

TCVN

TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

TCVN 5824 : 2008

ISO 176 : 2005

Xuất bản lần 2

**CHẤT DẸO –
XÁC ĐỊNH LƯỢNG CHẤT HÓA DẸO HAO HỤT –
PHƯƠNG PHÁP THAN HOẠT TÍNH**

*Plastics – Determination of loss of plasticizers –
Activated carbon method*



HÀ NỘI - 2008

Add: 8 Hoang Quoc Viet, Cau Giay, Hanoi

Tel: (84-4) 37564268 - Fax: (84-4) 38361500

Website: www.tcvninfo.org.vn

**This copy has been made by Information
Center for Standards, Metrology and Quality**

Lời nói đầu

TCVN 5824 : 2008 thay thế cho **TCVN 5824 : 1994**.

TCVN 5824 : 2008 hoàn toàn tương đương với **ISO 176 : 2005**.

TCVN 5824 : 2008 do Ban kỹ thuật tiêu chuẩn quốc gia
TCVN/TC61 *Chất dẻo* biên soạn, Tổng cục Tiêu chuẩn Đo lường
Chất lượng đề nghị, Bộ Khoa học và Công nghệ công bố.

Chất dẻo – Xác định lượng chất hóa dẻo hao hụt – Phương pháp than hoạt tính

Plastics – Determination of loss of plasticizers - Activated carbon method

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này qui định phương pháp thực nghiệm để xác định lượng khối lượng hao hụt của vật liệu chất dẻo trong các điều kiện thời gian và nhiệt độ xác định với sự có mặt của than hoạt tính.

Đặc biệt, các phương pháp này được sử dụng để xác định lượng mức độ giảm hàm lượng chất hóa dẻo của các vật liệu chất dẻo có chất hóa dẻo bằng phương pháp gia nhiệt trong trường hợp hàm lượng các chất bay hơi khác là không đáng kể.

Đây là các phương pháp thực nghiệm, chỉ thích hợp để so sánh nhanh độ giảm hàm lượng chất hóa dẻo, hay của các hợp chất dễ bay hơi nói chung, của các chất dẻo khác nhau.

Các phương pháp này cũng có thể được sử dụng để so sánh hai loại chất hóa dẻo, khi đó các hợp chất chuẩn có thể được chuẩn bị trên cơ sở nhựa đã được khảo sát kỹ, đã biết tỷ lệ giữa nhựa và chất hóa dẻo.

CHÚ THÍCH Các so sánh này chỉ có thể thực hiện khi các mẫu thử có cùng độ dày. Nếu như sau khi mẫu được ổn định lại, độ ẩm của mẫu thử bằng với độ ẩm của mẫu thu được sau khi ổn định lần đầu, thì ảnh hưởng của độ ẩm có thể bỏ qua.

Hai phương pháp được qui định:

- Phương pháp A: Mẫu thử được tiếp xúc trực tiếp với than; phương pháp này đặc biệt hữu dụng đối với các loại vật liệu cần thử nghiệm ở nhiệt độ tương đối thấp vì ở nhiệt độ cao hơn các vật liệu này sẽ bị nóng chảy.
- Phương pháp B: Mẫu thử được đặt trong lồng lưới nhằm ngăn sự tiếp xúc trực tiếp giữa mẫu thử với cacbon.

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 bản mới nhất, bao gồm cả các bản sửa đổi (nếu có).

ISO 291 Plastics – Standard atmospheres for conditioning and testing (Chất dẻo – Môi trường chuẩn để ổn định và thử nghiệm).

ISO 293 Plastics – Compression moulding of test specimens of thermoplastic materials (Chất dẻo – Đúc ép mẫu thử các vật liệu nhiệt dẻo).

3 Thiết bị, dụng cụ và vật liệu

3.1 Cân phân tích, chính xác đến 0,000 1 g.

3.2 Panme, chính xác đến 0,01 mm.

3.3 Bể ổn nhiệt hoặc tủ sấy, có khả năng duy trì nhiệt độ thử chính xác ± 1 °C trong dải nhiệt độ từ 50 °C đến 150 °C.

3.4 Bình chứa bằng kim loại, có dạng hình trụ, đường kính khoảng 100 mm và chiều cao khoảng 120 mm, có nắp đậy không kín khí; có thể sử dụng một nắp đậy có lỗ nhỏ thông hơi với đường kính 3 mm.

3.5 Lồng kim loại, được làm từ lưới đồng với đường kính mắt lưới khoảng 500 μ m, đường kính 60 mm và chiều cao 6 mm, được tạo ra bằng cách hàn một dải lưới đồng vuông góc với đường biên của lưới đồng hình đĩa tròn và có một nắp hình trụ tương tự nhưng lớn hơn một chút.

3.6 Than hoạt tính, có kích cỡ hạt khoảng từ 4 mm đến 6 mm, không có bụi than.

Loại và hạng của than phải được xác định rõ để nhận được kết quả phù hợp. ¹⁾

Trước khi sử dụng, than cần được rây và sấy khô đến khối lượng không đổi ở 70 °C, tốt nhất là ở điều kiện chân không và bảo quản trong bình chứa kín khí. Sử dụng than mới cho mỗi phép thử.

4 Mẫu thử

Mẫu thử phải có dạng đĩa tròn với đường kính 50 mm $\pm$ 1 mm và chiều dày 1 mm $\pm$ 0,1 mm, được cắt ra từ tấm mẫu đúc ép có chiều dày thích hợp.

Nếu phép thử được thực hiện để xác định các đặc tính của chất hóa dẻo nhất định, thì sử dụng các hợp chất tiêu chuẩn có thành phần cho trước theo thỏa thuận giữa người mua và người bán.

Đối với mỗi loại vật liệu, cần thử nghiệm ít nhất ba mẫu thử.

CHÚ THÍCH Đối với mục đích đặc biệt, có thể cần sử dụng mẫu thử có hình dạng và kích thước khác nhau. Tuy nhiên, việc so sánh các kết quả chỉ có thể cho các mẫu thử có cùng chiều dày.

¹⁾ Loại than hoạt tính thích hợp có bán sẵn trên thị trường.

Loại vải có phủ và các màng chất dẻo có lớp lót khác có thể được thử nghiệm theo phương pháp này, sử dụng các mẫu thử cắt trực tiếp từ mẫu nhận được.

5 Ổn định

Trừ khi có qui định khác, các mẫu thử phải được ổn định ở một trong những môi trường qui định trong ISO 291.

6 Cách tiến hành

6.1 Phương pháp A – Mẫu thử tiếp xúc trực tiếp với than hoạt tính

6.1.1 Sau khi ổn định, cân mỗi mẫu thử chính xác đến 0,001 g và xác định chiều dày trung bình chính xác đến 0,01 mm.

6.1.2 Đặt một mẫu thử xuống đáy của bình chứa kim loại (3.4) và rải khoảng 120 cm³ than hoạt tính (3.6) lên mẫu thử này. Đặt hai mẫu thử nữa vào bình chứa, mỗi mẫu được phủ bởi 120 cm³ than. Cuối cùng đậy nắp bình chứa.

6.1.3 Chỉ có các mẫu thử có cùng thành phần được đặt trong cùng bình chứa, để tránh khả năng các chất hóa dẻo hoặc các thành phần bay hơi khác xâm nhập từ mẫu này sang mẫu kia.

6.1.4 Đặt bình chứa trong tủ sấy hoặc bể ổn nhiệt được kiểm soát nhiệt độ ở 70 °C ± 1 °C.

6.1.5 Sau 24 h, lấy bình chứa ra khỏi tủ sấy hoặc bồn và để nguội đến nhiệt độ phòng. Lấy các mẫu ra khỏi bình chứa, cẩn thận chải sạch bụi than dính trên mẫu và ổn định lại ở cùng các điều kiện mà mẫu được ổn định trước lần cân đầu tiên.

6.1.6 Cân lại mỗi mẫu chính xác đến 0,001 g.

6.2 Phương pháp B – Mẫu thử trong lồng lưới

Cách tiến hành tương tự như đã sử dụng trong phương pháp A, có hai khác biệt là: (1) từng mẫu thử được đặt vào trong lồng lưới kim loại (3.5), do vậy tránh tiếp xúc trực tiếp giữa chất dẻo và than, và (2) nhiệt độ thử nghiệm ở 100 °C ± 1 °C.

Sau 24 h, lấy mẫu ra khỏi bình chứa, ổn định lại và cân (như qui định trong 6.1.5 và 6.1.6).

Đối với các vật liệu khác nhau, các nhiệt độ và khoảng thời gian thử nghiệm khác nhau có thể thỏa thuận giữa các bên liên quan, nhưng các cách tiến hành thử nghiệm như nhau.

7 Biểu thị kết quả

Sự thay đổi khối lượng, Δm , tính bằng phần trăm theo công thức (1).

$$\Delta m = \frac{m_0 - m_1}{m_0} \times 100 \quad (1)$$

trong đó

m_0 là khối lượng của mẫu thử sau khi ổn định, tính bằng gam.

m_1 là khối lượng của mẫu thử sau khi xử lý trong tủ sấy hoặc bể ổn nhiệt và ổn định lại, tính bằng gam.

Mức hao hụt chất hóa dẻo của vật liệu thử là giá trị hao hụt trung bình của ba mẫu thử.

8 Độ chụm

Dữ liệu độ chụm được chỉ ra trong Bảng 1.

Bảng 1 – Dữ liệu độ chụm đối với ba chất hóa dẻo khác nhau được thử theo phương pháp A

Chất hóa dẻo	Tính bay hơi	Mức hao hụt trung bình trong 24 h (%)	Độ lệch chuẩn trung bình trong cùng phòng thử nghiệm	Độ lệch chuẩn trung bình giữa các phòng thử nghiệm	Giới hạn độ lặp lại trong một phòng thử nghiệm	Giới hạn độ tái lập giữa các phòng thử nghiệm
1	Cao	19,46	0,70	2,43	1,98	6,88
2	Trung bình	3,83	0,35	0,87	0,98	2,48
3	Thấp	0,81	0,12	0,42	0,35	1,20
CHÚ THÍCH Công bố độ chụm này dựa trên các phép thử của ba vật liệu được thực hiện bởi năm phòng thử nghiệm khác nhau. Tất cả các mẫu được chuẩn bị từ một nơi, nhưng các mẫu riêng lẻ được chuẩn bị bởi phòng thử nghiệm thử các mẫu đó. Mỗi kết quả thử là giá trị trung bình của 23 phép xác định riêng biệt.						

Đối với các phép thử được thực hiện ở trong một phòng thử nghiệm sử dụng cùng thiết bị, trong cùng ngày, hai mẫu thử được cho là không tương đương nếu chênh lệch giữa các mức hao hụt của chúng lớn hơn giới hạn độ lặp lại trong một phòng thử nghiệm.

Đối với các phép thử được thực hiện bởi các thí nghiệm viên khác nhau sử dụng thiết bị khác nhau, trong các ngày khác nhau, hai kết quả thử được cho là không tương đương nếu chênh lệch của hai kết quả lớn hơn giới hạn độ tái lập giữa các phòng thử nghiệm

9 Báo cáo thử nghiệm

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

a) Viện dẫn tiêu chuẩn này;

- b) Thông tin đầy đủ về mẫu và qui trình sử dụng để chuẩn bị mẫu;
 - c) Chiều dày của mỗi mẫu thử, chính xác đến 0,01 mm;
 - d) Qui trình ổn định đã sử dụng;
 - e) Nhiệt độ thử nghiệm, thời gian thử và phương pháp tiến hành (nghĩa là phương pháp A hay phương pháp B);
 - f) Sự thay đổi khối lượng của mỗi mẫu thử trước khi thử, tính bằng gam; và sự tăng thêm hay giảm khối lượng trong quá trình thử, tính bằng miligam;
 - g) Giá trị trung bình nhận được từ ba mẫu thử;
 - h) Bất kỳ sự thay đổi nào về ngoại quan của các mẫu thử quan sát được;
 - i) Ngày thử nghiệm.
-