

**TCVN 10522-5:2014
ISO 3451-5:2002**

Xuất bản lần 1

**CHẤT DẺO – XÁC ĐỊNH TRO –
PHẦN 5: POLY(VINYL CLORUA)**

*Plastics – Determination of ash –
Part 5: Poly(vinyl chloride)*

HÀ NỘI – 2014

Mục lục

Trang

Lời nói đầu	4
1 Phạm vi áp dụng	5
2 Tài liệu viện dẫn	5
3 Nguyên tắc	5
4 Thuốc thử (chỉ đối với phương pháp B và C)	6
5 Thiết bị, dụng cụ	6
6 Chú ý về sự an toàn	7
7 Cách tiến hành	7
8 Số lần xác định	9
9 Biểu thị kết quả	9
10 Độ chính xác và độ chụm	10
11 Báo cáo thử nghiệm	10

Lời nói đầu

TCVN 10522-5:2014 hoàn toàn tương đương với ISO 3451-5:2002.

TCVN 10522-5:2014 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.

Bộ TCVN 10522 (ISO 3451), *Chất dẻo – Xác định tro*, gồm các phần sau:

- TCVN 10522-1:2014 (ISO 3451-1:2008), *Phần 1: Phương pháp chung*;
- TCVN 10522-2:2014 (ISO 3451-2:1998), *Phần 2: Poly(alkylen terephthalat)*;
- TCVN 10522-3:2014 (ISO 3451-3:1984), *Phần 3: Xenlulo acetat không hóa dẻo*;
- TCVN 10522-4:2014 (ISO 3451-4:1998), *Phần 4: Polyamid*;
- TCVN 10522-5:2014 (ISO 3451-5:2002), *Phần 5: Poly(vinyl clorua)*.

Chất dẻo – Xác định tro – Phần 5: Poly(vinyl clorua)

*Plastics – Determination of ash –
Part 5: Poly(vinyl chloride)*

CẢNH BÁO: Tiêu chuẩn này có thể có mối nguy hại liên quan đến hóa chất, vật liệu, thao tác và thiết bị. Tiêu chuẩn này không đề cập đến tất cả các vấn đề an toàn liên quan khi sử dụng. Người sử dụng có trách nhiệm thiết lập các qui định về an toàn và sức khỏe phù hợp và xác định việc có thể áp dụng được những hạn chế trước khi sử dụng.

Poly(vinyl clorua) giải phóng ra hydro clorua do sự phân hủy nhiệt và cần phải chú ý tránh hít phải khói của chất này hoặc những khói khác.

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này qui định ba phương pháp xác định tro của poly(vinyl clorua). Tiến hành theo quy trình chung được qui định trong TCVN 10522-1 (ISO 3451-1). Đối với tro, sử dụng phương pháp A. Đối với các tro sulfat hóa, sử dụng phương pháp B và C. Tất cả ba phương pháp đều có thể áp dụng đối với nhựa, hỗn hợp và sản phẩm hoàn thiện. Phương pháp B và C có thể áp dụng được khi có mặt hỗn hợp có chứa chì.

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 10522-1:2014 (ISO 3451-1:2008)¹⁾, *Chất dẻo – Xác định tro – Phần 1: Phương pháp chung*

¹⁾ Bản gốc viện dẫn ISO 3451-1:1997.

3 Nguyên tắc

3.1 Phương pháp A (nung trực tiếp)

Chất hữu cơ trong phần mẫu thử được đốt cháy hết và cặn được gia nhiệt tại nhiệt độ 950 °C cho đến khi đạt được khối lượng không đổi.

3.2 Phương pháp B (nung, với việc xử lý axit sulfuric trước khi đốt)

Chất hữu cơ trong phần mẫu thử được đốt cháy hết, sử dụng axit sulfuric đậm đặc chuyển hóa cặn thành sulfat và cuối cùng cặn được gia nhiệt tại nhiệt độ 950 °C cho đến khi đạt được khối lượng không đổi.

3.3 Phương pháp C (nung, với việc xử lý axit sulfuric sau khi đốt)

Chất hữu cơ trong phần mẫu thử được đốt cháy hết sau khi cho thêm axit sulfuric đậm đặc và cặn được gia nhiệt tại nhiệt độ 950 °C cho đến khi đạt được khối lượng không đổi. Phương pháp này được khuyến nghị sử dụng hơn là phương pháp B vì kết quả có độ tái lập tốt hơn.

Phương pháp B hoặc phương pháp C được sử dụng nếu hợp chất có chứa chì.

4 Thuốc thử (chỉ đối với phương pháp B và C)

4.1 Axit sulfuric, khối lượng riêng 1,84 g/ml, cấp tinh khiết phân tích.

4.2 Axit acetic, 100 % cấp tinh khiết phân tích.

CẢNH BÁO: Cần chú ý cẩn thận khi thao tác với axit sulfuric và axit acetic.

5 Thiết bị, dụng cụ

Thiết bị, dụng cụ theo qui định trong TCVN 10522-1 (ISO 3451-1), và cụ thể:

5.1 **Chén nung có nắp**, được chế tạo bằng vật liệu silic dioxit, platin hoặc sứ, đường kính phần trên từ 45 mm đến 75 mm, chiều cao bằng với đường kính. Kích cỡ phải đảm bảo phần mẫu thử không quá một nửa chén nung.

5.2 **Đèn Bunsen**, có gối đỡ tam giác bằng silic dioxit và giá ba chân hoặc thiết bị gia nhiệt phù hợp khác.

5.3 **Lò muffle hoặc lò vi sóng**, có khả năng duy trì tại nhiệt độ 950 °C ± 50 °C.

5.4 **Pipet**, có dung tích phù hợp (chỉ đối với phương pháp B và C).

CẢNH BÁO: Trong 7.3.4 và 7.4.3 yêu cầu sử dụng pipet để thêm axit sulfuric đậm đặc. Axit phải được đưa vào trong pipet bằng cách sử dụng thiết bị phù hợp (ví dụ quả bóng hút bằng cao su) và không bao giờ được hút bằng miệng.

5.5 Bình hút ẩm, có chứa chất làm khô hiệu quả, không phản ứng hóa học với hợp chất tro.

CHÚ THÍCH: Trong một số trường hợp, ái lực của tro đối với nước có thể lớn hơn ái lực của chất làm khô được sử dụng.

5.6 Cân phân tích, có độ chính xác đến 0,1 mg.

5.7 Chén cân.

6 Chú ý về sự an toàn

6.1 Luôn đeo kính an toàn khi làm việc trong phòng thử nghiệm.

6.2 Thực hiện tất cả các cảnh báo về an toàn thông thường khi làm việc với ngọn lửa trần hoặc tại nhiệt độ cao. Sử dụng găng tay cách nhiệt và cái kẹp chén nung dài khi đặt mẫu vào trong lò muffle hoặc khi lấy mẫu ra.

6.3 Thực hiện gia nhiệt mẫu trong tủ hút và khi nung, sử dụng lò muffle có đối lưu thích hợp.

6.4 Đọc cẩn thận và tuân thủ nghiêm ngặt các chỉ dẫn trong nội dung cảnh báo tại phần đầu tiêu chuẩn và trong Điều 4, 5.4 và 7.4.3.

7 Cách tiến hành

7.1 Phần mẫu thử

Kích cỡ phần mẫu thử khuyến nghị được nêu trong Bảng 1.

Bảng 1 – Khối lượng phần mẫu thử

Mẫu	Phần mẫu thử g
Nhựa	5
Hỗn hợp hoặc viên khô, sản phẩm có hàm lượng chất độn > 10 %	2
Hỗn hợp hoặc viên khô, sản phẩm không có chất độn hoặc có hàm lượng chất độn ≤ 10 %	5

7.2 Phương pháp A (xác định tro chưa sulfat hóa)

7.2.1 Gia nhiệt chén nung và nắp chén sạch (5.1) trong lò muffle (5.3) tại nhiệt độ $950\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 50\text{ }^{\circ}\text{C}$ trong 10 min và để nguội trong bình hút ẩm (5.5) đến nhiệt độ phòng. Cân chén nung có cả nắp, chính xác đến 0,1 mg.

7.2.2 Đưa vào chén nung một lượng mẫu thích hợp (xem Bảng 1) (mẫu sản phẩm hoàn thiện nên được cắt thành các mảnh nhỏ). Cân chén nung có cả nắp và phần mẫu thử chính xác đến 0,1 mg và tính khối lượng của phần mẫu thử (m_0).

7.2.3 Gia nhiệt chén nung trực tiếp trên thiết bị gia nhiệt (5.2) sao cho phần mẫu thử cháy từ từ và tránh thất thoát tro. Tiếp tục thao tác này cho đến khi không còn khói bốc ra.

Trong trường hợp đốt với ngọn lửa mạnh, phần mẫu thử phải được bổ sung tương ứng.

7.2.4 Đậy một phần nắp chén nung sao cho chất bay hơi thoát ra không mang theo các hạt tro. Đặt chén nung tại miệng lò muffle duy trì nhiệt độ tại $950\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 50\text{ }^{\circ}\text{C}$ (nhiệt độ trong khu vực miệng lò khoảng $300\text{ }^{\circ}\text{C}$ đến $400\text{ }^{\circ}\text{C}$), sau đó đưa từ từ chén nung vào trong lò. Nung trong 30 min tại nhiệt độ $950\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 50\text{ }^{\circ}\text{C}$.

Nắp chén được khuyến nghị thiết kế sao cho khi đặt trên chén nung, nắp vừa với chén nung nhưng không đậy chặt hoàn toàn chén nung.

7.2.5 Lấy chén nung có nắp đậy ra khỏi lò, để chén trong bình hút ẩm, để nguội đến nhiệt độ phòng và cân chính xác đến 0,1 mg (m_1).

7.2.6 Nung lại, theo cùng điều kiện giống nhau, cho đến khi đạt được khối lượng không đổi; nghĩa là cho đến khi kết quả của hai lần cân liên tiếp không chênh lệch nhau quá 0,5 mg. Tổng thời gian gia nhiệt trong lò không được quá 3 h. Nếu không đạt được khối lượng không đổi sau khoảng thời gian này, khối lượng sau 3 h sẽ được sử dụng để tính kết quả thử.

7.3 Phương pháp B (xác định tro sulfat)

7.3.1 Thực hiện như chi tiết trong 7.2.1.

7.3.2 Thực hiện như chi tiết trong 7.2.2.

7.3.3 Thực hiện như chi tiết trong 7.2.3.

7.3.4 Sau khi để chén nung và lượng mẫu nguội, sử dụng pipet có dung tích phù hợp (5.4) thêm axit sulfuric đậm đặc (4.1) từng giọt cho đến khi cạn được thấm ướt hoàn toàn. Gia nhiệt cẩn thận trên thiết bị gia nhiệt phù hợp (5.2) cho đến khi không còn khói bốc ra, chú ý tránh làm vung vãi lượng mẫu trong chén nung.

7.3.5 Sau khi để chén nung nguội, nếu vẫn có sự xuất hiện của carbon, cho thêm 1 giọt đến 5 giọt axit sulfuric và gia nhiệt lại cho đến khi ngừng không còn bốc khói trắng.

7.3.6 Đặt chén nung tại miệng của lò muffle (5.3) duy trì tại nhiệt độ $950^{\circ}\text{C} \pm 50^{\circ}\text{C}$ và tiến hành như chi tiết trong 7.2.4, 7.2.5 và 7.2.6. Cặn sau khi nung sẽ là màu xám hoặc trắng, không phải là màu đen.

7.4 Phương pháp C (xác định tro sulphat)

7.4.1 Thực hiện như chi tiết trong 7.2.1.

7.4.2 Thực hiện như chi tiết trong 7.2.2.

7.4.3 Sử dụng pipet, thêm từng giọt một lượng ít nhất có thể axit sulfuric đậm đặc (4.1) để làm ướt đều phần mẫu thử. Đặt chén nung và gia nhiệt trên thiết bị gia nhiệt. Lặp lại thao tác này cho đến khi kết thúc việc cracking và carbon hóa.

Trong trường hợp axit sulfuric có xu hướng tràn qua thành chén hoặc một số phần mẫu thử có xu hướng bị thất thoát khỏi chén do phản ứng mạnh, axit sulfuric đậm đặc có thể được thay thế bằng hỗn hợp axit acetic đậm đặc và axit sulfuric đậm đặc. Sử dụng hỗn hợp axit này phải có được sự thỏa thuận của các bên liên quan, và ghi lại trong báo cáo thử nghiệm.

CẢNH BÁO: Carbon hóa phải được thực hiện trước khi đốt cháy do cháy nổ xảy ra nếu chén nung được đặt trong lò ngay sau khi cho thêm axit sulfuric.

Cần cẩn thận khi chuẩn bị và thao tác hỗn hợp axit acetic đậm đặc và axit sulfuric đậm đặc.

7.4.4 Thực hiện như chi tiết trong 7.2.4.

7.4.5 Thực hiện như chi tiết trong 7.2.5.

7.4.6 Thực hiện như chi tiết trong 7.2.6.

8 Số phép xác định

Thực hiện hai phép xác định. Tính giá trị trung bình của các kết quả. Nếu kết quả thử nghiệm đơn lẻ khác giá trị trung bình hơn 5 %, lặp lại quy trình cho đến khi kết quả của hai lần thử liên tiếp không chênh nhau quá 5 % giá trị trung bình của chúng.

9 Biểu thị kết quả

Hàm lượng tro không sulfat (phương pháp A) hoặc hàm lượng tro sulfat (phương pháp B và C), được tính bằng gam trên 100 g mẫu, theo công thức:

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

trong đó:

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

m_1 là khối lượng của tro thu được, tính bằng gam.

10 Độ chính xác và độ chụm

Độ chính xác và độ chụm của những phương pháp này chưa được biết rõ do không có số liệu liên phòng thử nghiệm. Do nhiều dạng thức có chứa poly(vinyl clorua), không thể đưa ra giới hạn cụ thể cho tất cả các dạng thức này.

11 Báo cáo thử nghiệm

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

- a) viện dẫn tiêu chuẩn này;
 - b) tất cả các chi tiết cần thiết để nhận dạng hoàn toàn mẫu, bao gồm chủng loại, mã của nhà sản xuất, nguồn, thương hiệu, v.v...;
 - c) phương pháp được sử dụng (phương pháp A, B hoặc C);
 - d) khối lượng của mỗi phần mẫu thử trong hai phần mẫu thử được sử dụng;
 - e) kết quả đơn lẻ của hai phép xác định và hàm lượng tro trung bình;
 - f) nếu khối lượng không đổi không đạt được sau tổng thời gian 3 h, báo cáo việc này (xem 7.2.6);
 - g) nếu sử dụng hỗn hợp của axit sulfuric đậm đặc và axit acetat đậm đặc đối với phương pháp C, báo cáo tỷ lệ của các axit trong hỗn hợp (xem 7.4.3);
 - h) ngày thử nghiệm.
-