

TCVN

TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

TCVN 6321 : 1997

ISO 506 : 1992

**LATEX CAO SU THIÊN NHIÊN CÔ ĐẶC –
XÁC ĐỊNH TRỊ SỐ AXIT BÉO BAY HƠI**

*Rubber latex, natural, concentrate –
Determination of volatile fatty acid number*

HÀ NỘI – 2008

Lời nói đầu

TCVN 6321 : 1997 tương đương với ISO 506 : 1992.

TCVN 6321 :1997 do Ban kỹ thuật tiêu chuẩn TCVN/TC45 *Cao su thiên nhiên* biên soạn trên cơ sở dự thảo đề nghị của Tổng Công ty Cao su Việt Nam, Tổng cục Tiêu chuẩn Đo lường Chất lượng đề nghị, Bộ Khoa học, Công nghệ và Môi trường (nay là Bộ Khoa học và Công nghệ) ban hành.

Tiêu chuẩn này được chuyển đổi năm 2008 từ Tiêu chuẩn Việt Nam cùng số hiệu thành Tiêu chuẩn Quốc gia theo quy định tại khoản 1 Điều 69 của Luật Tiêu chuẩn và Quy chuẩn kỹ thuật và điểm a khoản 1 Điều 6 Nghị định số 127/2007/NĐ-CP ngày 1/8/2007 của Chính phủ quy định chi tiết thi hành một số điều của Luật Tiêu chuẩn và Quy chuẩn kỹ thuật.

Latex cao su thiên nhiên cô đặc – Xác định trị số axit béo bay hơi

Rubber latex, natural, concentrate – Determination of volatile fatty acid number

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp xác định trị số axit béo bay hơi của latex cao su thiên nhiên cô đặc.

Phương pháp này không thích hợp cho các loại latex có nguồn gốc khác với *Hevea brasiliensis* hoặc latex đã phối hiệu, latex đã lưu hoá, khuyếch tán nhân tạo hoặc các loại latex tổng hợp.

2 Tiêu chuẩn viện dẫn

TCVN 5598 :1997 (ISO 123 : 1985), Latex cao su - Lấy mẫu.

TCVN 6315 :1997 (ISO 124 : 1992), Latex cao su - Xác định tổng hàm lượng chất rắn.

TCVN 4858 :1997 (ISO 126 : 1995), Latex cao su - Xác định hàm lượng cao su khô.

3 Định nghĩa

Trong tiêu chuẩn này áp dụng các định nghĩa sau:

3.1 Trị số axit béo bay hơi (VFA) của latex cô đặc: số gam kali hydroxyt tương ứng để trung hoà lượng axit béo bay hơi trong mẫu latex cô đặc chứa 100 g tổng chất khô.

CHÚ THÍCH 1 - Nếu các chất thêm vào latex có khả năng tạo ra các axit bay hơi khi axit hoá với axit sunfuric, trị số axit béo bay hơi cao và không biểu thị được đúng hàm lượng axit béo bay hơi nếu không hiệu chỉnh.

TCVN 6321 : 1997

4 Nguyên tắc

Một mẫu thử được làm đông đặc bằng amoni sunfat và một phần mẫu serum tạo thành được tách ra và được axit hoá với axit sunfuric. Serum đã axit hoá được chưng cất bằng hơi và xác định các axit béo bay hơi có mặt trong mẫu thử bằng cách chuẩn độ chất ngưng tụ với dung dịch bari hydroxyt chuẩn.

5 Thuốc thử

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

5.1 Dung dịch amoniac sunfat khoảng 30 % (m/m).

5.1 Dung dịch axit sunfuric khoảng 50 % (m/m).

5.3 Dung dịch bari hydroxyt tiêu chuẩn, $c[\text{Ba}(\text{OH})_2] = 0,005 \text{ mol/dm}^3$ được chuẩn hoá bằng cách định phân với kali hydro phtalat và được bảo quản trong điều kiện không có cacbon dioxit.

5.4 Dung dịch chỉ thị: cùng với dung dịch bromthymol xanh hoặc phenolphthalein, 0,5 % (m/m) trong hỗn hợp đồng có thể tích tương đương của etanol và nước.

6 Thiết bị

Các dụng cụ thông thường dùng trong phòng thí nghiệm và

6.1 Dụng cụ chưng cất hơi Markham, phù hợp với Hình 1.

6.2 Bể chưng cách thuỷ, hoặc

6.3 Bể chưng nước có khả năng duy trì nhiệt độ danh nghĩa ở 70 °C.

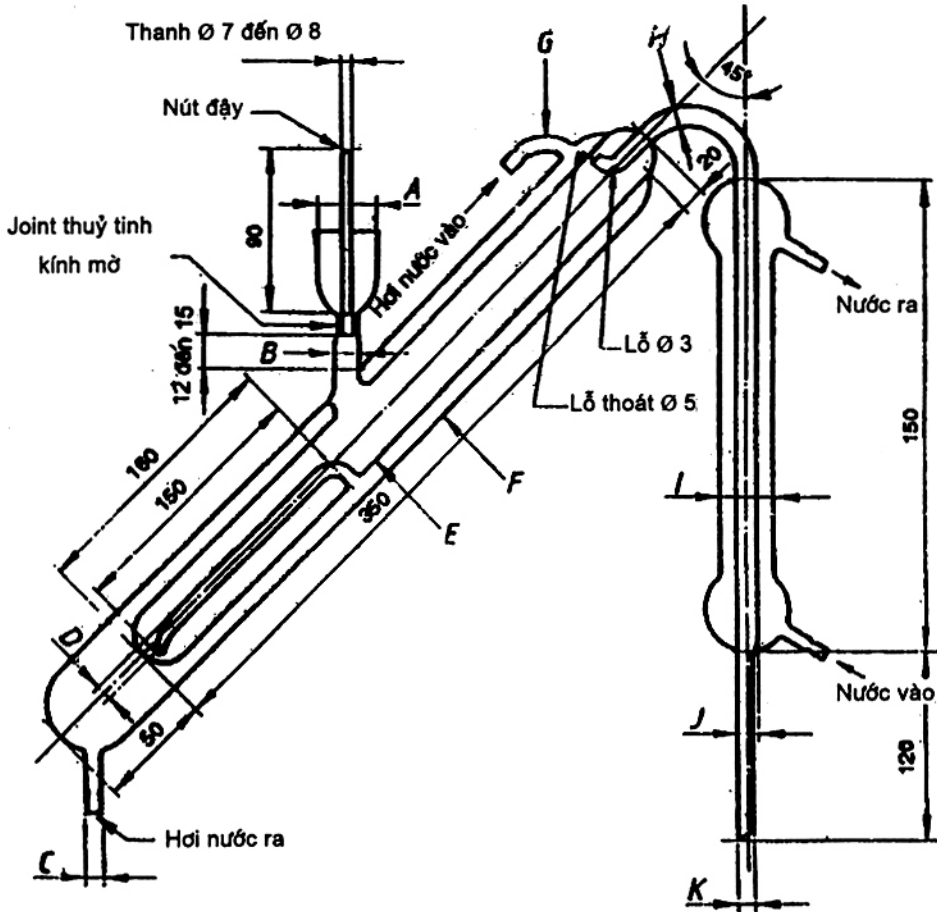
6.4 Pipet có dung tích 5 cm³, 10 cm³, 25 cm³ và 50 cm³.

6.5 Buret có dung tích thích hợp.

7 Lấy mẫu

Tiến hành lấy mẫu theo một trong các phương pháp quy định trong TCVN 5598 : 1997 (ISO 123 : 1985).

Kích thước tính bằng milimét



Ký hiệu	A	B	C	D	E	F	G	H	I	J	K
Đường kính ngoài	29 32	13 14	9 10	5 6	25 27	44 48	9 10	15 17	20 22	11 12	9 10
Bề dày thành	1 1,5	1 1,5	0,75 1,25	0,75 1,25	1 1,5	1 2	0,75 1,25	1,5 2	1 1,5	0,75 1,25	0,75 1,25

Hình 1 – Dụng cụ chung cất hơi nước (Markham)

8 Cách tiến hành

8.1 Nếu chưa biết tổng hàm lượng chất rắn (TSC) và hàm lượng cao su thô của latex cô đặc, thì lần lượt xác định chúng theo TCVN 6315 : 1997 (ISO 124 : 1985) và TCVN 4858 : 1997 (ISO 126) tương ứng.

8.2 Cân 50 g latex cô đặc trong ly thủy tinh, chính xác đến 0,1 g, dùng pipet thêm chính xác 50 cm³ dung dịch amoniac sunfat (5.1) và dùng đũa thủy tinh vừa khuấy vừa cho thêm. Đặt ly thủy tinh chứa mẫu trên bể chum cách thủy (6.2) hoặc nhúng ly thủy tinh vào bể chum nước (6.3) ở nhiệt độ 70 °C và tiếp tục khuấy cho đến khi latex đông lại. Dùng mặt kính đồng hồ đậy ly lại và để yên nó trong hoặc trên bể chum cách thủy trong thời gian khoảng 15 phút. Tách serum bằng cách ép xoắn latex đông qua giấy lọc khô. Dùng đũa thủy tinh ép cục latex đông để lấy tiếp phần serum còn lại. Sau đó lọc serum qua cùng loại giấy lọc. Hút 25 cm³ serum đã lọc cho vào bình nón khô dung tích 50 cm³ và axit hoá nó bằng cách thêm vào 5 cm³ dung dịch axit sunfuric (5.2) và lắc đều.

Đặc biệt một vài loại latex cô đặc được bảo quản bằng kali hydroxyt, một sự kết tủa nhỏ có thể tạo nên trong giai đoạn axit hoá. Chất kết tủa này phải được lấy ra bằng cách lọc qua giấy lọc khô mới trước khi tiến hành chum cất.

Cho hơi nước đi qua dụng cụ (6.1) ít nhất là 15 phút. Hơi nước đi qua vỏ bên ngoài của dụng cụ. Dùng pipet (6.4) cho 10 cm³ serum đã axit hoá vào ống trong, nếu có bọt gây trở ngại thì có thể thêm một giọt chất chống bọt thích hợp. Đặt ống đông 100 cm³ có khắc vạch dưới đầu bộ phận ngưng tụ để thu chất ngưng tụ. Đóng từ từ luồng hơi nước để đổi hướng hơi đi vào ống chum cất. Đầu tiên cho hơi từ từ vào, sau đó đóng toàn bộ hơi đi ra và tiếp tục chum cất ở tốc độ 3 cm³/phút cho đến khi thu được 100 cm³ chất ngưng tụ.

Chuyển chất ngưng tụ được vào một bình hình nón dung tích 250 cm³ và loại bỏ tất cả cacbon dioxit hoà tan khỏi chất ngưng tụ bằng cách cho một dòng khí có cacbon dioxit ở tốc độ 200 cm³/phút đến 300 cm³/phút khoảng 30 phút. Chuẩn độ bằng dung dịch bari hydroxyt (5.3), dùng với một trong các chất chỉ thị màu (5.4).

8.3 Tiến hành lặp lại thử nghiệm (xem 8.2) với 50 g mẫu latex cô đặc mới.

9 Biểu thị kết quả

Tính trị số axit béo bay hơi (VFA), theo công thức:

$$\left[\frac{134,64cV}{mTSC} \right] \times \left[50 + \frac{m(100 - DRC)}{100\rho} \right]$$

trong đó

c là nồng độ thực tế của dung dịch bari hydroxyt (5.3), tính bằng mol/dm³;

V là thể tích của dung dịch bari hydroxyt cần thiết để trung hoà chất ngưng tụ, tính bằng cm³;

DRC là hàm lượng cao su khô của latex cô đặc, tính bằng phần trăm khối lượng;

m là khối lượng của mẫu thử, tính bằng gam;

ρ là tỉ khối của serum, tính bằng megagam/m³;

TSC là tổng hàm lượng chất rắn của latex cô đặc tính bằng phần trăm khối lượng;

134,64 là hệ số dẫn xuất từ khối lượng phân tử tương đối của kali hydroxyt, nó tương đương với bari hydroxyt và các phần khác của serum đã được axit hoá và chưng cất.

Lặp lại thử nghiệm nếu kết quả của hai lần thử không thoả mãn với:

- trong phạm vi 0,01 đơn vị nếu trị số VFA thực tế không lớn hơn 0,10 đơn vị;
- trong phạm vi 10 % nếu trị số VFA thực tế lớn hơn 0,10 đơn vị.

10 Báo cáo kết quả

Báo cáo kết quả gồm các chi tiết sau:

- a) Số hiệu của tiêu chuẩn này.
- b) Tất cả các chi tiết cần thiết để biết mẫu thử.
- c) Kết quả thử và các đơn vị được sử dụng.
- d) Các đặc điểm bất thường ghi nhận trong quá trình thử.
- e) Bất kỳ thao tác nào được thực hiện không được quy định trong tiêu chuẩn này cũng như bất kỳ thao tác nào được xem như tùy ý.