

TCVN

TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

TCVN 12001:2018

ASTM D3826-98

Xuất bản lần 1

**CHẤT DẼO CÓ KHẢ NĂNG PHÂN HỦY –
POLYETYLEN VÀ POLYPROPYLENE –
XÁC ĐỊNH ĐIỂM PHÂN HỦY CUỐI CÙNG
SỬ DỤNG PHÉP THỬ KÉO**

*Standard Practice for Determining Degradation End Point in Degradable Polyethylene and
Polypropylene Using a Tensile Test*

HÀ NỘI – 2018

Lời nói đầu

TCVN 12001:2018 được xây dựng trên cơ sở chấp nhận hoàn toàn tương đương với ASTM D 3826-98 (Reapproved 2013), Standard practice for determining degradation end point in degradable polyethylene and polypropylene using a tensile test, với sự cho phép của ASTM quốc tế, 100 Barr Harbor Drive, West Conshohocken, PA 19428, USA. Tiêu chuẩn ASTM D 3826-98 (Reapproved 2013) thuộc bản quyền ASTM quốc tế.

TCVN 12001:2018 do Tổng cục Môi trường biên soạn, Bộ Tài nguyên và Môi trường đề nghị, Tổng cục Tiêu chuẩn Đo lường Chất lượng thẩm định, Bộ Khoa học và Công nghệ công bố.

Chất dẻo có khả năng phân hủy – Polyetylen và polypropylen – Xác định điểm phân hủy cuối cùng sử dụng phép thử kéo

Standard practice for determining degradation end point in degradable polyethylene and polypropylene using a tensile test

1 Phạm vi áp dụng

1.1 Tiêu chuẩn này quy định phương pháp xác định điểm phân hủy cuối cùng (một điểm gãy giòn) đối với màng và tấm polyetylen/polypropylen có độ dày nhỏ hơn 1,0 mm (0,04 in.). Tiêu chuẩn này không nhằm mục đích xác định tốc độ phân hủy của màng hoặc tấm polyetylen/polypropylen, nhưng được sử dụng để đánh giá khi sự phân hủy của chúng dưới một vài điều kiện đạt đến điểm gãy giòn. Nếu cần kiểm soát độ giãn dài khi đứt của chúng trong quá trình phân hủy (ví dụ khi độ giãn dài khi đứt lớn hơn 5 %), nên sử dụng phép thử ASTM D 882. Tiêu chuẩn này không phải là tiêu chuẩn duy nhất được dùng để xác định điểm cuối phân hủy.

1.2 Tính chất kéo của chất dẻo có độ dày lớn hơn hoặc bằng 1,0 mm (0,04 in.) phải được xác định theo phép thử ASTM D 638.

1.3 Sử dụng phép thử có tốc độ tách rời ngẫu nhiên không đổi. Quy trình này đưa ra tốc độ tách rời không đổi của các ngẫu nhiên giữ mẫu và một tải trọng tĩnh.

CHÚ THÍCH 1 Quy trình này dựa trên việc sử dụng sự tách rời ngẫu nhiên để xác định sự kéo giãn; tuy nhiên, mong muốn sử dụng các chỉ thị kéo giãn chính xác đến $\pm 1,0$ % hoặc tốt hơn như được quy định trong phương pháp ASTM D 638 đã được công nhận và điều khoản về việc sử dụng thiết bị như vậy đã được quy định trong quy trình này.

1.4 Quy trình này đã thành công trong việc xác định điểm cuối phân hủy của polyme đồng trùng hợp etylen-carbon-monoxit và đã được đánh giá thành công với hai loại polyetylen bổ sung phụ gia khác trong một thử nghiệm liên phòng.

1.5 Các giá trị trong tiêu chuẩn được tính theo hệ đơn vị SI. Các giá trị cho trong ngoặc đơn chỉ để tham khảo.

1.6 Tiêu chuẩn này không đề cập đến yếu tố an toàn, nếu có liên quan đến việc sử dụng tiêu chuẩn. Người sử dụng tiêu chuẩn này phải có trách nhiệm thiết lập các thực hành an toàn và sức khỏe phù hợp và xác định khả năng áp dụng của các giới hạn quy định trước khi sử dụng.

2 Tài liệu viện dẫn

Các tài liệu viện dẫn sau rất cần thiết cho việc áp dụng tiêu chuẩn này. Đối với các tài liệu viện dẫn ghi năm công bố thì áp dụng phiên 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).

2.1 Tiêu chuẩn ASTM

ASTM D 374, *Test methods for thickness of solid electrical insulation* (Phương pháp xác định độ dày của chất cách điện rắn) (hủy năm 2013).

ASTM D 618 *Practice for conditioning plastics for testing* (Hướng dẫn để điều hòa chất dẻo dùng cho thử nghiệm).

ASTM D 638 *Test method for tensile properties of plastics* (Phương pháp xác định các tính chất kéo đứt của chất dẻo).

ASTM D 882 *Test method for tensile properties of thin plastic sheeting* (Phương pháp xác định các tính chất kéo đứt của tấm chất dẻo mỏng).

ASTM D 5208 *Practice for fluorescent ultraviolet (UV) exposure of photodegradable plastics* (Hướng dẫn cho chất dẻo có khả năng phân hủy quang học tiếp xúc tia cực tím huỳnh quang).

ASTM E 691 *Practice for conducting an interlaboratory study to determine the precision of a test method* (Hướng dẫn tiến hành nghiên cứu liên phòng để xác định độ chụm của phương pháp thử).

3 Thuật ngữ và định nghĩa

Trong tiêu chuẩn này áp dụng các định nghĩa và thuật ngữ sau:

3.1 Định nghĩa

3.1.1 *Các định nghĩa của thuật ngữ và ký hiệu liên quan đến phép thử kéo của chất dẻo trong Phụ lục của phương pháp ASTM D 638.*

3.1.2

Ngàm kẹp thẳng (line grips)

(trong máy kéo đứt) các ngàm kẹp có mặt ngàm kẹp được thiết kế để tập trung toàn bộ lực ngàm kẹp dọc theo một đường thẳng đơn vuông góc với hướng của ứng suất kéo.

3.1.3

Phá hủy xé (tear failure)

(trong phép thử kéo màng) phá hủy được đặc trưng bởi phá hủy ban đầu xảy ra tại một mép của mẫu thử và có xu hướng phát triển dọc theo mẫu ở tốc độ chậm đủ để tạo ra một đường tải trọng-biến dạng không theo quy tắc.

3.2 Các định nghĩa của thuật ngữ riêng cho tiêu chuẩn này

3.2.1

Màng (film)

Theo mục đích của tiêu chuẩn này, là miếng vật liệu có độ dày không vượt quá 0,25 mm (0,01 in.)

3.2.2

Điểm gãy giòn (brittle point)

(đối với màng polyetylen/polypropylen có khả năng phân hủy) là điểm của một vật liệu mà tại đó 75 % số mẫu được thử có độ giãn dài khi đứt nhỏ hơn hoặc bằng 5 %.

4 Ý nghĩa và sử dụng

4.1 Tính chất giãn dài khi kéo được xác định theo quy trình này có giá trị đối với việc xác định đặc tính của các vật liệu có khả năng phân hủy. Tính chất giãn dài khi kéo này có thể thay đổi theo độ dày mẫu thử, phương pháp chuẩn bị, tốc độ kéo, loại ngàm kẹp sử dụng và phương pháp đo độ giãn dài. Kết quả là để có các kết quả có thể so sánh chính xác, các yếu tố này phải được kiểm soát cẩn thận.

4.2 Tính chất giãn dài khi kéo có thể được sử dụng để đưa ra các dữ liệu nghiên cứu và phát triển, các yêu cầu thiết kế kỹ thuật cũng như kiểm soát chất lượng. Tuy nhiên, dữ liệu từ các phép thử này không thực sự quan trọng đối với các áp dụng khác nhau về thang tải trọng-thời gian của phép thử được thực hiện.

4.3 Các vật liệu bị phá hủy do xé cung cấp dữ liệu không theo quy tắc và không thể so sánh với các dữ liệu phá hủy thông thường.

4.4 Trước khi thực hiện phép thử này, phải dẫn chiếu đến các yêu cầu của vật liệu sẽ được thử. Việc chuẩn bị mẫu, điều hòa, kích thước hoặc thông số thử bất kỳ cũng như những kết hợp được nêu trong yêu cầu kỹ thuật của vật liệu phải được ưu tiên so với các điều kiện được nêu trong tiêu chuẩn này. Nếu không có các quy định kỹ thuật của vật liệu thì áp dụng theo các điều kiện đã được ấn định.

5 Thiết bị, dụng cụ

5.1 Thiết bị thử

5.1.1 Sử dụng thiết bị thử loại có tốc độ tách rời ngàm ngàm kẹp không đổi. Thiết bị này phải được lắp với một hệ thống tải trọng, di chuyển tối đa 2 % so với khoảng độ giãn dài của mẫu thử trong khoảng sẽ được đo. Thiết bị cũng phải có một dụng cụ để ghi nhận tải trọng kéo và khoảng tách rời của các ngàm kẹp; cả hai hệ thống đo này đều phải có độ chính xác đến ± 2 %. Tốc độ tách rời các ngàm kẹp phải đồng đều và có khả năng điều chỉnh được trong khoảng từ 1,3 mm/min đến 500 mm/min (0,05 in./min đến 20 in./min) với số gia cần thiết để tạo ra tốc độ biến dạng như quy định trong 9.2.

5.2 Ngàm kẹp, sử dụng hệ thống ngàm kẹp có thể giảm thiểu việc gây trượt mẫu và phân bố ứng suất không đều lên mẫu thử.

CHÚ THÍCH 2 Các ngàm kẹp có lót cao su mỏng, vải crocus hoặc băng nhạy áp cũng như ngàm kẹp mặt phẳng gấp hoặc ngàm kẹp có răng cưa là loại ngàm kẹp phù hợp với nhiều loại vật liệu. Việc lựa chọn sử dụng bề mặt

ngâm kẹp phụ thuộc vào vật liệu được thử và độ dày của mẫu. Thông thường, ngâm kẹp được lót trên mặt tròn bằng giấy thấm là loại thích hợp. Ngâm kẹp vận hành bằng khí nén thường sẽ thích hợp hơn, đặc biệt trong trường hợp vật liệu có xu hướng co lại trong ngâm kẹp, khi áp lực được duy trì trong toàn bộ thời gian. Trong trường hợp mẫu hay bị lỗi ở mép ngâm kẹp, có thể tăng nhẹ bán kính cong tại các mép nơi ngâm kẹp tiếp xúc với diện tích thử của mẫu.

5.3 Thước đo độ dày, micromet loại có đồng hồ đo như mô tả trong phương pháp C của ASTM D 374, có độ chính xác đến 0,0025 mm (0,0001 in.) hoặc chính xác hơn.

5.4 Thiết bị đo chiều rộng, thước đo phù hợp hoặc dụng cụ đo chiều rộng khác, có khả năng đo đến 0,25 mm (0,010 in.) hoặc chính xác hơn.

5.5 Dụng cụ cắt mẫu thử, cơ cấu có lắp lưỡi dao phù hợp để cắt giấy hoặc dụng cụ khác có khả năng cắt mẫu thử an toàn đến chiều rộng phù hợp và tạo ra mép cắt song song, sạch và thẳng mà không có các sai hỏng nhìn thấy. Một dụng cụ gồm hai dao song song gắn chắc chắn vào một khối cắt có đế cứng vững (giống như dao cắt giấy) đã được chứng minh là thỏa mãn yêu cầu. Việc sử dụng đe ấn không được khuyến cáo vì có thể tạo thành mép mẫu thử không đồng đều. Dao cắt bắt buộc phải được giữ sắc và không bị xước hoặc mẻ.

5.6 Chỉ thị độ giãn dài, nếu sử dụng chỉ thị độ giãn dài, phải phù hợp với các yêu cầu nêu trong ASTM D 638. Ngoài ra, các thiết bị này phải được thiết kế để giảm thiểu ứng suất lên mẫu thử tại các điểm tiếp xúc giữa mẫu thử và chỉ thị.

CHÚ THÍCH 3 Hệ thống ghi có tốc độ đáp ứng cao được mong muốn, đặc biệt khi tốc độ giãn dài cao tương đối được áp dụng cho các vật liệu cứng. Tốc độ của bút ghi được cung cấp bởi nhà sản xuất thiết bị. Cần thận để thực hiện các phép thử tại các điều kiện sao cho thời gian đáp ứng (khả năng của máy ghi theo tải trọng thực) có ít hơn 2 % lỗi.

6 Mẫu thử

6.1 Cắt các mẫu thử trước khi cho tiếp xúc. Cắt mẫu cẩn thận để tránh làm rách mẫu, gây ra phá hủy sớm (xem Chú thích 4). Mép cắt phải song song trong khoảng 5 % toàn bộ chiều rộng mẫu thử, ở giữa hai ngâm kẹp.

CHÚ THÍCH 4 Có thể sử dụng phương pháp kính hiển vi để phát hiện điểm không đạt do việc chuẩn bị mẫu hoặc mẫu thử.

6.2 Chuẩn bị mẫu thử có chiều dài và chiều rộng đồng đều. Ví dụ về các chiều dài và chiều rộng đặc trưng gồm

Chiều rộng, mm	Chiều dài, mm
13 (0,5 in.)	152 (6 in.)
25 (1,0 in.)	102 (4 in.)

6.2.1 Độ dày mẫu thử phụ thuộc vào độ dày của ứng dụng cuối. Độ dày mẫu thử phải tương đương với độ dày được quy định cho ứng dụng cuối.

6.3 Khi có thể, chọn mẫu thử sao cho độ dày mẫu đồng đều trong khoảng 10 % trên toàn bộ chiều dài mẫu giữa các ngàm kẹp với trường hợp vật liệu có độ dày nhỏ hơn hoặc bằng 0,25 mm/in. (0,010 in.) và trong khoảng 5 % với trường hợp vật liệu có độ dày lớn hơn 0,25 mm (0,010 in.) nhưng nhỏ hơn 1,00 mm (0,040 in.).

CHÚ THÍCH 5 Trong các trường hợp biến thiên độ dày vượt quá các giá trị được khuyến nghị trong 6.3, các kết quả có thể sẽ không đặc trưng cho vật liệu được thử.

6.4 Nếu có thể, chỉ cắt mẫu thử theo hướng kéo màng.

7 Số lượng mẫu thử

7.1 Lấy đủ số lượng mẫu thử theo hướng máy từ mỗi mẫu để đảm bảo thực hiện được bốn phép đo chấp nhận được (xem 4.3, 7.2). Mẫu bị đứt trong quá trình cho tiếp xúc phân hủy có thể được coi là có độ giãn dài tuyệt đối nhỏ hơn 5 % (xem 10.2).

CHÚ THÍCH 6 Khi phơi mẫu (đặc biệt phơi ngoài trời) đôi khi mẫu bị đứt và không thể thực hiện phép thử kéo đứt. Trong trường hợp đó, mẫu bị đứt gãy có thể được coi là đạt đến độ giãn dài tuyệt đối 5 % đối với mục đích xác định điểm gãy giòn.

7.2 Loại bỏ các mẫu thử bị hỏng tại các chỗ nứt rõ ràng hoặc bị hỏng ở bên ngoài chiều dài đo, trừ khi nghiên cứu các chỗ nứt hoặc các điều kiện dẫn đến một thay đổi mà ảnh hưởng của nó được nghiên cứu. Tuy nhiên, phá hủy tại ngàm kẹp (hỏng tại điểm tiếp xúc với ngàm kẹp) được chấp nhận nếu đã biết rằng các kết quả thu được từ các phép thử này được chấp nhận với các giá trị thu được từ các phá hủy xuất hiện trong khoảng chiều dài đo.

CHÚ THÍCH 7 Đối với một số vật liệu, việc kiểm tra mẫu trước và sau khi thử bằng kính phân cực quang học (các màng phân cực) đưa ra phương pháp hiệu quả để phát hiện chỗ nứt có thể là nguyên nhân của phá hủy sớm.

8 Điều hòa

8.1 Điều hòa

Điều hòa mẫu thử tại $23\text{ °C} \pm 2\text{ °C}$ ($73,4\text{ °F} \pm 3,6\text{ °F}$) và độ ẩm tương đối (50 ± 5) % trong thời gian không ít hơn 40 h trước khi thử theo Quy trình A của ASTM D 618.

8.2 Điều kiện thử

Tiến hành các phép thử trong môi trường chuẩn ở $23\text{ °C} \pm 2\text{ °C}$ ($73,4\text{ °F} \pm 3,6\text{ °F}$) và độ ẩm tương đối (50 ± 5) %.

9 Cách tiến hành

9.1 Đặt khoảng cách ban đầu của ngàm kẹp sao cho phù hợp với kích thước của mẫu thử.

9.2 Đặt tốc độ tách rời ngàm kẹp để có được tốc độ giãn ban đầu là 0,1 mm/mm.min.

9.3 Đo độ dày mẫu chính xác đến 0,0025 mm (0,0001 in.) hoặc tốt hơn đối với màng có độ dày nhỏ hơn 0,25 mm (0,010 in.) và ở độ chính xác đến 1 % hoặc tốt hơn đối với mẫu thử có độ dày lớn hơn 0,25 mm (0,010 in.) nhưng nhỏ hơn 1,0 mm (0,040 in.).

9.4 Đặt mẫu thử vào trong các ngàm kẹp của máy thử, chỉnh sao cho trục dọc của mẫu thử thẳng hàng với đường tưởng tượng nối các điểm tiếp xúc của ngàm kẹp với máy thử. Xiết ngàm kẹp đều và chắc chắn đủ để giảm thiểu sự trượt mẫu trong quá trình thử.

10 Tính toán

10.1 Tính phần trăm giãn dài khi đứt bằng cách chia độ giãn dài tại thời điểm đứt mẫu cho chiều dài đo ban đầu của mẫu và nhân với 100. Khi sử dụng đầu đo hoặc giãn kế để xác định một đoạn thử nhất định thì chỉ sử dụng chiều dài này. Báo cáo kết quả theo phần trăm hoặc đến hai chữ số có nghĩa.

10.2 Vật liệu này được coi là có điểm gãy giòn khi có nhiều hơn hoặc bằng 75 % số lượng mẫu thử có độ giãn dài đứt nhỏ hơn hoặc bằng 5 %.

11 Báo cáo thử nghiệm

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

11.1.1 Nhận biết đầy đủ vật liệu được thử, bao gồm loại, nguồn gốc, mã số nhà sản xuất, dạng, kích thước đặc trưng, lịch sử trước đó và hướng mẫu tương đương với tính không đẳng hướng (nếu có).

11.1.2 Phương pháp chuẩn bị mẫu thử.

11.1.3 Độ dày, chiều rộng và chiều dài mẫu thử.

11.1.4 Nhận biết đầy đủ về quy trình phơi hoặc quy trình sử dụng để phân rã mẫu thử.

11.1.5 Khoảng cách ngàm kẹp (ban đầu).

11.1.6 Tốc độ đầu ngàm kẹp (tốc độ tách rời ngàm kẹp).

11.1.7 Chiều dài đo (nếu khác khoảng tách rời đo).

11.1.8 Loại ngàm kẹp sử dụng, gồm cả mặt ngàm kẹp (nếu có).

11.1.9 Quy trình điều hòa (điều kiện thử, nhiệt độ và độ ẩm tương đối, nếu không tiêu chuẩn)

11.1.10 Hiện tượng bất thường như phá hủy xé và hỏng tại ngàm kẹp.

11.1.11 Phần trăm độ giãn dài khi đứt của từng mẫu và số lượng mẫu bị đứt trong khi phơi nhiễm.

11.1.12 Mẫu thử có đạt được điểm gãy giòn hay không và thời gian phơi nhiễm yêu cầu để đạt được.

11.1.13 Nêu rõ có sử dụng giãn kế hay không

12 Độ chụm và độ chệch

12.1 Một thử nghiệm liên phòng đã được thực hiện và phân tích theo ASTM E 691 đối với ba polyme polyolefin có khả năng phân hủy để đưa ra kết quả độ lặp lại và độ tái lập của độ giãn dài đứt như trong Bảng 1. Mỗi phòng thử nghiệm thử mẫu không phơi và mẫu đã phơi 240 h theo ASTM D 5208 (chu trình A).

Bảng 1 - Độ giãn dài khi đứt được xác định theo tiêu chuẩn

Vật liệu thử	Trung bình	Độ lệch chuẩn độ lặp lại S_r	Độ lệch chuẩn độ tái lập S_R	Giới hạn độ lặp lại r	Giới hạn độ tái lập R
ECO ^A , không phơi nhiễm	282,4	41,6	138,8	166,8	388,7
ECO, phơi 240 h ^B	2,5	1,8	2,1	5,1	6,0
LLDPE trong, ^C không phơi nhiễm	371,4	40,1	231,3	112,3	647,7
LLDPE trong, phơi 240h ^B	6,5	5,1	5,8	14,2	16,3
LLDPE trắng, không phơi nhiễm	235,4	34,3	146,5	96,0	410,2
LLDPE trắng, phơi 240h ^B	1,4	0,5	1,0	1,4	2,6

^A Vật liệu ECO là polyme etylen/CO, là loại phân rã khi phơi UV.

^B LLDPE và LLDPE trắng được thổi thành màng polyetylen tỷ trọng thấp tuyến tính có thêm phụ gia để tăng sự phân rã dưới ánh sáng mặt trời. LLDPE trong có màu tự nhiên, và LLDPE trắng có một số bột màu (pigment) trắng TiO₂.