

TCVN

TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

TCVN 6089:2016

ISO 249:2016

Xuất bản lần 4

**CAO SU THIÊN NHIÊN THÔ -
XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG TẠP CHẤT**

Rubber, raw natural - Determination of dirt content

HÀ NỘI - 2016

Mục lục

	Trang
Lời nói đầu	4
1 Phạm vi áp dụng	5
2 Tài liệu viện dẫn	5
3 Thuộc thử	5
4 Thiết bị, dụng cụ	6
5 Cách tiến hành	7
6 Biểu thị kết quả	10
7 Độ chụm	10
8 Báo cáo thử nghiệm	10
Phụ lục A (tham khảo) Hướng dẫn sử dụng kết quả độ chụm	12
Phụ lục B (tham khảo) Độ chụm	13
Thư mục tài liệu tham khảo	15

Lời nói đầu

TCVN 6089:2016 thay thế cho TCVN 6089:2004.

TCVN 6089:2016 hoàn toàn tương đương với ISO 249:2016.

TCVN 6089:2016 do Ban kỹ thuật tiêu chuẩn quốc gia TCVN/TC45 *Cao su và sản phẩm cao su* biên soạn, Tổng cục Tiêu chuẩn Đo lường Chất lượng đề nghị, Bộ Khoa học và Công nghệ công bố.

Cao su thiên nhiên thô - Xác định hàm lượng tạp chất

Rubber, raw natural - Determination of dirt 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, nếu có. 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 quy định phương pháp xác định hàm lượng tạp chất đối với cao su thiên nhiên thô.

Tiêu chuẩn này không áp dụng để xác định hàm lượng tạp chất dưới dạng nhiễm bẩn bề mặt.

2 Tài liệu viện dẫn

Các tài liệu viện dẫn sau đây là cần thiết để 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 sửa đổi, bổ sung (nếu có).

TCVN 2230 (ISO 565), *Sàng thử nghiệm – Lưới kim loại đan, tấm kim loại đột lỗ và lưới đột lỗ bằng điện – Kích thước lỗ danh nghĩa*

TCVN 6086 (ISO 1795), *Cao su thiên nhiên thô và cao su tổng hợp thô – Lấy mẫu và chuẩn bị mẫu*

3 Thuốc thử

CẢNH BÁO: Trong quá trình thao tác phân tích, phải thực hiện tất cả các phòng ngừa về an toàn và sức khỏe được thừa nhận, đặc biệt lưu ý về xử lý an toàn đối với dung môi dễ cháy. Phải tránh nước và chất bẩn cho các dung môi.

Trong quá trình phân tích, với bất kỳ lý do nào, chỉ sử dụng thuốc thử có cấp tinh khiết phân tích được công nhận.

TCVN 6089:2016

3.1 Xylen hỗn hợp, khoảng sôi từ 139 °C đến 141 °C.

3.2 Dung môi hydrocacbon thơm có nhiệt độ sôi cao được biết như là dung môi cồn trắng (white spirit), khoảng sôi từ 155 °C đến 198 °C hoặc dung môi hydrocacbon khác có khoảng sôi tương tự.

3.3 Xăng nhẹ, khoảng sôi từ 60 °C đến 80 °C hoặc dung môi hydrocacbon có khoảng sôi tương tự.

3.4 Toluen.

3.5 Chất peptit hóa cao su.

3.5.1 Xylyl mercaptan, dung dịch 36 % (phần khối lượng) trong dầu khoáng.

3.5.2 2-Mercaptobenzothiazol.

3.5.3 Di-(2-benzamidophenyl) disulfua.

3.5.4 Toly mercaptan, dung dịch 20 % (phần khối lượng) đến 40 % (phần khối lượng) trong dầu khoáng.

3.5.5 Chất peptit hóa cao su hòa tan hoàn toàn khác.

4 Thiết bị, dụng cụ

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

4.1 Bình tam giác, dung tích 250 cm³ hoặc 500 cm³, có nút đậy phù hợp; hoặc cốc thủy tinh dung tích 250 cm³ hoặc 500 cm³, và mặt kính đồng hồ có đường kính phù hợp làm nắp đậy.

4.2 Sinh hàn không khí loại ngắn (không bắt buộc).

4.3 Nhiệt kế, có khả năng đo đến ít nhất là 200 °C.

4.4 Bếp, để gia nhiệt bình tam giác hoặc cốc thủy tinh (4.1) và các chất chứa trong đó (xem 5.3.4).

Nên sử dụng bếp dạng phẳng để cung cấp nhiệt đồng đều trên bề mặt hoặc đèn hồng ngoại. Đèn hồng ngoại (250 W) có thể đặt thành dãy, đáy của bình tam giác cách đỉnh của đèn 20 cm. Nên kiểm soát từng bóng đèn để tránh sự quá nhiệt cục bộ. Có thể chọn bếp cách cát để thay thế.

4.5 Rây, kích thước lỗ danh nghĩa từ 44 μm đến 45 μm (325 mesh), lưới dây kim loại chống ăn mòn, thép không gỉ là tốt nhất, phù hợp với TCVN 2230 (ISO 565).

4.5.1 Lưới dây kim loại được gắn ngang vào đầu cuối của một ống kim loại đường kính khoảng 25 mm và chiều dài lớn hơn 20 mm.

4.5.2 Rây phải được lắp đặt theo cách sao cho lưới không bị biến dạng và tránh khỏi bị hư hại ngẫu nhiên. Kết cấu thích hợp được đưa ra trong Hình 1.

4.5.3 Rây và giá đỡ cũng có thể được cấu tạo bằng cách tháo bỏ đáy của cốc nung kim loại có kích thước thích hợp và hàn lưới sàng vào cốc nung. Kết quả cho một bình chứa rộng chứa dung dịch cao su trong suốt quá trình lọc.

4.5.4 Một lưới thô cũng có thể được hàn bên dưới tấm lưới mịn từ 44 μm đến 45 μm (325 mesh) để bảo vệ rây khỏi hư hại ngẫu nhiên. Lưới "bảo vệ" này sẽ không cản trở sự lọc trong bất kỳ trường hợp nào mà nó chỉ hỗ trợ cho lưới lọc.

4.5.5 Có thể chấp nhận dụng cụ lọc bán sẵn có lưới lọc từ 44 μm đến 45 μm (325 mesh), phù hợp với quy định của tiêu chuẩn này.

4.6 Máy siêu âm, để làm sạch rây (4.5) (không bắt buộc, nhưng nên có).

5 Cách tiến hành

5.1 Chuẩn bị phần mẫu thử

5.1.1 Chuẩn bị mẫu phòng thử nghiệm đồng nhất của cao su thiên nhiên thô theo TCVN 6086 (ISO 1795). Từ mẫu phòng thử nghiệm đồng nhất này lấy khoảng 30 g và cho hai lần qua trục cán nguội bằng máy cán luyện phòng thử nghiệm, khe hở giữa hai trục cán được điều chỉnh đến $0,5 \text{ mm} \pm 0,1 \text{ mm}$ bằng một mảnh chì (xem TCVN 11021 (ISO 2393)).^[1]

5.1.2 Ngay sau đó, cân phần mẫu thử khoảng từ 10 g đến 20 g, chính xác đến 0,1 g. (Đối với cao su "sạch" có hàm lượng tạp chất thấp thì nên cân phần mẫu thử 20 g. Còn với cao su bị nhiễm bẩn nặng thì nên sử dụng lượng nhỏ hơn).

5.1.3 Tiến hành phép xác định hai lần.

5.2 Chuẩn bị peptit hóa

5.2.1 Nếu sử dụng xylyl mercaptan (3.5.1), dùng 1 g dung dịch cho mỗi phần mẫu thử và 150 cm^3 đến 230 cm^3 dung môi (3.1 hoặc 3.2).

5.2.2 Nếu sử dụng 2-mercaptobenzothiazol (3.5.2) hoặc di-(2-benzamidophenyl) disulfua (3.5.3), dùng 0,5 g mỗi phần mẫu thử. Chuẩn bị dung dịch bằng cách hòa tan 0,5 g chất rắn trong 200 cm^3 dung môi (3.1 hoặc 3.2) và lọc các chất không tan.

5.2.3 Nếu sử dụng tolyl mercaptan (3.5.4), dùng 1 g đến 1,5 g dung dịch cho mỗi phần mẫu thử và 200 cm^3 dung môi (3.1 hoặc 3.2).

5.3 Phép xác định

5.3.1 Đổ dung môi và chất peptit hóa theo 5.2.1, 5.2.2 hoặc 5.2.3 vào bình tam giác hoặc cốc thủy tinh (4.1).

5.3.2 Cắt phần mẫu thử thành các miếng, mỗi miếng khoảng 1 g và thả từng miếng vào bình tam giác hoặc cốc thủy tinh có sẵn dung môi (5.3.1).

5.3.3 Gia nhiệt bình tam giác hoặc cốc thủy tinh và các chất trong bình/cốc (xem 4.4) ở nhiệt độ 125 °C đến 130 °C cho đến khi nhận được dung dịch đồng nhất, hoặc đậy nút bình hoặc đậy cốc bằng nắp kính đồng hồ và để yên vài giờ ở nhiệt độ phòng trước khi gia nhiệt ở nhiệt độ 125 °C đến 130 °C. Sử dụng sinh hàn không khí loại ngắn (4.2) trong suốt quá trình gia nhiệt để giảm sự bay hơi của dung môi.

5.3.4 Thỉnh thoảng dùng tay lắc mạnh bình hoặc cốc.

Nếu đun sôi hoặc đun quá nhiệt, dung dịch cao su sẽ tạo thành một chất keo dính rất khó lọc và có thể tạo ra một lượng tạp chất cao hơn; do vậy phải tránh cho dụng cụ và điều kiện thử nghiệm tạo ra quá nhiệt cục bộ.

5.3.5 Khi cao su được hòa tan hoàn toàn (dung dịch đạt đủ độ linh động), rót dung dịch nóng qua rây (4.5), rây đã được cân chính xác đến 0,1 mg, giữ lại khối tạp chất trong bình tam giác hoặc cốc.

5.3.6 Rửa bình hoặc cốc với tạp chất được giữ lại bằng dung môi nóng (3.1 hoặc 3.2) cho đến khi cao su được loại bỏ hoàn toàn. Một lần nữa, lại giữ lại lượng tạp chất trong bình hoặc cốc. (Để việc rửa có hiệu quả dùng khoảng 100 cm³ dung môi nóng). Trong suốt giai đoạn sau của việc làm sạch, tráng xả tạp chất từ bình hoặc cốc vào rây. Dùng đũa thủy tinh làm bong tạp chất bất kỳ dính vào bình hoặc cốc, như vậy có thể tráng xả được trên rây.

5.3.7 Loại bỏ cao su gel hóa bám trên rây bằng một trong các cách sau:

- a) chải nhẹ nhàng bề mặt dưới của lưới bằng bàn chải lông nhỏ trong khi dung môi nóng còn trong rây;
- b) giữ yên rây trong cốc có chứa khoảng 10 mm toluen (3.4) theo chiều sâu và đun sôi nhẹ khoảng 1 h, đậy cốc bằng nắp kính đồng hồ.

Các thao tác này phải được thực hiện trong tủ hút.

5.3.8 Rửa rây hai lần bằng xăng nhẹ (3.3) trong trường hợp này sấy ở 100 °C trong 30 min hoặc bằng dung môi white spirit (3.2), trong trường hợp sấy ở 100 °C trong 1 h.

5.3.9 Tạp chất trong rây sau khi sấy sẽ bong ra, tách rời mảnh sợi, được chảy tự do. Nó dễ dàng lấy ra được khỏi lưới kim loại. Nếu không được như vậy, xử lý rây bằng toluen sôi như trong 5.3.7 b).

TCVN 6089:2016

5.3.10 Nếu cao su gel hoá vẫn bị giữ lại trên rây, bỏ phép xác định này và phải thực hiện lại phép thử.

5.3.11 Làm nguội rây và phần còn lại trong bình hút ẩm và cân chính xác đến 0,1 mg.

5.4 Bảo quản rây

5.4.1 Trong tất cả các giai đoạn, cần xử lý rây cẩn thận. Kiểm tra rây sau mỗi lần thử để xem xét sự hư hại, ví dụ dưới kính hiển vi, với máy chiếu phim dương bản (cho một hình ảnh của lưới trên màn hình) hoặc với kính lúp (độ phóng đại x 10 lần). Nếu lưới kim loại bị biến dạng thì phải thay thế một lưới khác.

5.4.2 Sau mỗi lần xác định, cẩn thận loại bỏ phần tạp chất bong ra bằng bàn chải. Một phần rây bị tắc nghẽn luôn luôn được làm sạch bằng cách đun sôi trong xylen, nhưng hiệu quả hơn là với máy siêu âm (4.6). Nếu xử lý theo cách này, lưới vẫn bị tắc nghẽn và khối lượng của rây tăng lên hơn 1 mg, phải thay lưới khác.

5.4.3 Rây có thể được bảo quản trong toluen ẩm (3.4) để giảm bớt sự tích tụ của cao su.

6 Biểu thị kết quả

Hàm lượng tạp chất của phần mẫu thử, tính bằng phần trăm khối lượng, theo công thức (1):

$$\frac{m_1}{m_0} \times 100 \quad (1)$$

trong đó:

m_0 là khối lượng của phần mẫu thử, tính bằng gam (g);

m_1 là khối lượng của tạp chất, tính bằng gam (g).

Biểu thị kết quả chính xác đến 0,01 %.

7 Độ chụm

Xem Phụ lục B.

8 Báo cáo thử nghiệm

Báo cáo kết quả thử nghiệm phải bao gồm các thông tin sau:

a) viện dẫn tiêu chuẩn này, TCVN 6089 (ISO 249);

- b) tất cả các thông tin cần thiết để nhận biết mẫu thử;
- c) giá trị trung bình của hai kết quả;
- d) dung môi và chất peptit hóa được sử dụng;
- e) bất kỳ các điểm đặc biệt nào ghi nhận trong quá trình thử;
- f) các thao tác khác với quy định của tiêu chuẩn này hoặc tiêu chuẩn được viện dẫn trong tiêu chuẩn này, và thao tác được coi là tùy chọn;

Phụ lục A

(tham khảo)

Hướng dẫn sử dụng kết quả độ chụm

A.1 Thủ tục chung đối với việc sử dụng độ chụm như sau: Ký hiệu $|x_1 - x_2|$ chỉ sự chênh lệch dương của hai giá trị đo bất kỳ.

A.2 Trên bảng độ chụm thích hợp (cho bất kỳ thông số thử nghiệm đang được xem xét) tại một giá trị trung bình (của thông số đã đo) gần nhất với giá trị thử trung bình. Dòng này cho r , (r) , R hoặc (R) thích hợp để quyết định quá trình thử.

A.3 Với giá trị r và (r) này, có thể công bố độ lặp lại chung.

A.3.1 Đối với chênh lệch tuyệt đối: Chênh lệch $|x_1 - x_2|$ giữa hai (giá trị) trung bình thử nghiệm, tìm được trên mẫu vật liệu giống nhau trên danh nghĩa với thao tác bình thường và chính xác theo qui trình thử, đối với giá trị trung bình chỉ một trong 20 trường hợp được vượt các giá trị độ lặp lại r đã nêu trong bảng.

A.3.2 Đối với chênh lệch phần trăm giữa hai (giá trị) thử trung bình: Chênh lệch phần trăm giữa hai giá trị thử, tìm được trên mẫu vật liệu giống nhau trên danh nghĩa với thao tác bình thường và chính xác theo qui trình thử, đối với giá trị trung bình chỉ một trong 20 trường hợp được vượt các giá trị độ lặp lại (r) đã nêu trong bảng.

$$[|x_1 - x_2| / ((x_1 + x_2) / 2)] \times 100$$

A.4 Với giá trị R và (R) này có thể công bố độ tái lập chung.

A.4.1 Đối với chênh lệch tuyệt đối: Chênh lệch tuyệt đối $|x_1 - x_2|$ giữa hai (giá trị) trung bình thử được đo độc lập, tìm được trong hai phòng thử nghiệm, thực hiện các thao tác bình thường và chính xác theo qui trình thử, đối với giá trị trung bình chỉ một trong 20 trường hợp được vượt các giá trị độ tái lập R đã nêu trong bảng.

A.4.2 Đối với chênh lệch phần trăm giữa hai giá trị thử trung bình: Chênh lệch phần trăm giữa hai giá trị trung bình thử được đo độc lập, tìm được trong hai phòng thử nghiệm, thực hiện các thao tác bình thường và chính xác theo qui trình thử, đối với giá trị trung bình chỉ một trong 20 trường hợp được vượt các giá trị độ tái lập R đã nêu trong bảng.

$$[|x_1 - x_2| / ((x_1 + x_2) / 2)] \times 100$$

Phụ lục B

(tham khảo)

Độ chụm

B.1 Tổng quan

Độ chụm biểu thị độ lặp lại và độ tái lập phù hợp với ISO/TR 9272^[2]. Tham khảo ISO/TR 9272 này cho khái niệm và thuật ngữ độ chụm. Phụ lục A của tiêu chuẩn này đưa ra hướng dẫn sử dụng độ lặp lại và độ tái lập.

Vào cuối năm 2010 và 2011, Viện nghiên cứu cao su của Malaysia đã tiến hành một chương trình thử nghiệm liên phòng. Các chương trình riêng biệt được thực hiện, một vào tháng ba và một vào tháng bảy. Hai loại vật liệu được gửi đến mỗi phòng thử nghiệm:

- a) mẫu pha trộn của hai loại cao su "A" và "B";
- b) mẫu không pha trộn (mẫu thường) của hai vật liệu như nhau "A" và "B".

Đối với cả hai loại mẫu pha trộn và mẫu không pha trộn, kết quả thử là giá trị trung bình của 5 lần xác định riêng biệt.

CHÚ THÍCH: Các mẫu pha trộn là các mẫu được pha trộn trước khi chúng được đưa ra để tham gia; các mẫu không pha trộn là các mẫu không được pha trộn trước khi chúng được đưa ra để tham gia;

Độ chụm "loại 1" được tính trong chương trình thử nghiệm liên phòng. Chu kỳ xác định độ lặp lại và tái lập được thực hiện trong ngày. Tổng số có 11 phòng thử nghiệm tham gia chương trình cho mẫu pha trộn và 10 phòng thử nghiệm trong chương trình cho mẫu không pha trộn.

B.2 Kết quả độ chụm

Kết quả độ chụm đối với chương trình mẫu pha trộn được nêu trong Bảng B.1 và đối với chương trình mẫu không pha trộn được nêu trong Bảng B.2.

Bảng B.1 – Độ chụm loại 1 – Thử nghiệm mẫu pha trộn
sử dụng nhựa thông làm dung môi và sử dụng rây 44 μm

Mẫu cao su	Hàm lượng tạp chất trung bình % (theo khối lượng)	Độ lặp lại trong phòng thử nghiệm		Độ tái lập liên phòng thử nghiệm	
		r	(r)	R	(R)
A	0,0491	0,0128	26,07	0,0369	75,15
B	0,1494	0,0194	12,99	0,1273	85,21

r : độ lặp lại, tính bằng phần trăm theo khối lượng.

(r): độ lặp lại, tính bằng phần trăm (tương đối) của giá trị trung bình.

R : độ tái lập, tính bằng phần trăm theo khối lượng.

(R): độ tái lập, tính bằng phần trăm (tương đối) của giá trị trung bình.

Bảng B.2 – Độ chụm loại 1 – Thử nghiệm mẫu không pha trộn
sử dụng nhựa thông làm dung môi và sử dụng rây 44 μm

Mẫu cao su	Hàm lượng tạp chất trung bình % (theo khối lượng)	Độ lặp lại trong phòng thử nghiệm		Độ tái lập liên phòng thử nghiệm	
		r	(r)	R	(R)
A	0,0452	0,0081	17,92	0,0282	62,39
B	0,0504	0,0104	20,63	0,019	37,70

Các thuật ngữ ký hiệu xem Bảng B.1.

Thư mục tài liệu tham khảo

- [1] ISO 11021 (ISO 2393), *Hỗn hợp cao su thử nghiệm – Chuẩn bị, luyện và lưu hóa – Thiết bị và quy trình*
 - [2] 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 các tiêu chuẩn về phương pháp thử)*
-