

TCVN

TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

TCVN 4864 : 2007

ISO 1409 : 2006

Xuất bản lần 3

**CHẤT DẼO/CAO SU –
POLIME PHÂN TÁN VÀ CÁC LOẠI LATEX CAO SU
(THIÊN NHIÊN VÀ TỔNG HỢP) –
XÁC ĐỊNH SỨC CĂNG BỀ MẶT BẰNG
PHƯƠNG PHÁP VÒNG ĐO**

*Plastics/rubber – Polymer dispersions and rubber latices (natural and synthetic)
Determination of surface tension by the ring method*

HÀ NỘI 2007

Lời nói đầu

TCVN 4864 : 2007 thay thế TCVN 4864 : 1997.

TCVN 4864 : 2007 hoàn toàn tương đương với ISO 1409 : 2006.

TCVN 4864 : 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.

Chất dẻo/cao su – Polime phân tán và các loại latex cao su (thiên nhiên và tổng hợp) – Xác định sức căng bề mặt bằng phương pháp vòng đo

Plastics/rubber – Polymer dispersions and rubber latices(natural and synthetic) – Determination of surface tension by the ring method

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 vòng đo để xác định sức căng bề mặt của polime phân tán và các loại latex cao su (thiên nhiên và tổng hợp).

Phương pháp áp dụng cho polime phân tán và các loại latex cao su có độ nhớt nhỏ hơn 200 mPa.s. Để đạt được như vậy, polime phân tán hoặc latex được pha loãng với nước ở tổng hàm lượng chất rắn khoảng 40 % (khối lượng). Nếu cần thiết, hàm lượng chất rắn có thể giảm xuống để bảo đảm độ nhớt dưới giới hạn qui định.

Phương pháp cũng được áp dụng cho latex tiến lưu hóa và vật liệu hỗn 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 4851 : 1989 (ISO 3696 : 1987) Nước dùng để phân tích trong phòng thí nghiệm – Yêu cầu kỹ thuật và phương pháp thử.

TCVN 4864 : 2007

TCVN 4859 : 2007 (ISO 1652 : 2004) Latex cao su – Xác định độ nhớt biểu kiến bằng phương pháp thử Brookfield.

TCVN 5598 : 2007 (ISO 123 : 2001) Latex cao su – Lấy mẫu.

ISO 705 Rubber latex – Determination of density between 5 °C and 40 °C (Latex cao su – Xác định khối lượng riêng giữa 5 °C và 40 °C).

ISO 2555 Plastics – Resins in the liquid state or as emulsions or dispersions – Determination of apparent viscosity by the Brookfield test method (Chất dẻo – Nhựa ở trạng thái lỏng, nhũ tương hoặc phân tán – Xác định độ nhớt biểu kiến bằng phương pháp Brookfield).

ISO 3219 Plastics – Polymers/resins in the liquid state or as emulsion or dispersions – Determination of viscosity using a rotational viscometer with defined shear rate (Chất dẻo – Polime/nhựa ở trạng thái lỏng, nhũ tương hoặc phân tán – Xác định độ nhớt dùng nhớt kế quay với độ trượt xác định).

3 Nguyên tắc

Một vòng dây kim loại mảnh nằm ngang được buộc vào dụng cụ đo sức căng loại "du Nouy" và được nhúng vào trong chất lỏng khi thử nghiệm, sau đó từ từ kéo ra khỏi chất lỏng. Ngay trước khi vòng tách ra khỏi mặt chất lỏng, lực cần thiết đạt đến tối đa. Lực này được đo bằng cân xoắn, cảm biến, hoặc các dụng cụ đo phù hợp khác.

4 Thuốc thử

4.1 Nước cất, không có cacbon dioxit, hoặc nước có độ tinh khiết tương đương (loại 3 theo qui định trong TCVN 4851 : 1989).

4.2 Toluen, có độ tinh khiết phân tích.

5 Thiết bị, dụng cụ

5.1 Thiết bị đo sức căng (loại du Nouy), vòng đo bằng platin hoặc hợp kim platin-iridi và chu vi danh nghĩa 60 mm hoặc 40 mm (tương đương bán kính trong 9,55 mm hoặc 6,37 mm, tương ứng) và sợi vòng kim loại có bán kính danh nghĩa 0,185 mm.

5.2 Đĩa hoặc bình thủy tinh, dung tích 50 ml, có đường kính trong ít nhất là 45 mm.

5.3 Thiết bị điều nhiệt, hoặc các phương tiện duy trì nhiệt độ mẫu thử ở $23\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 1\text{ }^{\circ}\text{C}$ hoặc $27\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 1\text{ }^{\circ}\text{C}$ đối với các nước nhiệt đới.

CHÚ THÍCH Hệ số nhiệt độ của latex cao su trên dải nhiệt độ từ $20\text{ }^{\circ}\text{C}$ đến $30\text{ }^{\circ}\text{C}$ là -0.1mN/m trên độ C.

6 Lấy mẫu

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

7 Cách tiến hành

7.1 Chuẩn bị thiết bị, dụng cụ

Rửa đĩa hoặc bình (5.2) cẩn thận, vì bất kỳ sự nhiễm bẩn nào cũng có thể dẫn đến kết quả thay đổi. Rửa vòng đo của thiết bị đo sức căng (5.1) bằng nước (4.1) và sau đó gia nhiệt trên mặt cắt oxy hoá của đèn Bunsen hoặc ngọn lửa metanol. Cẩn thận để tránh chạm hoặc làm méo vòng đo, bảo đảm vòng đo song song với bề mặt của chất lỏng trong khi đo. Không quan tâm đến các điều hướng dẫn này sẽ đưa đến kết quả không chính xác.

7.2 Hiệu chuẩn

Cẩn thận hiệu chuẩn thang đo của thiết bị theo khối lượng chuẩn thích hợp hoặc chất lỏng như nước cất (4.1) hoặc toluen (4.2) với lời chỉ dẫn của nhà sản xuất, do đó thang đo sẽ đọc bằng milinewton trên mét.

CHÚ THÍCH Việc hiệu chuẩn thực hiện trên khối lượng chuẩn. Cần lưu ý rằng việc tính kết quả (xem điều 8) cần các hệ số hiệu chỉnh khác tùy thuộc vào phương pháp hiệu chỉnh.

7.3 Chuẩn bị mẫu thử

7.3.1 Nếu chưa biết hàm lượng chất rắn của latex hoặc polime phân tán thì xác định theo TCVN 6315 : 2007 hoặc TCVN 4859 : 2007. Nếu hàm lượng chất rắn lớn hơn 40 % (khối lượng), pha loãng mẫu thử đến tổng hàm lượng chất rắn khoảng 40 % (khối lượng) $\pm 1\%$ (khối lượng) với nước cất (4.1). Nếu nghi ngờ độ nhớt của mẫu pha loãng còn lớn hơn 200 mPa.s, xác định nó bằng các phương pháp phù hợp TCVN 4859 : 2007, ISO 2555 hoặc ISO 3219. Nếu cần thiết, pha loãng mẫu cho tới khi độ nhớt nhỏ hơn 200 mPa.s và ghi lại hàm lượng chất rắn cuối cùng.

CHÚ THÍCH Pha loãng đến 40 % (khối lượng) có ảnh hưởng không đáng kể trên sức căng bề mặt của các polime phân tán và latex cao su. Trong một vài trường hợp, sức căng bề mặt ở hàm lượng chất rắn cao hơn cũng có thể đáp ứng, trường hợp như vậy việc đo bằng phương pháp chỉ dẫn giảm đi độ chính xác, do vậy qui định độ nhớt nhỏ hơn 200 mPa.s.

TCVN 4864 : 2007

Nếu không biết khối lượng riêng mẫu latex pha loãng hoặc polime phân tán thì xác định nó theo ISO 705 hoặc ISO 8962.

7.3.2 Dùng thiết bị điều nhiệt (5.3), điều chỉnh nhiệt độ của mẫu đã pha loãng đến $23\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 1\text{ }^{\circ}\text{C}$ hoặc $27\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 1\text{ }^{\circ}\text{C}$ trong các nước nhiệt đới.

7.3.3 Bằng cách đưa đầu của pipet vào dưới bề mặt của dung dịch, lấy khoảng 25 ml mẫu đã pha loãng và cho vào đĩa hoặc bình (5.2). Loại bỏ bọt khí trên bề mặt của mẫu bằng cách dùng một mảnh giấy lọc, và đo sức căng bề mặt ngay để tránh sai số do việc tạo vầng trên bề mặt.

7.4 Cách tiến hành

Với dụng cụ đo sức căng bề mặt có chống gió, đặt đĩa hoặc lọ chứa mẫu đã pha loãng dưới vòng nằm trên giá đỡ có dụng cụ điều chỉnh được. Điều chỉnh dụng cụ theo sự chỉ dẫn của nhà sản xuất, vì vậy đòn ở vị trí cân bằng khi vòng khô và thang đo đọc được là số không. Sau đó nâng giá đỡ cho đến khi chất lỏng tiếp xúc với vòng. Nhúng vòng sâu xuống khoảng 5 mm.

Hạ từ từ giá đỡ bằng cách điều chỉnh ốc và đồng thời nới dây, thật hài hoà sao cho đòn duy trì vị trí cân bằng của nó. Khi lớp bám vào vòng đạt đến điểm vỡ, điều chỉnh thật chậm với dụng cụ điều chỉnh.

Đối với việc xác định với dụng cụ đo sức căng tự động, điều chỉnh độ sâu của vòng khoảng 5 mm dưới bề mặt của chất lỏng và điều chỉnh nhịp độ di chuyển của đĩa hoặc bình khoảng 10 mm/min.

Ghi lại trị số thang đo khi vòng tách khỏi latex (điều này đặc biệt quan trọng với latex không pha loãng hoặc polime phân tán có độ nhớt cao).

Ngay sau đó nâng đĩa lần nữa trước khi lớp màng vỡ, nhúng vòng lại. Lặp lại việc thử nghiệm 3 lần cho tổng số 4 lần thử.

Khi màng vỡ, rửa vòng như chỉ dẫn trong 7.1 và lặp lại thử nghiệm.

Loại bỏ số đọc đầu tiên và ghi lại trị số trung bình của ba lần đọc kế tiếp, với chênh lệch từng kết quả so với trị số trung bình không lớn hơn 0,5 mN/m.

8 Biểu thị kết quả

8.1 Hiệu chuẩn dựa vào khối lượng tiêu chuẩn

Nếu thiết bị đo sức căng được hiệu chuẩn dựa vào khối lượng tiêu chuẩn, trị số đọc được phù hợp với các thông số phụ thuộc vào kích thước của vòng và tỉ trọng của chất lỏng.

Sức căng bề mặt, tính bằng milinewton trên mét được tính theo công thức

$$\sigma = M \times F$$

trong đó :

M là trị số đọc được trên thang đo của dụng cụ đo sức căng bề mặt; tính bằng millinewton/mét

F là hệ số được tính toán từ phương trình

$$F = 0,725 + \sqrt{\frac{0,03678M}{R^2 \rho} + P}$$

trong đó

R là bán kính trung bình của vòng đo, tính bằng milimet;

ρ là khối lượng riêng của chất lỏng, tính bằng Mg/m^3 ;

P là một hằng số được tính từ phương trình

$$P = 0,04534 - \frac{1679r}{R}$$

r là bán kính của dây, tính bằng milimet;

CHÚ THÍCH 1 Một vài công thức tính F gồm hằng số trong trường G . Hằng số này đã đưa trực tiếp vào hằng số 0,036 78 để tránh sự nhầm lẫn có thể có cho các đơn vị đo.

CHÚ THÍCH 2 Đối với kích thước chu vi danh nghĩa của vòng chuẩn 60 mm hoặc 40 mm ($R = 9,55$ mm hoặc 6,37 mm, tương ứng) và bán kính danh nghĩa của dây 0,185 mm, P được tính

$$P_{60} = + 0,012 82 \quad \text{hoặc}$$

$$P_{40} = - 0,003 43$$

CHÚ THÍCH 3 "Sức căng bề mặt" và "năng lượng bề mặt tự do" là từ đồng nghĩa và có giá trị số học tương đương khi tính bằng millinewton/m và millijoules/m, tương ứng.

CHÚ THÍCH 4 Vì tính thông số F riêng biệt cho mỗi mẫu thử là không thực tế, vì vậy lập bảng chỉ số hiệu chỉnh $\Delta\sigma$ tùy thuộc vào kích thước dây là thuận tiện (xem Phụ lục B).

8.2 Hiệu chuẩn dựa vào chất lỏng tiêu chuẩn

Nếu sự hiệu chuẩn dùng chất lỏng tiêu chuẩn, khi đó sức căng bề mặt σ' , tính bằng millinewton/mét theo công thức:

$$\sigma' = M' \times F'$$

trong đó

M là trị số đọc được cho mẫu đã pha loãng, tính bằng millinewton/mét trên thang hiệu chuẩn với chất lỏng chuẩn;

TCVN 4864 : 2007

F' là hệ số tính theo phương trình

$$F' = F \times \sigma'' / M''$$

trong đó

F tính theo 8.1

σ'' là sức căng bề mặt của chất lỏng chuẩn;

M'' là trị số đọc được ghi lại đối với chất lỏng chuẩn.

Điều quan trọng là đọc hướng dẫn của nhà chế tạo thiết bị một cách cẩn thận nếu sử dụng cách tiến hành này, như có một số hiệu chỉnh cho thiết bị. Do vậy, hiệu chỉnh tính toán không có trong Phụ lục B.

9 Báo cáo thử nghiệm

Báo cáo thử nghiệm gồm các chi tiết sau:

- viện dẫn tiêu chuẩn này;
- các chi tiết để nhận diện mẫu thử;
- nhiệt độ tại nơi thử nghiệm;
- hàm lượng chất rắn của mẫu thử ban đầu và sau khi pha loãng để thử nghiệm;
- kết quả và đơn vị dùng để mô tả ;
- ghi rõ các điểm bất thường trong quá trình thử;
- ngày và nơi thử nghiệm;
- 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.

Phụ lục A

(tham khảo)

Độ chụm của phương pháp thử

Với thao tác và kiểm tra chính xác, có nghĩa là theo đúng chi tiết các bước tiến hành, độ chụm đạt được như sau:

- giới hạn độ lặp lại: 1,0 mN/m
- giới hạn độ tái lập: 2,0 mN/m

CHÚ THÍCH Việc đưa ra các thông số độ chụm đã có trước khi xuất bản ISO/TR 9272, Cao su và sản phẩm cao su - Xác định độ chụm của phương pháp thử. Vì vậy, các kết quả không được trình bày theo hình thức yêu cầu.

Phụ lục B

(tham khảo)

Các thông số hiệu chỉnh

Việc tính toán các thông số hiệu chỉnh cho việc đánh giá mỗi mẫu thử là thời gian tiêu thụ. Đối với việc sử dụng thiết bị đo sức căng bề mặt với thông số điện tử, các kết quả được hiệu chỉnh tự động. Nếu điều này không xảy ra, khuyến cáo tốt nhất để trình bày thông số hiệu chỉnh F là chỉ số hiệu chỉnh $\Delta\sigma$ trừ đi trị số đọc được trên thước đo M :

$$\sigma = M - \Delta\sigma$$

hơn nữa

$$\sigma = M \times F$$

Bảng B.1 và B.2 chứa các chỉ số hiệu chỉnh đối với vòng có chu vi 40 mm và 60 mm và bán kính trung bình của sợi lưới là 0,185 mm.

Bảng B.1 – Chỉ số hiệu chỉnh $\Delta\sigma$, đối với vòng có chu vi 40 mm của thiết bị đo sức căng, đã trừ đi trị số đọc được M

Khối lượng riêng, ρ , Mg/m ³	Trị số đọc, M									
	20	30	40	45	50	55	60	65	70	72
	Chỉ số hiệu chỉnh, $\Delta\sigma$									
0,85	2,8	3,2	3,1	2,9	2,6	2,2	1,7	1,2	0,6	0,3
0,95	3,0	3,5	3,5	3,4	3,2	2,9	2,6	2,1	1,6	1,4
1,05	3,2	3,8	3,9	3,9	3,8	3,6	3,3	3,0	2,5	2,4
1,15	3,3	4,0	4,3	4,3	4,3	4,1	3,9	3,7	3,3	3,2
1,25	3,4	4,2	4,6	4,7	4,7	4,6	4,5	4,3	4,0	3,9

Bảng B.2 – Chỉ số hiệu chỉnh $\Delta\sigma$, đối với vòng có chu vi 60 mm của thiết bị đo sức căng, đã trừ đi trị số đọc được M

Khối lượng riêng, ρ , Mg/m ³	Trị số đọc, M									
	20	30	40	45	50	55	60	65	70	72
	Chỉ số hiệu chỉnh, $\Delta\sigma$									
0,85	2,5	3,3	3,9	4,1	4,2	4,3	4,3	4,3	4,2	4,2
0,95	2,6	3,5	4,1	4,3	4,5	4,7	4,8	4,8	4,8	4,8
1,05	2,6	3,6	4,3	4,6	4,8	5,0	5,1	5,2	5,3	5,3
1,15	2,7	3,7	4,4	4,8	5,0	5,3	5,5	5,6	5,7	5,8
1,25	2,7	3,8	4,6	4,9	5,2	5,5	5,7	5,9	6,1	6,1