TCVN TIÊU CHUẨN VIỆT NAM

TCVN 6514 - 5 : 1999

AS 2070 - 5 : 1993 (E)

VẬT LIỆU CHẤT DẺO TIẾP XÚC VỚI THỰC PHẨM PHẦN 5: POLYPROPYLEN

Plastics materials for food contact use – Part 5: Polypropylene

HÀ NỘI – 1999

Vật liệu chất dẻo tiếp xúc với thực phẩm – Phần 5: Polypropylen

Plastics materials for food contact use – Part 5: Polypropylen

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này qui định các yêu cầu đối với vật liệu chất dẻo polypropylen (dạng hạt hoặc dạng bột) dùng để sản xuất các vật dụng sử dụng tiếp xúc với thực phẩm.

2 Tiêu chuẩn trích dẫn

TCVN 6514 - 6 :1999 Vật liệu chất dẻo tiếp xúc với thực phẩm - Phần 6 : Chất mầu

TCVN 6514 - 8 :1999 Vật liệu chất dẻo tiếp xúc với thực phẩm - Phần 8 : Chất phụ gia.

3 Thành phần của polypropylen

3.1 Yêu cầu chung

Polypropylen phải được sản xuất bằng các phương pháp sau:

a) Trùng hợp riêng propylen hoặc đồng trùng hợp propylen với bất kì các monome nào ở 3.3 và chỉ sử dụng các chất xúc tác hay chất tạo nhũ tương ở 3.5 và 3.6.

b) Bờ-len hoá (blend) các polyme liệt kê ở 3.4.

Tất cả các polyme sử dụng để sản xuất polypropylen phải tuân thủ các phần tương ứng của tiêu chuẩn này.

Nếu cần các chất phụ gia khác để sản xuất vật liệu chất dẻo, chỉ được sử dụng các chất ở 3.7 và 3.8.

3.2 Tỷ lệ các mắt xích propylen trong polypropylen

Polyme tạo thành phải chứa ít nhất là 50 % các mắt xích propylen tính theo khối lượng.

3.3 Các monome

Có thể sử dụng các monome sau đây trong sản xuất polypropylen:

a) Có thể sử dụng riêng propylen trong sản xuất polypropylen

b) Có thể sử dụng propylen kết hợp với etylen hay các hydrocacbon loại anken-1 trong sản xuất các copolyme với propylen với điều kiện hydrocacbon loại anken-1 không chứa quá 8 nguyên tử cacbon và

các hydrocacbon anken-1 chứa từ 4 đến 8 nguyên tử cacbon không được chiếm quá 15 % của hỗn hợp polyme.

3.4 Bờ-len (blend) polyme

Có thể sử dụng các bờ-len polyme sau trong sản xuất copolyme với propylen :

a) Homopolyme và copolyme liệt kê ở 3.3

b) Homopolyme và copolyme liệt kê ở 3.3 và bờ-len của chúng liệt kê ở 3.4 a) với polyetylen, copolyme vinyl axetat và etylen, polyisobutylen, polystyren hoặc hỗn hợp của chúng với điều kiện polystyren không được vượt quá 10 % tính theo khối lượng polyme tạo thành.

3.5 Chất xúc tác

Tổng hàm lượng các kim loại sau do sử dụng chất xúc tác, còn lại trong polypropylen không được vượt quá 0,2 % tính theo khối lượng polypropylen

a) Nhôm

b) Canxi

c) Magiê

d) Kali

e) Natri

f) Titan

g) Kẽm

Không một kim loại nào khác không từ các chất xúc được tồn tại trong polypropylen.

3.6 Chất tạo nhũ tương và huyền phù

Có thể sử dụng các chất tạo nhũ tương và huyền phù sau đây trong sản xuất polypropylen với điều kiện tổng hàm lượng của chúng còn lại trong polyme không được quá 0,5 % tính theo khối lượng :

a) Muối sunfat của natri, kali, canxi, amoni với gốc ankyl và ankylaryl với nhóm ankyl là C_{10} đến C_{20}.

b) Muối sunfonat của natri, kali, canxi và amoni với gốc ankyl và ankylaryl với nhóm ankyl C_{10} đến C_{20}.

c) Sản phẩm trùng ngưng của etylen oxit với rượu đơn chức mạch thẳng từ C_{10} đến C_{20} và muối sunfat của chúng với natri, kali và amoni.

d) Sản phẩm trùng ngưng của etylen oxit với rượu mạch thẳng đơn chức C_{10} đến C_{20} và muối sunfat của chúng với natri, kali và amoni.

e) Sản phẩm trùng ngưng của propylen oxit với các axit mạch thẳng đơn chức từ C_{12} đến C_{20} và muối sunfat của chúng với natri, kali và amoni.

3.7 Chất mầu

Chất mẫu theo TCVN 6514 - 6 : 1999 .

3.8 Chất phụ gia

Có thể sử dụng các chất phụ gia qui định ở TCVN 6514 - 8 : 1999 để sản xuất vật liệu chất dẻo polypropylen.

4 Phép thử chiết

Khi tiến hành chiết theo phụ lục A, B hoặc C, polypropylen phải phù hợp với các yêu cầu qui định ở bảng 1.

Để phù hợp với các phép thử này, các polyme chỉ được tạo bởi các chất thích hợp qui định ở 3.3 đến 3.6 và ngoài ra có thể chứa những chất ổn định qui định ở TCVN 6514 - 8 : 1999.

Bảng 1 – Giới hạn của các chất có thể chiết được

Loại polyme	Phần tối đa có thể chiết được trong *n*-hexan phần trăm khối lượng trong polyme		Phần tối đa tan được trong xylen phần trăm khối lượng trong polyme
	Phương pháp theo phụ lục A	Phương pháp theo phụ lục B	
Homopolypropylen qui định ở 3.3 a)	6,5	–	10,0
Copolyme propylen :			
a) Quy định ở 3.3 b)	–	5,5	30,0
b) Các bờ-len quy định ở 3.4 a)	–	5,5	30,0

Chú thích – Giới hạn chất chiết được qui định để khống chế sự có mặt của phân đoạn polyme có khối lượng phân tử thấp và polypropylen atactic.

5 Ghi nhãn

Tất cả các bao bì và thùng chứa từ vật liệu polypropylen tiếp xúc với thực phẩm phải được ghi nhãn rõ và bền với những thông tin sau:

a) Tên, nhãn thương phẩm, dấu hiệu thích hợp để nhận biết nhà sản xuất

b) Mã hay số hiệu của từng mẻ, đợt sản xuất

c) Tên và cấp cấp hạng hợp chất

d) Tên nhãn "tiếp xúc với thực phẩm" phải được viết bằng chữ to hơn chữ dùng để ghi tên và cấp hạng hợp chất. Tên nhãn hiệu phải được đặt ngay sau hoặc ngay dưới tên và cấp hạng hợp chất đó.

Phụ lục A

(quy định)

Phép thử chiết bằng n-hexan đối với homopolypropylen

A.1 Phạm vi áp dụng

Phụ lục này qui định phương pháp xác định lượng chất chiết được bằng *n*-hexan trong homopolypropylen.

Chú thích – Tỷ lệ mẫu/dung môi là 10 g/l.

A.2 Nguyên tắc

Mẫu homopolypropylen dưới dạng màng được đun hồi lưu 2 giờ trong hexan và sau đó lọc qua giấy lọc ở điểm sôi, cho bay hơi phần dịch lọc và cân phần cặn đọng lại. Kết quả được biểu thị theo phần trăm khối lượng của chất chiết được bằng hexan từ mẫu.

A.3 Dụng cụ và thiết bị

A.3.1 Dụng cụ phòng thí nghiệm thông thường

A.3.2 Bình tam giác – dung tích 250 ml có đầu nối.

A.3.3 Bộ sinh hàn hồi lưu - đầu nối phù hợp với A.3.2.

A.3.4 Phễu lọc – đường kính 75 mm có đuôi dài 40 mm.

A.3.5 Đĩa nhôm dùng 1 lần – được rửa sạch dầu mỡ bằng xylen.

A.3.6 Thiết bị gia nhiệt thích hợp để bốc hơi dung môi – bếp cách thuỷ hay bếp điện kín có thể điều chỉnh được nhiệt độ bề mặt đốt ở 100 °C.

A.3.7 Tủ sấy chân không thích hợp – có thể giữ nhiệt độ ở 105 °C và đạt được độ chân không 25 kPa.

A.3.8 Giấy lọc – 183 mm.

Chú thích – Loại giấy lọc Whatman No.2 hoặc Sehleicher và schull là thích hợp.

A.3.9 Bình nitơ khô – có van điều chỉnh thích hợp.

A.4 Thuốc thử

n-hexan thương phẩm, có nhiệt độ sôi khoảng từ 65 °C đến 70 °C, tỷ khối ở 15 °C là 0,665kg/l – 0,685 kg/l, hàm lượng tối đa của chất thơm là 0,2 %.

A.5 Chuẩn bị mẫu

Các mẫu homopolypropylen cần thử được chuẩn bị dưới dạng màng làm nguội nhanh, nghĩa là không ủ, sao cho chiều dày của màng không quá 0,1 mm. mẫu gồm những mảnh màng vuông có cạnh 25 mm.

Trước khi thử, mẫu được để ở nhiệt độ phòng khoảng 24 đến 48 giờ. Tránh làm bẩn mẫu bởi các chất dầu mỡ, dùng kẹp để gắp mẫu.

A.6 Cách tiến hành

Phải tiến hành như sau:

a) Cân 1,0 ± 0,1g mẫu với độ chính xác 0,001 g. Ghi khối lượng m_1.

b) Cho mẫu vào bình tam giác 250 ml có đá bọt. Cho thêm 100 ml hexan bằng pypet (xem chú thích). Lắp bộ sinh hàn hồi lưu (không dùng mỡ) và đun hồi lưu 2 giờ,

Chú thích – Nếu dùng quả bóp cao su để lấy dung môi thì nên đặt một miếng vải bông vào thành pipet để tránh cao su rơi vào dung môi.

c) Sấy khô đĩa nhôm sau khi rửa nó bằng xylen ở nhiệt độ 105 °C trong tủ sấy chân không khoảng 1 giờ. Làm nguội đĩa trong bình hút ẩm và cân đĩa với độ chính xác 0,1 mg. Ghi khối lượng m_2.

d) Sau khi đun hồi lưu 2 giờ, lấy bình ra khỏi bếp, lọc chất lỏng còn nóng thật nhanh qua giấy lọc gấp trên phễu. Dịch lọc cho vào đĩa nhôm đã cân. Tráng bình tam giác hai lần, mỗi lần 10 ml hexan nóng, gộp tất cả vào dịch lọc ở đĩa nhôm đã cân.

e) Làm bay hơi dịch lọc, sử dụng bếp cách thuỷ hoặc bếp điện kín có bề mặt gia nhiệt không quá 100°C và đồng thời cho dòng nitơ khô thổi nhẹ trên bề mặt dịch lọc.

f) Sau khi cho bay hơi hết dịch lọc, đặt đĩa vào tủ sấy chân không ở 105 °C. Sau 5 phút từ từ hút chân không để đạt tới áp lực nhỏ hơn 25 kPa. Thổi khí nitơ ở tốc độ chậm khoảng 2 lít/giờ đối với 1 lít thể tích tủ sấy. Sau khi sấy 1 tiếng, làm nguội đĩa nhôm trong bình hút ẩm, cân với độ chính xác 0,1 mg.

g) Lặp lại quá trình sấy chân không, sấy đĩa trong tủ sấy từ 15 đến 30 phút giữa các lần cân cho tới khi kết quả giữa hai lần cân liên tiếp chênh nhau khoảng 0,5 mg. Ghi khối lượng m_3.

h) Tiến hành phân tích mẫu trắng với 100 ml hexan, sử dụng các bước c), d) e) và f). Ghi khối lượng m_B

A.7 Ttính toán kết quả

Tính lượng chất chiết được bằng hexan trong mẫu theo công thức sau;

$$\text{Chất chiết được bằng hexan, tính bằng phần trăm (m/m)} = \frac{m_3 - m_2 - m_B}{m_1} \times 100$$

trong đó:

m_1 là khối lượng mẫu, tính bằng gam

m_2 là khối lượng đĩa không, tính bằng gam

m_3 là khối lượng đĩa và phần cặn còn lại sau khi sấy khô, tính bằng gam

m_B là khối lượng cặn còn lại sau khi cho bay hơi 100 ml hexan (mẫu trắng), tính bằng gam

Kết quả làm tròn số tới 0,1 %. Khi mẫu chứa nhỏ hơn 95 % theo khối lượng vật liệu polyme thì m_1 sẽ bị điều chỉnh tới loại polyme gốc.

A.8 Báo cáo kết quả

Báo cáo tỷ lệ phần trăm khối lượng chất chiết được bằng hexan trong mẫu homopolypropylen.

Phụ lục B

(quy định)

Phép thử chiết bằng n-hexan đối với copopolypropylen

B.1 Phạm vi áp dụng

Phụ lục này qui định phương pháp xác định lượng chất có thể chiết được bằng hexan trong copopolypropylen.

B.2 Nguyên tắc

Mẫu copopolypropylen dưới dạng màng, được chiết bằng hexan ở nhiệt độ 50 °C ở chế độ khuấy mạnh. lọc hỗn hợp khi còn nóng và sau đó cho bay hợi phần dịch lọc đến khô. Cân lượng cặn còn lại sau khi bay hơi. Kết quả được biểu thị theo phần trăm khối lượng của chất tan trong hexan từ mẫu ban đầu

Chú thích – Tỷ lệ mẫu/ dung môi 2,5 g/l.

B.3 Thiết bị

B.3.1 Thiết bị phòng thí nghiệm thông thường

B.3.2 Hai bình cầu 3 cổ loại pyrex (hoặc tương đương) – dung tích 1 lít có gắn que khuấy, bộ sinh hàn và nhiệt kế. Tất cả các cổ nối phải kín.

B.3.3 Vỏ gia nhiệt – cho bình cầu có thể điều chỉnh được nhiệt độ bằng cách thay đổi điện thế khác nhau (có thể sử dụng điều chỉnh nhiệt độ tự động).

B.3.4 Bộ sinh hàn hồi lưu – đầu nối phù hợp với B.3.2.

B.3.5 Phễu lọc – đường kính 75 mm có chiều dài đuôi 40 mm.

B.3.6 Bình tam giác – dung tích 1000 ml có nút.

B.3.7 Đĩa nhôm dùng 1 lần – đã rửa rửa sạch vết dầu mỡ bằng xylen.

B.3.8 Thiết bị gia nhiệt thích hợp để làm bay hơi dung môi – có thể sử dụng bếp cách thuỷ hoặc bếp điện kín, nhiệt độ bề mặt cấp nhiệt có thể điều chỉnh ở 100 °C.

B.3.9 Tủ sấy chân không thích hợp – có thể giữ được nhiệt độ ở 105 °C và có thể tạo chân không thấp hơn 25 kPa.

B.3.10 Giấy lọc – 183 mm.

Chú thích – Loại giấy lọc Whatman No.2 hay Scheicher và Schull No.595 1/2 là thích hợp

B.3.11 **Máy khuấy chạy điện hay chạy hơi** – phải kiểm tra an toàn nổ.

B.3.12 **Bình nitơ khô** – có van điều chỉnh thích hợp.

B.4 Thuốc thử

B.4.1 ***n*-hexan thương phẩm**, nhiệt độ sôi khoảng 65 °C – 70 °C, tỷ khối ở 15°C 0,665kg/l – 0,685 kg/l, hàm lượng chất thơm tối đa là 0,2 %.

B.4.2 **Toluen**

B.5 Chuẩn bị mẫu

Mẫu copopolypropylen cần thử phải được chuẩn bị dưới dạng màng nguội nhanh, nghĩa là không ủ, sao cho chiều dày của màng không quá 0,1 mm. Mẫu thử gồm những mảnh màng vuông có cạnh 25 mm.

Mẫu thử phải được để ở nhiệt độ môi trường khoảng 24 đến 48 giờ trước khi thử. Tránh làm bẩn mẫu do dầu mỡ, dùng kẹp để gắp mẫu.

B.6 Cách tiến hành

Phải tiến hành như sau:

a) Cân 1,25 ± 0,1 g mẫu với độ chính xác 0,001 g cho vào bình cầu. Ghi khối lượng là m_1.

b) Cho vào bình 500 ml hexan (hoặc 338 ± 5 g hexan). Lắp bộ sinh hàn, nhiệt kế, que khuấy (không dùng mỡ). Khuấy mạnh và tiến hành gia nhiệt ở chế độ định trước để nâng nhiệt độ của hỗn hợp đến 50 °C trong vòng 20 phút đến 25 phút. Khi nhiệt kế đạt đến 45 °C – 47 °C, điều chỉnh nhiệt, giữ nhiệt độ ở 50 °C. Không được vượt quá 50 °C. Nếu vượt quá 50°C thì ngừng luôn quá trình thử. Giữ nhiệt độ hỗn hợp ở nhiệt độ 49 °C – 50 °C trong 2 giờ.

c) Nhấc bình ra khỏi bếp, lọc hỗn hợp qua giấy lọc gấp đặt trong phễu lọc khi hỗn hợp còn nóng. Phần dịch lọc được cho vào bình tam giác 1000 ml, có nút, khối lượng của bình này đã được xác định trước. Xác định khối lượng của dịch lọc thu được với độ chính xác đến 1g. Hao hụt trong quá trình lọc và đun hồi lưu không được vượt quá 10 %.

d) Làm bay hơi dịch lọc trong bình cho đến khi còn khoảng 50 ml, sử dụng bếp cách thuỷ hoặc bếp điện kín có nhiệt độ bề mặt gia nhiệt không vượt quá 100 °C và đồng thời cho thổi nhẹ dòng khí nitơ khô trên bề mặt dịch lọc.

e) Sấy khô đĩa nhôm đã được rửa bằng xylen trong tủ sấy ở nhiệt độ 105 °C trong 1 giờ. Làm nguội đĩa trong bình hút ẩm. Cân đĩa với độ chính xác 0,1 mg. Ghi khối lượng m_2.

f) Chuyển dịch lọc đã cô lại sang đĩa nhôm. Tráng bình 2 lần bằng hexan nóng, mỗi lần 15 ml hexan. Sau đó tráng bình bằng 20 ml toluen. Gộp tất cả nước rửa vào dịch lọc đã cô đặc ở đĩa nhôm. Sử dụng bếp cách thuỷ làm bay hơi dịch lọc trong đĩa nhôm đến khô, đồng thời cho thổi nhẹ dòng nitơ khô qua bề mặt dịch lọc.

g) Đặt đĩa nhôm vào tủ sấy chân không ở nhiệt độ 105 °C. Sau 5 phút, từ từ hút chân không đến khi đạt áp suất nhỏ hơn 25 kPa. Cho khí nitơ qua tủ sấy chân không với vận tốc khí khoảng 2 l/giờ cho mỗi lít thể tích tủ sấy. Sau một giờ lấy đĩa ra và làm nguội trong bình hút ẩm, sau đó cân đĩa với độ chính xác 0,1 mg.

h) Lặp lại quá trình sấy chân không. Sấy đĩa trong tủ sấy từ 15 phút đến 30 phút giữa các lần cân cho tới khi khối lượng giữa hai lần cân liên tiếp chênh lệch khoảng 0,5 mg. Ghi khối lượng m_3.

i) Tiến hành thử mẫu trắng đối với 500 ml hexan, theo các bước c), d), e), f) và g).Ghi khối lượng m_B.

B.8 Tính toán kết quả

Tính lượng chất chiết được bằng hexan trong mẫu theo công thức sau:

Chất chiết được bằng hexan, tính bằng phần trăm (m/m) = $\frac{m_3 - m_2 - m_B}{m_1} \times 100$

trong đó:

m_1 là khối lượng mẫu, tính bằng gam

m_2 là khối lượng đĩa không, tính bằng gam

m_3 là khối lượng đĩa và cặn còn lại sau khi sấy khô, tính bằng gam

m_B là khối lượng đĩa và cặn còn lại sau khi cho bay hơi 500 ml hexan (phép thử trắng), tính bằng gam

Kết quả làm tròn đến 0,1 %. Khi mẫu có chứa ít hơn 95 % theo khối lượng vật liệu polyme thì m_1 sẽ được điều chỉnh thành polyme gốc.

B.8 Báo cáo kết quả

Báo cáo tỷ lệ phần trăm khối lượng chất chiết được bằng hexan trong mẫu.

Phụ lục C

(quy định)

Phép thử chiết homo và copo polypropylen bằng xylen

C.1 Phạm vi áp dụng

Phụ lục này qui định phương pháp xác định lượng chất tan trong xylen của homo và copo polypropylen.

C.2 Nguyên tắc

Mẫu homo hay copo polypropylen được hòa tan trong xylen bằng cách đun hồi lưu và khuấy mạnh. Sau đó dung dịch được làm nguội đến 25 °C trong nồi cách thuỷ và giữ ở nhiệt độ này trong 1 giờ. Các chất không tan sẽ kết tủa lắng xuống và được tách ra bằng cách lọc qua giấy lọc. Làm bay hơi phần dịch lọc đến khô và xác định lượng chất hòa tan trong xylen bằng cách cân.

Chú thích – Tỷ lệ mẫu/dung môi là 15 g/l đối với homopolypropylen, và 50 g/l đối với copopolypropylen.

C.3 Dụng cụ

C.3.1 Dụng cụ thông thường trong phòng thí nghiệm

C.3.2 Máy khuấy từ có gia nhiệt – có que khuấy từ kích thước 40 mm được bọc bằng PTFE.

C.3.3 Bình tam giác – 250 ml có đầu nối

C.3.4 Bộ sinh hàn hồi lưu – đầu nối phù hợp với C.3.2.

C.3.5 Đĩa nhôm dùng một lần – được tẩy các vết mỡ bằng xylen.

C.3.6 Thiết bị gia nhiệt để bay hơi dung môi – thí dụ như bếp cách thuỷ hoặc bếp điện kín sao cho nhiệt độ bề mặt gia nhiệt có thể khống chế từ 100 °C – 120 °C.

C.3.7 Tủ sấy chân không thích hợp – có thể giữ nhiệt độ ở 105 °C và có thể tạo chân không nhỏ hơn 25 kPa.

C.3.8 Nồi cách thuỷ – có thể khống chế được nhiệt độ ở 25 °C ± 0,5 °C.

C.3.9 Giấy lọc – 183 mm.

Chú thích – Loại giấy Whatman hoặc Scheicher và Schull là thích hợp.

C.3.10 Bình nitơ khô – có van điều chỉnh thích hợp.

C.4 Hóa chất

Xylen được ức chế bởi chất chống oxi hóa họ phenol (xem chú thích).

Chú thích – 0,0020 g Irganox 1010 trong 1 l xylen là thích hợp.

C.5 Chuẩn bị mẫu

Polyme ở dạng bột phải được sấy khô trong chân không khoảng 30 phút. Màng polyme phải cắt thành những miếng vuông có cạnh 10 mm đến 15 mm và vật liệu ép đúc phải được cắt thành những mảnh lập phương có cạnh nhỏ hơn 4 mm.

Polyme ở dạng vảy và hạt không cần chuẩn bị trước khi thử.

C.6 Cách tiến hành

Phải tiến hành theo các bước sau:

a) i) Mẫu homopolypropylen: cân 1,5g ± 0,1 g mẫu với độ chính xác đến 0,001 g. Ghi khối lượng m_1.

ii) Mẫu copopolypropylen: cân 0,5 g với độ chính xác đến 0,001 g. Ghi khối lượng m_1.

Chuyển mẫu đã cân vào bình tam giác và cho 100 ml xylen có chất ức chế bằng pipet (đọc chú thích 1). Lắp que khuấy từ vào bình, lắp bộ sinh hàn hồi lưu (không dùng mỡ). Đặt bộ phản ứng lên máy khuấy từ có gia nhiệt. Đặt ở chế độ khuấy mạnh và điều chỉnh nhiệt độ cho sôi nhẹ. Đun hồi lưu 2 giờ. Kiểm tra không cho tạo thành lớp keo đặc ở dưới đáy bình (xem chú thích 2).

Chú thích:

1 Nếu sử dụng quả bóp cao su để lấy dung môi thì nên đặt một miếng vải bông vào pipet để ngăn vụn cao su không làm bẩn dung môi.

2 Có thể ngăn ngừa việc tạo keo trên đáy bình bằng cách đặt bình tam giác cách mặt gia nhiệt 3 mm.

b) Lấy bộ phản ứng ra khỏi máy khuấy từ, ngâm bình vào nồi cách thuỷ có nhiệt độ 25 °C ± 0,5 °C. Không làm khuấy động chất lỏng trong bình.

c) Sau 60 phút lấy bình ra khỏi nồi cách thuỷ, lắc bình và lập tức lọc tất cả qua giấy lọc gấp. Gộp phần dịch lọc vào bình tam giác 250 ml có nút nhám (không dùng mỡ).

d) Đĩa nhôm sau khi rửa bằng xylen được sấy khô trong tủ sấy chân không ở 105 °C khoảng 1 giờ. Làm nguội đĩa trong bình hút ẩm và cân chính xác đến 0,1mg. Ghi khối lượng m_2.

e) Dùng pipet lấy 250 ml phần dịch lọc cho vào đĩa. Làm bay hơi dịch lọc ở nhiệt độ từ 100°C đến 120 °C đồng thời cho dòng nitơ khô qua bề mặt đĩa sao cho bề mặt dịch lọc gợn sóng. Không để nhiệt độ vượt quá 120 °C

f) Đặt đĩa vào tủ sấy chân không ở nhiệt độ 105 °C. Sau 5 phút hút chân không từ từ cho tới áp lực còn 25 kPa cho dòng nitơ qua tủ sấy chân không với vận tốc 2 l/giờ đối với mỗi lít thể tích tủ sấy. Sau 1 giờ lấy đĩa ra khỏi tủ sấy, làm nguội trong bình hút ẩm và cân lại.

g) Lặp lại quá trình sấy chân không, sấy đĩa từ 15phút đến 30 phút giữa các lần cân cho tới khi khối lượng giữa hai lần cân liên tiếp chênh lệch khoảng 0,5 mg. Ghi khối lượng là m_3.

h) Đối với mỗi mẻ xylen có chất ức chế mới tiến hành bốc hơi mẫu trắng theo các bước d), e) và f) sử dụng 100 ml xylen thay cho 25 ml dịch lọc. Ghi khối lượng m_B.

C.7 Tính toán kết quả

Tính lượng chất tan trong xylen từ mẫu theo công thức sau:

$$\text{Lượng chất tan trong xylen, tính bằng phần trăm (m/m)} = \frac{(m_1 - m_2)\frac{V_1}{V_2} - m_B}{m_1} \times 100$$

trong đó:

m_1 là khối lượng mẫu, tính bằng gam

m_2 là khối lượng đĩa không, tính bằng gam

m_3 là khối lượng đĩa và chất cặn còn lại sau khi bay hơi, tính bằng gam

V_1 là thể tích xylen cho vào mẫu, ở đây là 100 ml, tính bằng mililit

V_2 là thể tích lượng chất lỏng đem bay hơi, ở đây là 25 ml, tính bằng mililit

m_B là khối lượng chất cặn sau khi cho bay hơi 100 ml dung môi (mẫu trắng), tính bằng gam.

Kết quả làm tròn đến 0,1 %. Khi mẫu có chứa ít hơn 95 % theo khối lượng vật liệu polyme thì m_1 sẽ được điều chỉnh thành polyme gốc.

B.8 Báo cáo kết quả

Báo cao tỷ lệ phần trăm khối lượng của chất tan trong xylen.