

**TCVN**

**TIÊU CHUẨN QUỐC GIA**

**TCVN 4857 : 2007**

**ISO 125 : 2003**

Xuất bản lần 3

**LATEX CAO SU THIÊN NHIÊN CÔ ĐẶC –  
XÁC ĐỊNH ĐỘ KIỀM**

*Natural rubber latex concentrate – Determination of alkalinity*

HÀ NỘI – 2007

## Lời nói đầu

TCVN 4857 : 2007 thay thế TCVN 4857 : 1997.

TCVN 4857 : 2007 hoàn toàn tương đương với ISO 125 : 2003.

TCVN 4857 : 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 độ kiềm

*Natural rubber latex concentrate – Determination of alkalinity*

**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 độ kiềm của latex cao su thiên nhiên cô đặc.

Phương pháp này không thích hợp cho các loại latex có nguồn gốc thiên nhiên khác với *Hevea brasiliensis* hoặc các loại latex cao su tổng hợp, latex đã phối liệu, latex đã lưu hóa hoặc cao su phân tán nhân tạo.

**CHÚ THÍCH** Phương pháp xác định độ kiềm của latex polycloropren được quy định trong ISO 13773 *Cao su – Latex polycloropren – Xác định độ kiềm*.

### 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 4860 : 2007 (ISO 976 : 1996) Cao su và chất dẻo – Polime phân tán và các loại latex cao su – Xác định pH.

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

ISO/TR 9272 :1986 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 Nguyên tắc

Phần mẫu thử latex có đặc được chuẩn độ bằng axit đến pH 6 với sự có mặt của chất ổn định để tránh sự đông tụ bằng phương pháp chuẩn độ điện thế hoặc chất chỉ thị màu metyl đỏ. Độ kiềm được tính từ lượng axit đã sử dụng.

### 4 Thuốc thử

Nước cất hoặc nước có độ tinh khiết tương đương được sử dụng khi cần thiết.

**4.1 Dung dịch ổn định**, dung dịch 5 % (theo khối lượng) của chất ổn định không ion loại ngưng tụ alkyl phenol polyetylen oxit. Trước khi sử dụng, pH của dung dịch phải được điều chỉnh đến trị số  $6,0 \pm 0,05$ .

Các loại thuốc thử sau đây phải có chất lượng tinh khiết phân tích.

**4.2 Axit sulfuric**,  $c(\text{H}_2\text{SO}_4) = 0,05 \text{ mol/dm}^3$ , hoặc **axit clohydric**,  $c(\text{HCl}) = 0,1 \text{ mol/dm}^3$ , dung dịch chuẩn độ tiêu chuẩn.

**4.3 Metyl đỏ**, dung dịch 0,1 % trong etanol có độ tinh khiết không nhỏ hơn 95 % (theo thể tích).

### 5 Thiết bị, dụng cụ

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

**5.1 Máy khuấy điện**, động cơ có dây tiếp đất và cánh khuấy phi kim loại, hoặc **máy khuấy từ**.

**5.2 Thiết bị đo pH**, có điện cực phù hợp dùng trong dung dịch có pH trên 12, như đã qui định trong TCVN 4860 : 2007, chính xác đến 0,02 đơn vị pH.

**5.3 Cân**, chính xác đến 0,01 g.

### 6 Lấy mẫu

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

## 7 Cách tiến hành

Thực hiện phép xác định hai lần.

Hiệu chuẩn thiết bị đo pH theo TCVN 4860 : 2007.

Lấy khoảng 200 ml nước vào trong một cốc thủy tinh dung tích 400 ml, trong khi khuấy thêm vào 10 ml dung dịch ổn định (4.1). Cho 5 g đến 10 g latex cô đặc, cân chính xác đến 10 mg, vào trong lọ cân và khuấy đều. Bảo đảm latex được cho vào không bị chảy xuống thành cốc thủy tinh (có thể dẫn đến thất thoát amoniac) hoặc xuống thành lọ cân.

Lắp điện cực của thiết bị đo pH và khuấy liên tục, dùng buret thêm dung dịch axit sulfuric hoặc axit clohydric (4.2) cho đến khi pH giảm tới trị số  $6,0 \pm 0,05$ . Khi gần đến điểm cuối thêm từng giọt axit.

Nếu không dùng phương pháp chuẩn độ điện thế thì dùng metyl đỏ (4.3) làm chất chỉ thị màu, ghi lại điểm cuối khi màu đổi sang hồng.

## 8 Biểu thị kết quả

**8.1** Tùy thuộc vào latex cô đặc được bảo quản bằng amoniac hay kali hydroxit, tính toán độ kiểm tương ứng theo qui định trong 8.2 hoặc 8.3.

**8.2** Nếu latex cô đặc được bảo quản bằng amoniac, độ kiểm được tính bằng % (theo khối lượng) amoniac ( $\text{NH}_3$ ) trong latex cô đặc, theo công thức:

$$\text{Độ kiểm (theo NH}_3\text{)} = \frac{F_1 c V}{m}$$

trong đó

$F_1$  là hệ số: 1,7 đối với axit clohydric hoặc 3,4 đối với axit sulfuric;

$c$  là nồng độ thực của axit clohydric hoặc sulfuric đã sử dụng, tính bằng mol/dm<sup>3</sup>;

$V$  là thể tích axit sử dụng, tính bằng ml;

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

Báo cáo kết quả là giá trị trung bình của hai lần thử. Nếu các kết quả riêng lẻ sai lệch lớn hơn 0,01 đơn vị so với giá trị trung bình khi độ kiểm thực tế lớn hơn 0,5 đơn vị, hoặc sai lệch lớn hơn 0,005 đơn vị so với giá trị trung bình khi độ kiểm thực tế không lớn hơn 0,5 đơn vị, lặp lại phép xác định.

**8.3** Nếu latex cô đặc được bảo quản bằng kali hydroxit, độ kiểm được tính bằng % kali hydroxit (theo khối lượng) trong latex cô đặc, theo công thức:

$$\text{Độ kiềm (theo KOH)} = \frac{F_1 c V}{m}$$

trong đó

$F_1$  là hệ số: 5,61 đối với axit clohydric hoặc 11,22 đối với axit sulfuric;

$c$ ,  $V$  và  $m$ : giống như 8.2.

Báo cáo kết quả là giá trị trung bình của hai lần thử. Nếu các kết quả riêng lẻ sai lệch lớn hơn 0,015 đơn vị so với giá trị trung bình, lặp lại phép xác định.

## 9 Độ chụm

**9.1** Độ chụm của phương pháp này được xác định theo ISO/TR 9272. Tham khảo ISO/TR 9272 về thuật ngữ và các chi tiết thống kê khác.

**9.2** Dữ liệu độ chụm cho trong Bảng 1. Các thông số độ chụm sẽ không được 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 biệt và phép thử cụ thể ghi lại trong phương pháp thử này. Độ chụm được tính trên cơ sở 95 % độ tin cậy cho các giá trị được thiết lập đối với độ lặp lại  $r$  và độ tái lập  $R$ .

**9.3** 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 và 13 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 và làm đồng đều bằng cách 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).

**9.4** Độ chụm loại 1 được xác định theo phương pháp lấy mẫu các mẫu latex sử dụng cho chương trình thử nghiệm liên phòng.

**9.5 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).

**9.6 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).

**9.7 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 – Số liệu độ chụm**

Kết quả trung bình	Trong phòng thử nghiệm		Giữa các phòng thử nghiệm	
	$s_r$	$r$	$s_R$	$R$
0,64	0,007	0,02	0,013	0,04
$r = 2,83 \times s_r$ 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.				

## 10 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 các phép thử và đơn vị đo;
- các chi tiết của bất kỳ sự cố nào có thể ảnh hưởng đến kết quả;
- 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;
- ngày thử nghiệm;