



TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

TCVN 6316 : 2007

ISO 35 : 2004

WITH AMENDMENT 1 : 2006

Xuất bản lần 3

**LATEX CAO SU THIÊN NHIÊN CÔ ĐẶC –
XÁC ĐỊNH ĐỘ ỔN ĐỊNH CƠ HỌC**

Natural rubber latex concentrate – Determination of mechanical stability

HÀ NỘI – 2007

Lời nói đầu

TCVN 6316 : 2007 thay thế TCVN 6316 : 1997.

TCVN 6316 : 2007 hoàn toàn tương đương với ISO 35 : 2004 và Bản sửa đổi 1 : 2006.

TCVN 6316 : 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 ổn định cơ học

Natural rubber latex concentrate – Determination of mechanical stability

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 ổn định cơ học của latex cao su thiên nhiên cô đặc. Tiêu chuẩn này cũng có thể áp dụng cho latex cao su thiên nhiên cô đặc tiến lưu hóa.

Phương pháp này không phù hợp cho các loại latex hoặc latex tiến lưu hoá được bảo quản bằng talc hydroxit, các loại latex có nguồn gốc thiên nhiên khác với *Hevea brasiliensis*, latex đã phối trộn hoặc cao su phân tán và nó cũng không áp dụng cho các loại 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 4857 : 2007 (ISO 125 : 2003) Latex cao su thiên nhiên cô đặc – Xác định độ kiểm.

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 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/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, ngoại trừ KOH, được chế biến bằng phương pháp cô đặc.

3.2

Độ ổn định cơ học (mechanical stability)

Thời gian, tính bằng giây, cần thiết để những hạt đông kết đầu tiên xuất hiện dưới điều kiện nghiệm xác định.

4 Nguyên tắc

Mẫu thử latex cô đặc được pha loãng đến 55 % khối lượng của tổng hàm lượng chất rắn và khuấy ở tốc độ cao. Ghi lại thời gian cần thiết khi nhìn thấy những hạt đông kết đầu tiên. Thời gian này được coi như số đo của độ ổn định cơ học.

5 Thuốc thử

Dung dịch amoniac (5.1 và 5.2) được pha chế từ amoni hydroxit có chất lượng tinh khiết phân được bảo quản trong các cốc có nắp đậy kín.

Nước cất không có cacbonat hoặc nước có độ tinh khiết tương đương được sử dụng để pha latex. Nước khử ion có thể được sử dụng để phát hiện điểm cuối.

5.1 Dung dịch amoniac chứa 1,6 % theo khối lượng amoniac (NH₃) để sử dụng với cô đặc có độ kiềm không nhỏ hơn 0,30 % (đối với latex cô đặc).

5.2 Dung dịch amoniac chứa 0,6 % theo khối lượng amoniac (NH₃) để sử dụng với cô đặc có độ kiềm nhỏ hơn 0,30 % (đối với latex cô đặc).

6 Thiết bị, dụng cụ

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

6.1 Thiết bị đo độ ổn định cơ học,¹⁾ bao gồm các bộ phận mô tả trong điều 6.1.1 đến 6.1.3.

6.1.1 Cốc chứa latex, đáy phẳng, hình trụ, có chiều cao tối thiểu 90 mm với đường kính bên trong $58 \text{ mm} \pm 1 \text{ mm}$ và chiều dày thành cốc khoảng 2,5 mm. Mặt trong của cốc phải nhẵn.

Cốc thủy tinh hoặc polimetyl metylacrylat đều phù hợp.

6.1.2 Thiết bị khuấy, bao gồm một trục bằng thép không gỉ thẳng đứng có chiều dài vừa đủ đến tận đáy cốc chứa latex (6.1.1) và có đầu nhọn với đường kính nhỏ 6,3 mm gắn một đĩa thép không gỉ, đồng tâm, nằm ngang, phẳng, có đường kính $20,83 \text{ mm} \pm 0,03 \text{ mm}$ và chiều dày $1,57 \text{ mm} \pm 0,05 \text{ mm}$. Thiết bị duy trì việc khuấy latex ở tốc độ quay $14\,000 \text{ vòng/min} \pm 200 \text{ vòng/min}$ trong suốt quá trình thử nghiệm, ở tốc độ này trục không được lệch tâm quá 0,25 mm.

6.1.3 Giá đỡ, cho cốc chứa latex (6.1.1). Giá đỡ phải được lắp chắc chắn và đảm bảo trục quay đồng tâm với cốc chứa latex; đáy của đĩa khuấy cách mặt đáy trong của bình chứa latex là $13 \text{ mm} \pm 1 \text{ mm}$ tính từ mặt trong của cốc chứa latex.

6.2 Đĩa Petri lớn, có đường kính không nhỏ hơn 150 mm và chiều sâu không nhỏ hơn 20 mm. Kích thước của đĩa Petri cho phép làm vài thử nghiệm trong cùng một đĩa.

6.3 Que có đầu nhọn: que bằng thủy tinh hoặc kim loại trơ như thép không gỉ. Kích thước chính xác không quan trọng vì chức năng của que là lấy ra những giọt latex nhỏ.

6.4 Phương tiện gia nhiệt

- Thiết bị điều nhiệt, có thể duy trì nhiệt độ $70 \text{ }^\circ\text{C} \pm 10 \text{ }^\circ\text{C}$

- hoặc ống thủy tinh, được uốn cong phù hợp để có thể đưa vào trong latex cô đặc gắn với một bộ cấp nước tuần hoàn ở nhiệt độ $70 \text{ }^\circ\text{C} \pm 10 \text{ }^\circ\text{C}$ qua ống.

6.5 Rây lọc bằng thép không gỉ, theo ISO 3310-1 : 2000 với kích thước mắt rây có đường kính trung bình $180 \text{ } \mu\text{m} \pm 7,6 \text{ } \mu\text{m}$.

7 Lấy mẫu

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

CHÚ THÍCH Thời gian và nhiệt độ bảo quản mẫu có thể gây sai lệch độ ổn định cơ học.

¹⁾ Những thiết bị thích hợp có bán sẵn trên thị trường, ví dụ từ Klaxon Signals Ltd., Honey Pot Lane, Stanmore, HA7 1BE, UK. Thông tin này được đưa ra để thuận lợi cho người sử dụng tiêu chuẩn này và không phải là giấy chứng nhận của ISO cho sản phẩm này.

8 Cách tiến hành

8.1 Qui định chung

Tiến hành thử nghiệm hai lần và trong vòng 24 giờ kể từ lần mở đầu tiên chai mẫu. Nếu chưa tổng hàm lượng chất rắn và độ kiểm của latex cô đặc, thì lần lượt xác định tương ứng TCVN 6315 : 2007 và TCVN 4857 : 2007.

CHÚ THÍCH Nếu nồng độ cacbon dioxit trong không khí trong vùng phụ cận máy đo (6.1) lớn bình thường (khoảng 0,03 % thể tích) thời gian ổn định cơ học của latex bị giảm. Ảnh hưởng này có thể rõ ràng ở nồng độ cacbon dioxit thấp 0,05 % (thể tích). Nồng độ cacbon dioxit cao trong không khí có thể dễ dàng thiết bị nào phát sinh cacbon dioxit như một vài loại bếp ga hoặc bếp dầu.

8.2 Pha loãng và khuấy

Pha loãng 100 g latex cô đặc trong một cốc thủy tinh đến tổng hàm lượng chất rắn là 55,5 0,2 % (khối lượng) với dung dịch ammoniac phù hợp (5.1) hay (5.2). Làm nóng ngay pha loãng bằng cách khuấy nhẹ ở nhiệt độ 35 °C đến 37 °C (cao hơn nhiệt độ thử nghiệm m bằng một trong những phương tiện gia nhiệt (6.4) ngay sau đó lọc latex đã pha loãng và lần qua rây lọc (6.5) và cân 80,0 g \pm 0,5 g latex đã được lọc và cho vào cốc chứa (6.1.1). Kiểm t nhiệt độ của latex là 35 °C \pm 1 °C. Đặt cốc vào giá đỡ (6.1.3) và khuấy latex, đảm bảo tốc độ của trục khuấy là 14 000 vòng/min \pm 200 vòng/min trong suốt quá trình thử nghiệm, cho đến kết thúc.

8.3 Xác định điểm kết thúc

Điểm kết thúc thử nghiệm được biểu hiện bằng giảm độ sâu của vùng xoáy nước xung quanh đi kèm theo sự giảm xáo động và thay đổi tiếng ồn của tác động khuấy.

Có 2 phương pháp dùng để xác định điểm kết thúc. Người vận hành chưa kinh nghiệm pi phương pháp xác định điểm kết thúc cho họ.

a) Phương pháp dùng lòng bàn tay

Xác định điểm kết thúc bằng cách lấy ra một giọt của mẫu bằng một đĩa thủy tinh sạch chu kỳ 15 giây và trải nhẹ mẫu trên lòng bàn tay. Lấy điểm kết thúc khi vừa chấm xuất hi hạt latex kết đông. Xác định điểm kết thúc nhờ sự có mặt các hạt latex kết đông gia tăng mẫu sau khi khuấy tiếp 15 giây.

b) Phương pháp phân tán trong nước

Lấy 1 đĩa thủy tinh loại lớn (6.2) và cho vào 100 ml đến 150 ml nước. Điểm kết thúc sẽ di quan sát nếu để đĩa Petri trên mặt phẳng có màu đen ví dụ như giấy màu đen. Dùng qu (6.3), lấy 1 giọt mẫu và ngay lập tức chạm nó vào nước. Nếu mẫu không xuất hiện đông kết phân tán trong vòng vài giây và có màu đục như sữa. Nếu việc kết tụ bắt đầu, giọt mẫu thử

đều trôi trên mặt nước mà không phân tán. Nếu nó bắt đầu phân tán, các hạt mù kết đông sẽ nhìn thấy bằng mắt thường.

9 Biểu thị kết quả

Biểu thị độ ổn định cơ học của latex cô đặc là thời gian tính bằng giây kể từ khi bắt đầu khuấy và lúc kết thúc.

Tính trung bình kết quả của hai lần thử. Nếu kết quả của hai lần thử sai lệch quá 5 % của giá trị trung bình, phải lặp lại thử nghiệm.

10 Độ chụm

10.1 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.

10.2 Các chi tiết độ chụm trong công bố độ chụm này đưa ra đánh giá độ chụm của phương pháp thử nghiệm này với nguyên liệu dùng trong chương trình thử nghiệm liên phòng đặc biệt được mô tả sau đây. Các thông số độ chụm sẽ không được dùng để chấp nhận hay từ chối thử nghiệm cho 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.

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

10.4 Các kết quả trong Bảng 1 là các giá trị trung bình và đưa ra một đánh giá độ chụm của phương pháp thử này như đã xác định trong chương trình thử nghiệm liên phòng (ITP) từ năm 2001. Mười ba phòng thí nghiệm đã thực hiện 3 lần sử dụng phương pháp phân tán trong nước để xác định điểm kết thúc (8.3 b) 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 (ITP).

10.5 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).

10.6 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 một thử nghiệm theo các quy trình phương pháp thử thông thường, sự khác nhau như vậy nhiều 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).

10.7 Độ tái lập – Độ tái lập R (theo đơn vị đo) của phương pháp thử này được thiết lập như 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).

10.8 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) loại bỏ được xác định bởi phương pháp thử. Do đó, độ chệch không thể xác định được phương pháp thử đặc biệt này.

Bảng 1 – Đánh giá độ chụm của phép xác định thời gian ổn định cơ học

Kết quả trung bình s	Trong phòng thử nghiệm		Giữa các phòng thử nghiệm	
	s_r	r	s_R	R
1 023	15	43	94	265

$r = 2,83 \times s_r$
 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 cần thiết để nhận biết mẫu thử;
- phương pháp dùng xác định điểm kết thúc (8.3 a) hoặc (8.3 b)
- thời gian ổn định cơ học của latex cô đặc được ghi lại chính xác đến 15 giây;
- 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 thao
tác nào được xem như tùy ý.
Ngày thử nghiệm.
