nguội bình hút ẩm và cân lại như trước. Lặp lại thao tác sấy thời gian khoảng 15 phút cho tới khối lượng mất đi giữa hai lần cân liên tiếp nhỏ hơn 1 mg. Ghi lại khối lượng của rây và cao su đông kết đã sấy khô ( $m_2$ ).

CHÚ THÍCH Các nhiệt độ sấy khác cũng được áp dụng nếu phù hợp (xem ISO 4576).

## 9 Biểu thị kết quả

Hàm lượng cao su đông kết, tính bằng phần trăm khối lượng latex, theo công thức:

$$\% \text{ hàm lượng chất đông kết} = \frac{m_2 - m_1}{m_0} \times 100$$

trong đó

$m_0$  là khối lượng của phần mẫu thử, tính bằng gam.

$m_1$  là khối lượng của rây, tính bằng gam.

$m_2$  là khối lượng của rây lọc và cao su khô, tính bằng gam.

Báo cáo giá trị trung bình của hai lần thử. Nếu kết quả của từng mẫu thử riêng lẻ khác với trung bình hơn 0,001 đơn vị, tiến hành xác định lại.

## 10 Độ chụm

10.1 Độ chụm của phương pháp này được xác định theo ISO/TR 9272. Tham khảo tài liệu này về thuật ngữ và chú thích các khái niệm thống kê.

10.2 Các số liệu độ chụm được cho trong Bảng 1. Các thông số độ chụm sẽ không 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 đặc trưng và các thử nghiệm đặc biệt ghi lại trong phương pháp thử nghiệm này. Độ chụm được biểu thị trên cơ sở 95 % độ tin cậy cho các giá trị được thiết lập với độ lặp lại  $r$  và độ tái lập  $R$ .

10.3 Các kết quả trong Bảng 1 là các giá trị trung bình và đưa ra đánh giá độ chụm của phương pháp thử này như đã xác định trong chương trình thử nghiệm liên phòng thực hiện từ năm 2001 và mười ba phòng thí nghiệm đã thực hiện 3 lần phân tích trên 2 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 lít và được dán nhãn A và B, nó được lọc và làm đồng đều bằng cách trộn và 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 thí nghiệm tham gia được yêu cầu thử nghiệm trên 2 mẫu này vào ngày được ghi cho các phòng tham gia chương trình thử nghiệm liên phòng.

10.4 Độ chụm loại 1 được xác định, căn cứ vào phương pháp lấy mẫu dùng cho mẫu latex trong chương trình thử nghiệm liên phòng.

10.5 Độ lặp lại: độ lặp lại  $r$  (theo đơn vị đo) của phương pháp thử nghiệm này được thiết lập như giá trị phù hợp được liệt kê trong Bảng 1. Hai kết quả thử nghiệm đơn, nhận được từ cùng một phòng thí nghiệm, dưới các điều kiện thử nghiệm thông thường, sự khác nhau như vậy nhiều hơn giá trị được liệt kê của  $r$  (đối với bất kỳ mức đã cho) được coi như sự khác nhau của mẫu đại diện không đồng nhất).

10.6 Độ tái lập: độ tái lập  $R$  (theo đơn vị đo) của phương pháp thử nghiệm này được thiết lập như là giá trị phù hợp được liệt kê trong Bảng 1. Hai kết quả thử nghiệm đơn, nhận được từ hai phòng là giá trị phù hợp được liệt kê trong Bảng 1. Hai kết quả thử nghiệm đơn, nhận được từ hai phòng thí nghiệm khác nhau, dưới các điều kiện thử nghiệm thông thường, sự khác nhau như vậy nhiều hơn giá trị được liệt kê của  $R$  (đối với bất kỳ mức đã cho) được coi như sự khác nhau của mẫu đại diện (không đồng nhất).

0.7 Độ chệch : Trong thuật ngữ phương pháp thử nghiệm, độ chệch là sự khác biệt giữa giá trị thử nghiệm trung bình và giá trị tính chất thử nghiệm tham chiếu (hay giá trị thực).

Các giá trị tham chiếu không tồn tại đối với phương pháp thử nghiệm này vì giá trị (đặc thử nghiệm) bị loại bỏ được xác định do phương pháp thử nghiệm. Do đó, độ chệch không xác định cho phương pháp thử nghiệm cá biệt này.

Bảng 1 -- Số liệu độ chụm

Kết quả trung bình	Trong phòng thử nghiệm		Giữa các phòng thử nghiệm	
	$s_r$	$r$	$s_R$	$R$
0,001	0,000 4	0,001	0,000 5	0,002

$r = 2,83 \times s_r$

trong đó

$r$  là độ lặp lại (đơn vị đo);

$s_r$  là độ lệch chuẩn trong phòng thử nghiệm.

và

$R = 2,83 \times s_R$

trong đó

$R$  là độ tái lập (đơn vị đo);

$s_R$  là độ lệch chuẩn giữa các phòng thử nghiệm.

## 11 Báo cáo thử nghiệm

Báo cáo thử nghiệm gồm các thông tin sau:

- viện dẫn tiêu chuẩn này;
- các chi tiết cần thiết để nhận biết của mẫu thử;
- kết quả trung bình của 2 lần thử;
- các đặc điểm bất thường ghi nhận trong quá trình thử;
- bất kỳ thao tác nào được thực hiện không qui định trong tiêu chuẩn này cũng như bất kỳ nào được xem như tùy ý.
- ngày thử nghiệm.



## Phụ lục A

(tham khảo)

### Khả năng áp dụng của TCVN 6317 : 2007

Phương pháp và các định nghĩa đã cho trong TCVN 6317 : 2007 là một phần không thể thiếu trong các định kỹ thuật đối với latex cao su thiên nhiên cô đặc (TCVN 6314 : 2007 và ISO 2017). Phương pháp và các cách xác định này cũng thích hợp sử dụng cho các loại latex tổng hợp, ví dụ, trong sản xuất chất tạo bột, cao su nhúng và chất kết dính. Tuy nhiên chất đông kết có kích cỡ đạt TCVN 6317 : 2007 sẽ không thể chấp nhận cho việc áp dụng tráng phủ tốc độ cao như trong công nghiệp giấy. Đối với mục đích này, điều cần thiết là latex phải đạt phép thử qua rây thử nghiệm với kích thước lỗ trung bình  $44 \mu\text{m} \pm 3 \mu\text{m}$  phù hợp với ISO 3310-1 : 2000. Hiện tại, yêu cầu kỹ thuật đối với các loại latex như vậy thực hiện theo thoả thuận giữa các bên liên quan. Trong tương lai sẽ có một tiêu chuẩn thích hợp được xây dựng.

**Thư mục tài liệu tham khảo**

- [1] TCVN 6314 : 2007 (ISO 2004 : 1997) Latex cao su thiên nhiên cô đặc – Các loại ly t  
kem hoá được bảo quản bằng amoniac – Yêu cầu kỹ thuật.
- [2] ISO 2027 Natural rubber latex concentrate, evaporated, preserved – Specificatio  
cao su thiên nhiên cô đặc, bay hơi, bảo quản – Quy định kỹ thuật).
-