

TCVN

TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

TCVN 6320 : 2007

ISO 2005 : 1992

WITH AMENDMENT 1 : 2006

Xuất bản lần 2

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

Rubber latex, natural, concentrate – Determination of sludge content

HÀ NỘI – 2007

Lời nói đầu

TCVN 6320 : 2007 thay thế TCVN 6320 : 1997.

TCVN 6320 : 2007 hoàn toàn tương đương với ISO 2005 : 1992 và Bản sửa đổi 1 : 2006.

TCVN 6320 : 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 cặn

Rubber latex, natural, concentrate – Determination of sludge content

1 Phạm vi áp dụng

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

Phương pháp này chỉ thích hợp với latex từ nguồn gốc *Hevea brasiliensis*, không thích hợp cho latex đã phối liệu hoặc latex đã lưu hóa.

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 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/IR 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 Nguyên tắc

Làm phân mẫu thử. Rửa nhiều lần phần cặn thu được bằng dung dịch cồn-amoniac. Sau đó khô cặn đến khối lượng không đổi.

4 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.

4.1 Amoniac và cồn, dung dịch có thành phần như sau:

- dung dịch amoniac, ρ 0,90 g/cm ³ \pm 0,02 g/cm ³	10 ml
- etanol, độ tinh khiết tối thiểu 95 % (thể tích)	340 ml
- nước	1 000 ml

5 Thiết bị, dụng cụ

Các thiết bị, dụng cụ thông thường phòng thử nghiệm và

5.1 Máy ly tâm, gia tốc trung bình khoảng 12 000 m/s² có hai ống ly tâm hình nón dung tích 50 ml.

5.2 Pipet, dung tích thích hợp, đường kính miệng hút khoảng 2 mm.

6 Lấy mẫu

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

7 Cách tiến hành

Tiến hành hai lần thử nghiệm, dùng hai ống ly tâm (5.1) để đối trọng nhau. Cân latex có đặc từ 40 g đến 45 g, chính xác đến 0,1 g và cho vào mỗi ống. Xử lý mỗi ống như sau:

Đậy miệng ống để ngăn ngừa sự tạo màng trong khi ly tâm và ly tâm khoảng 20 phút với gia tốc trung bình 12 000 m/s². Vét hết lớp kem và dùng pipet (5.2) lấy ra phần chất lỏng nổi cách bề mặt cặn khoảng 10 mm.

Cho dung dịch cồn amoniac vào đáy ống (4.1) ly tâm lại trong 25 phút, và dùng pipet lấy hết phần chất lỏng cách bề mặt cặn khoảng 10 mm. Lặp lại cách này cho đến khi chất lỏng ở phía trên trong sau khi ly tâm.

Dùng dung dịch cồn amoniac để gạn chất lỏng phía trên, gạn dung dịch trên đến vạch 10 mm và chuyển cặn tới một chén chịu nhiệt có dung tích khoảng 200 ml. Làm bay hơi cho đến cặn và sấy khô ở 70 °C \pm 2 °C trong khoảng 30 phút cho đến khi khối lượng bị mất nhỏ hơn 1 mg.

Biểu thị kết quả

hàm lượng cặn bằng phần trăm khối lượng theo công thức:

$$\frac{m_1}{m_0} \times 100$$

ng đó

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

là khối lượng của cặn đã sấy khô, tính bằng g.

hi lệch giữa hai kết quả không được vượt quá 0,002 % (khối lượng).

Độ chụm

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

Các chi tiết độ chụm trong công bố độ chụm này đưa ra đánh giá độ chụm của phương pháp nghiệm này với nguyên liệu dùng trong chương trình thử nghiệm liên phòng đặc biệt được tả sau đây. Các thông số độ chụm sẽ không được dùng để chấp nhận hay từ chối thử nghiệm bất kỳ nhóm nguyên liệu nào mà không được chứng minh bằng tài liệu rằng các thông số có áp dụng cho nhóm nguyên liệu đặc trưng và các thử nghiệm đặc biệt ghi lại trong phương pháp nghiệm này.

Các kết quả về độ chụm đã cho trong Bảng 1. Độ chụm được mô tả trên cơ sở 95 % độ đối với các giá trị được thiết lập cho độ lặp lại r và độ tái lập R .

Các kết quả trong Bảng 1 là các giá trị trung bình và đưa ra một đánh giá độ chụm của pháp thử này như đã xác định trong chương trình thử nghiệm liên phòng (ITP) từ năm 1. Mười ba phòng thí nghiệm đã thực hiện 3 lần phân tích trên 2 mẫu A và B, các mẫu này chuẩn bị từ latex có hàm lượng amoniac cao. Trước khi mẫu lớn được chia thành mẫu nhỏ vào chai 1 lít và được dán nhãn A và B, nó được lọc và làm đồng đều bằng cách trộn và kỹ. Do đó thực chất, mẫu A và B là giống nhau và được xử lý như vậy trong các tính toán kỹ. Mỗi phòng thí nghiệm tham gia được yêu cầu thử nghiệm trên 2 mẫu này vào ngày được cho các phòng tham gia chương trình thử nghiệm liên phòng (ITP).

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

9.6 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).

9.7 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).

9.8 Độ chệch – Trong thuật ngữ phương pháp thử, độ chệch là chênh lệch giữa giá trị 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 bỏ bỏ được xác định bởi phương pháp thử. Do đó, độ chệch không thể xác định được của phương pháp thử đặc biệt này.

Bảng 1 – Đánh giá độ chụm của phép xác định hàm lượng cặn

Kết quả trung bình % (khối lượng)	Trong phòng thử nghiệm		Giữa các phòng thử nghiệm	
	s_r	r	s_R	R
0,007	0,000 5	0,001	0,000 6	0,002

$r = 2,83 \times s_r$
 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 cần thiết để nhận biết mẫu thử;
- kết quả thử, đơn vị sử dụng;
- các đặc điểm ghi nhận trong quá trình thử;
- bất kỳ thao tác nào được thực hiện không được qui định trong tiêu chuẩn này cũng như thao tác nào được xem như tùy ý.