

TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

TCVN 6315 : 2007

ISO 124 : 1997

WITH AMENDMENT 1 : 2006

Xuất bản lần 2

LATEX, CAO SU – XÁC ĐỊNH TỔNG HÀM LƯỢNG CHẤT RẮN

Latex, rubber – Determination of total solids content

HÀ NỘI – 2007

Lời nói đầu

TCVN 6315 : 2007 thay thế TCVN 6315 ; 1997.

TCVN 6315 : 2007 hoàn toàn tương đương với ISO 124 : 1997
và Bản sửa đổi 1 : 2006.

TCVN 6315 : 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 tổng hàm lượng chất rắn

Latex rubber – Determination of total solids 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 qui định phương pháp xác định hàm lượng chất rắn của latex cao su thiên nhiên có đặc và latex cao su tổng hợp. Phương pháp này không thích hợp cho các loại latex có nguồn gốc thiên nhiên khác với *Hevea brasiliensis* hoặc latex đã phối liệu, latex đã lưu hóa hoặc cao su phân tán nhân tạo.

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/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 Nguyên tắc

Sấy phần mẫu thử đến khối lượng không đổi trong một tủ sấy dưới các điều kiện qui định ở áp suất khí quyển hoặc chân không. Tổng hàm lượng chất rắn được xác định bằng cách cân trước và sau khi sấy.

CHÚ THÍCH Phép xác định cận sau sấy trong một thời gian xác định theo ISO 1625 Chất dẻo – Polime phân tán – Xác định tạp chất không bay hơi (cận) ở nhiệt độ xác định.

4 Thiết bị, dụng cụ

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

4.1 Đĩa đáy phẳng, thành thấp, đường kính khoảng 60 mm.

4.2 Tủ sấy, có thể duy trì nhiệt độ ở $70\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ hoặc $105\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$.

4.3 Tủ sấy chân không, có thể duy trì nhiệt độ ở $125\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ tại áp suất dưới 20 kPa ¹⁾.

4.4 Cân phân tích, chính xác đến 0,1 mg.

5 Lấy mẫu

Tiến hành theo một trong các phương pháp được qui định trong TCVN 5589 : 2007.

6 Cách tiến hành

Đối với latex cao su thiên nhiên cô đặc tiến hành theo 6.1 và đối với latex cao su tổng tiến hành theo 6.1 hoặc 6.2. Tiến hành hai lần thử nghiệm.

6.1 Sấy ở áp suất khí quyển

Cân đĩa (4.1) chính xác đến 0,1 mg. Rót vào đĩa $2,0\text{ g} \pm 0,5\text{ g}$ latex và cân chính xác đến 0,1. Lắc nhẹ đĩa để latex bao phủ đáy đĩa. Nếu cần thiết rót vào đĩa khoảng 1 ml nước cất hoặc có độ tinh khiết tương đương và trộn đều với latex bằng cách lắc nhẹ.

Đặt đĩa nằm ngang vào trong tủ sấy (4.2) và sấy ở $70\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ trong 16 giờ hoặc $105\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ trong 2 giờ cho tới khi mẫu thử mất màu trắng. Lấy đĩa ra khỏi tủ sấy, để nguội trong bình hút đến nhiệt độ phòng. Lấy đĩa ra và cân. Cho đĩa lại vào tủ sấy khoảng 30 phút nếu nhiệt độ sấy $70\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ hoặc khoảng 15 phút nếu nhiệt độ sấy là $105\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$. Lấy ra và để nguội trong bình hút ẩm đến nhiệt độ phòng như trước và cân lại. Lặp lại quá trình sấy trên khoảng 30 phút 15 phút, cho đến khi khối lượng mất đi giữa hai lần cân liên tiếp nhỏ hơn 0,5 mg.

Sau khi sấy ở $105\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$ nếu mẫu thử trở nên quá dính, lặp lại cách thử trên ở nhiệt độ $70\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ hoặc theo 6.2.

CHÚ THÍCH Dính là biểu hiện của sự oxy hóa cao su khi để ngoài không khí ở nhiệt độ quá cao.

¹⁾ 1 kPa = 1 kN/m².

6.2 Sấy ở áp suất giảm

Cân đĩa (4.1) chính xác đến 0,1 mg. Rót vào đĩa 1,0 g ± 0,2 g latex và cân chính xác đến 0,1 mg. Thêm vào đĩa khoảng 1 ml nước cất hoặc nước có độ tinh khiết tương đương và trộn đều với latex bằng cách lắc nhẹ, bảo đảm latex phủ đều đáy đĩa.

Đặt đĩa nằm ngang trong tủ sấy chân không (4.3). Làm giảm áp suất từ từ để tránh tạo xốp và văng lớp bột, sấy ở nhiệt độ 125 °C ± 2 °C từ 45 phút đến 60 phút tại áp suất dưới 20 kPa. Mở tủ sấy từ từ, lấy đĩa trong lò và để nguội trong bình hút ẩm. Lấy đĩa ra và cân. Lặp lại quá trình sấy trên trong những khoảng thời gian 15 phút cho tới khi khối lượng mất đi giữa hai lần cân liên tiếp nhỏ hơn 0,5 mg.

7 Biểu thị kết quả

Tổng hàm lượng chất rắn (TSC) được tính bằng phần trăm khối lượng theo công thức :

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

trong đó

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

m_1 là khối lượng mẫu thử sau khi sấy, tính bằng gam.

Chênh lệch kết quả của hai lần thử lặp lại không lớn hơn 0,2 % (khối lượng).

CHÚ THÍCH Qua nhiều lần xác định, phương pháp chân không (6.2) có khuynh hướng cho trị số tới hạn thấp hơn nhưng không khác nhiều hơn 0,1 % (khối lượng).

8 Độ chụm

8.1 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.

8.2 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.

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

8.4 Các kết quả trong Bảng 1 là các giá trị trung bình và đưa ra một đánh giá độ chụm phương pháp thử này như đã xác định trong chương trình thử nghiệm liên phòng (ITP) - 2001. Mười ba phòng thử nghiệm đã thực hiện 3 lần phân tích trên 2 mẫu A và B. Các mẫu được chuẩn bị từ latex có hàm lượng amoniac cao. Trước khi mẫu lớn được chia thành mẫu 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 thí nghiệm thống kê. Mỗi phòng thử nghiệm tham gia được yêu cầu thử nghiệm trên 2 mẫu này vào ngày ghi cho các phòng tham gia chương trình thử nghiệm liên phòng (ITP).

8.5 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).

8.6 Độ lặp lại – Độ lặp lại r (theo đơn vị đo) của phương pháp thử này được thiết lập như là phù hợp được liệt kê trong Bảng 1. Hai kết quả thử nghiệm đơn, nhận được từ cùng một phòng thử nghiệm theo các quy trình phương pháp thử thông thường, sự khác nhau như vậy nhiệt độ 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).

8.7 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 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).

8.8 Độ chệch – Trong thuật ngữ phương pháp thử, độ chệch là chênh lệch giữa giá trị trung bình và giá trị chuẩn của linh 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 bằng phương pháp thử đặc biệt này.

Bảng 1 – Đánh giá độ chụm cho phương pháp xác định tổng hàm lượng chất rắn

Kết quả trung bình % (khối lượng)	Trong phòng thử nghiệm		Giữa các phòng thử nghiệm	
	s_r	r	s_R	R
61,68	0,04	0,11	0,08	0,23
$r = 2,83 \times s_r$ 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.				

9 Báo cáo thử nghiệm

Báo cáo thử nghiệm gồm các chi tiết sau:

- viện dẫn tiêu chuẩn này;
- chi tiết của phương pháp sấy và nhiệt độ sử dụng;
- tất cả các chi tiết cần thiết để nhận biết về mẫu thử;
- các kết quả thử và các đơn vị biểu thị;
- 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.