

TCVN

TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

TCVN 4858 : 2007

ISO 126 : 2005

Xuất bản lần 3

**LATEX CAO SU THIÊN NHIÊN CÔ ĐẶC –
XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG CAO SU KHÔ**

Natural rubber latex concentrate - Determination of dry rubber content

HA NỘI - 2007

Lời nói đầu

TCVN 4858 : 2007 thay thế TCVN 4858 : 1997.

TCVN 4858 : 2007 hoàn toàn tương đương với ISO 126 : 2005.

TCVN 4858 : 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 thiên nhiên cô đặc – Xác định hàm lượng cao su khô

Natural rubber latex concentrate – Determination of dry rubber content

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 quy định pháp lý hiện hành.

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp xác định hàm lượng cao su khô của latex cao su thiên nhiên cô đặc.

Phương pháp này không thích hợp cho các loại latex bảo quản với kali hydroxit, latex có nguồn gốc thiên nhiên khác với *Hevea brasiliensis* hoặc latex đã phối liệu, latex đã lưu hóa hoặc cao su phản tán nhân tạo và cũng không áp dụng đối với latex cao su tổng hợp.

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.

TCVN 6315 : 2007 (ISO 124 : 1997) Latex cao su – Xác định tổng hàm lượng chất rắn.

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 phương pháp thử tiêu chuẩn).

3 Thuật ngữ và định nghĩa

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

3.1

Latex cao su thiên nhiên cô đặc (natural rubber latex concentrate)

Latex cao su thiên nhiên có chứa amoniac và/hoặc các chất bảo quản khác và được chế biến bằng phương pháp cô đặc.

4 Nguyên tắc

Mẫu thử latex cô đặc được pha loãng đến 20 % (theo khối lượng) tổng hàm lượng chất rắn và axit hoà bằng axit axetic. Sau đó cao su đông được tạo thành tờ và sấy khô ở $70^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$.

5 Thuốc thử

Trong quá trình phân tích, chỉ sử dụng các thuốc thử loại tinh khiết phân tích và nước cất hoặc loại nước có độ tinh khiết tương đương.

5.1 Axit axetic, dung dịch 20 g/dm³, dùng cho latex cô đặc được bảo quản bằng amoniac.

5.2 Axit axetic, dung dịch 50g/dm³ trong propan-2-ol, chuẩn bị bằng cách cho 50 g axit axetic băng (glacial) vào 500 ml propan-2-ol và sau đó pha loãng bằng nước đến 1 lít. Sử dụng cho latex cô đặc được bảo quản bằng kali hydroxit.

5.3 Etanol, 95 % (theo thể tích).

6 Thiết bị, dụng cụ

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

6.1 Đĩa, tốt nhất đĩa thủy tinh hoặc sứ, có đường kính khoảng 100 mm và sâu 50 mm.

CHÚ THÍCH 1 Đĩa nhôm không thích hợp cho loại latex cô đặc chứa kali hydroxit.

6.3 Cân, chính xác đến 1 mg.

6.3 Tủ sấy tuần hoàn không khí, có khả năng duy trì nhiệt độ ở $70^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$.

7 Lấy mẫu

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

8 Cách tiến hành

8.1 Nếu chưa biết tổng hàm lượng chất rắn thì xác định nó theo TCVN 6315 : 2007.

8.2 Tiến hành hai lần thử.

8.3 Lấy mẫu từ bình chứa tam giác có nút đậy, cân $10 \text{ g} \pm 1 \text{ g}$ mẫu (chính xác đến 1 mg) vào đĩa (6.1). Rót thêm nước vào đáy đĩa để giảm tổng hàm lượng chất rắn của mẫu thử xuống đến $(20 \pm 1) \%$ (khối lượng). Xoay đều đĩa trên mặt phẳng để làm đồng đều mẫu thử. Tiếp tục theo 8.4 hoặc 8.5 tương ứng, tùy thuộc latex cô đặc bảo quản bằng amoniac hoặc kali hydroxit.

8.4 Trong trường hợp latex cô đặc được bảo quản với amoniac, thêm vào $35 \text{ ml} \pm 5 \text{ ml}$ dung dịch axit axetic 20 g/dm^3 (5.1) trong thời gian 5 phút bằng cách rót từ từ axit xuống thành bên trong đồng thời xoay nhẹ đĩa.

Ấn nhẹ tờ cao su đồng dưới bề mặt axit. Đậy bằng mặt kính đồng hồ và gia nhiệt trên bếp cách thủy khoảng 15 phút đến 30 phút. Nếu dung dịch còn đục màu sữa, thêm 5 ml etanol 95 % (theo thể tích) (5.3). Tiếp tục như mô tả trong 8.6.

8.5 Trường hợp latex cô đặc được bảo quản với kali hydroxit, thêm $25 \text{ ml} \pm 5 \text{ ml}$ dung dịch axit axetic 50 g/dm^3 (5.2). Trộn đều latex đã axit hoá bằng đũa thủy tinh và rửa sạch bằng lượng nhỏ nước cất cả latex dính vào đũa được cho vào đĩa.

Ấn nhẹ tờ cao su đồng dưới bề mặt axit. Đậy đĩa bằng mặt kính đồng hồ và gia nhiệt trên bếp cách thủy khoảng 15 phút đến 30 phút.

8.6 Khi dung dịch đã trong lại, gom các mảnh cao su đồng nhỏ vào miếng đồng chính. Rửa cao su đồng trong nước nhiều lần cho đến khi nước không còn axit khi thử bằng giấy quỳ.

Ép cao su đồng để nước thoát ra và tạo thành tờ đồng đều dày không quá 2 mm. Một cách thích hợp khác để cao su đồng trên một đĩa thủy tinh và dùng nút thủy tinh có đường kính khoảng 45 mm hoặc một ống cuộn ảnh nhỏ ép miếng cao su đồng theo vòng chu vi từ ngoài vào trong.

Rửa kỹ tờ cao su dưới vòi nước ít nhất 5 phút nếu latex cô đặc được bảo quản với amoniac hoặc ít nhất là hai giờ nếu bảo quản với kali hydroxit. Để tờ cao su ráo nước ít nhất 5 phút trước khi đưa vào tủ sấy (6.3).

8.7 Sấy tờ cao su ở nhiệt độ $70 \text{ }^\circ\text{C} \pm 5 \text{ }^\circ\text{C}$ cho tới khi hết màu trắng¹⁾. Nếu tờ cao su được sấy trên miếng kính đồng hồ, cần thận trọng tờ cao su hai đến ba lần trong vài giờ sấy đầu tiên. Làm nguội trong bình hút ẩm 30 phút rồi cân. Lặp lại các thao tác sấy, làm nguội, cân cho đến khi khối lượng mất đi ít hơn 1 mg sau khi sấy 30 phút.

Nếu tờ cao su bị dính và bị nghi oxi hóa ở $70 \text{ }^\circ\text{C}$ thì giảm nhiệt độ sấy thấp hơn, ví dụ như $55 \text{ }^\circ\text{C}$.

¹⁾ Theo kinh nghiệm ở Việt Nam, thời gian sấy khoảng 16 giờ ở nhiệt độ $70 \text{ }^\circ\text{C} \pm 5 \text{ }^\circ\text{C}$ thì tờ cao su hết màu trắng.

9 Biểu thị kết quả

9.1 Hàm lượng cao su khô (DRC) của latex cô đặc được tính bằng phần trăm theo khối lượng với hai số thập phân theo công thức:

$$\text{DRC} = \frac{m_1}{m_0} \times 100$$

trong đó

m_0 là khối lượng của phần mẫu thử, tính bằng g;

m_1 là khối lượng của tờ cao su khô, tính bằng g.

9.2 Mỗi kết quả của hai lần thử so với giá trị trung bình không được lớn hơn 0,1 % (khối lượng). Nếu không đúng cần lập lại phép thử. Báo cáo trị số trung bình.

10 Độ chụm

10.1 Độ chụm của phương pháp này được xác định theo ISO/TR 9272. Tham khảo ISO/TR 9272 về các thuật ngữ và giải thích các khái niệm thống kê. Kết quả độ chụm được cho trong Bảng 1. Các thông số sẽ không được sử dụng 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 mô tả trên cơ sở 95 % độ tin cậy cho giá trị được thiết lập với độ lặp lại r và độ tái lập R .

10.2 Các kết quả trong Bảng 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. Mười ba 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 lít và được dán nhãn A và B, nó được lọc, làm đông 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 thử 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 (ITP).

10.3 Độ chụm loại 1 được xác định (mẫu thử nghiệm dùng cho chương trình thử nghiệm liên phòng được phân phối trong tình trạng chuẩn bị, sẵn sàng để thử nghiệm).

10.4 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 được liệt kê trong Bảng 1. Hai kết quả thử nghiệm đơn, nhận được từ cùng phòng thử nghiệm theo các quy trình phương pháp thử 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).

10.5 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 được liệt kê trong Bảng 1. Hai kết quả thử nghiệm đơn, nhận được từ các phòng thử nghiệm khác nhau theo các quy trình phương pháp thử 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 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 (tính chất thử nghiệm) bị loại bỏ được xác định bởi phương pháp thử. Do đó, độ chệch không thể xác định được cho phương pháp thử đặc biệt này.

Bảng 1 – Đánh giá độ chụm cho phương pháp thử DRC

Kết quả trung bình	Trong phòng thử nghiệm		Giữa các phòng thử nghiệm	
	s_r	r	s_R	R
60,26	0,029	0,06	0,046	0,13

$r = 2,83 \times s_r$
 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.

11 Báo cáo thử nghiệm

Báo cáo thử nghiệm gồm các chi tiết sau:

- viện dẫn tiêu chuẩn này;
- tất cả các chi tiết để nhận biết về mẫu thử;
- giá trị trung bình của hàm lượng cao su khô (DRC) của latex cô đặc, chính xác đến 0,01 % (khối lượng);
- nhiệt độ sấy, nếu khác $70\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$;
- các đặc điểm bất thường ghi nhận trong quá trình thử;
- các chi tiết của bất kỳ thao tác nào không qui định trong tiêu chuẩn này hay bất kỳ trong tiêu chuẩn quốc tế nào được tham khảo cũng như chi tiết bất kỳ xem như tùy ý;