

TCVN

TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

**TCVN 9565:2013
ISO 11667:1997**

Xuất bản lần 1

**CHẤT DẪO GIA CƯỜNG SỢI –
HỢP CHẤT ĐÚC VÀ PREPREG –
XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG NHỰA, SỢI GIA CƯỜNG VÀ
CHẤT ĐỘN – PHƯƠNG PHÁP HÒA TAN**

*Fibre-reinforced plastics – Moulding compounds and prepregs –
Determination of resin, reinforced-fibre and mineral-filler content – Dissolution methods*

HÀ NỘI – 2013

Lời nói đầu

TCVN 9565:2013 hoàn toàn tương đương với ISO 11667:1997.

TCVN 9565:2013 do Tiểu ban kỹ thuật Tiêu chuẩn quốc gia TCVN/TC61/SC13 *Composite và sợi gia cường* biên soạn, Tổng cục Tiêu chuẩn Đo lường Chất lượng đề nghị, Bộ Khoa học và Công nghệ công bố.

Chất dẻo gia cường sợi – Hợp chất đúc và prepreg – Xác định hàm lượng nhựa, sợi gia cường và chất độn – Phương pháp hòa tan

Fibre-reinforced plastics – Moulding compounds and prepregs – Determination of resin, reinforced-fibre and mineral-filler content – Dissolution methods

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 các vấn đề an toàn, nếu có liên quan khi sử dụng tiêu chuẩn. Người sử dụng tiêu chuẩn phải có trách nhiệm thiết lập các biện pháp an toàn và bảo vệ sức khỏe phù hợp và tuân theo các quy định hiện hành của pháp luật.

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này quy định hai phương pháp hòa tan để xác định hàm lượng của nhựa, sợi gia cường và chất độn của hợp chất đúc và prepreg:

Phương pháp A: Trích ly bằng Soxhlet. Trong trường hợp có tranh chấp, phương pháp này là phương pháp đối chứng.

Phương pháp B: Trích ly bằng cách ngâm trong một cốc dung môi. Phương pháp này sử dụng thiết bị đơn giản nên phù hợp với việc sử dụng làm phép thử đảm bảo chất lượng.

Tiêu chuẩn này áp dụng được cho các loại vật liệu sau đây:

- prepreg làm từ sợi, roving (sợi không bện), băng và vải;
- hợp chất đúc SMC, BMC và DMC.

Thông thường, các sợi gia cường được xử lý bề mặt. Các chất xử lý bề mặt thường hòa tan cùng với nhựa và do đó có trong hàm lượng nhựa.

Tiêu chuẩn này không áp dụng cho các loại chất dẻo gia cường sau:

- các chất dẻo có chứa chất gia cường có thể hòa tan (hoặc hòa tan một phần) trong các dung môi sử dụng để hòa tan nhựa;
- các chất dẻo có nhựa đóng rắn một phần hoặc hoàn toàn và do đó không hòa tan hoàn toàn trong dung môi hữu cơ.

TCVN 9565:2013

CHÚ THÍCH Đối với nhựa đã đóng rắn có thể sử dụng ISO 1172:1996, *Textile-glass-reinforced plastics – Prepregs, moulding compounds and laminates – Determination of the textile-glass and mineral-filler content – Calcination methods, may be used where the resin is cured* (Chất dẻo gia cường sợi thủy tinh dệt – Prepregs, hợp chất đúc và laminate – Xác định hàm lượng vật liệu sợi thủy tinh dệt và chất độn – Phương pháp nung).

2 Tài liệu viện dẫn

Các tài liệu viện dẫn là rất cần thiết cho việc 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.

ISO 291:1997¹⁾, *Plastics – Standard atmospheres for conditioning and testing* (Chất dẻo – Môi trường chuẩn để điều hòa và thử).

ISO 472:1988²⁾, *Plastics – Vocabulary* (Chất dẻo – Từ vựng).

ISO 4793:1980, *Laboratory sintered (fritted) filters – Porosity grading, classification and designation* (Phễu lọc sử dụng trong phòng thử nghiệm – Cấp lọc, phân loại và ký hiệu).

3 Thuật ngữ và định nghĩa

Trong tiêu chuẩn này áp dụng thuật ngữ, định nghĩa sau

3.1

Đơn vị cơ sở (elementary unit)

Đơn vị thương mại nhỏ nhất có được của một sản phẩm nhất định.

4 Nguyên tắc

Hàm lượng vật liệu không hòa tan (sợi gia cường và chất độn) nhận được bằng cách đo sự chênh lệch khối lượng của mẫu thử trước và sau khi trích ly bằng dung môi dưới các điều kiện xác định.

Phần hòa tan (nhựa) được trích ly bằng thiết bị Soxhlet (phương pháp A) hoặc bằng cách ngâm trong cốc (phương pháp B).

Khi vật liệu thử chứa chất độn, thực hiện việc phân tách sợi và chất độn bằng phản ứng của chất độn với axit clohydric (phương pháp A) hoặc lọc liên tục không dùng axit (phương pháp B).

Từ các khối lượng trước và sau khi hòa tan và sau khi phản ứng với axit hoặc lọc có thể tính toán được hàm lượng sợi gia cường, nhựa và chất độn.

¹⁾ ISO 291:1997 đã hủy và được thay thế bởi ISO 291:2008. Tiêu chuẩn hiện đang được chấp nhận thành tiêu chuẩn quốc gia (TCVN).

²⁾ ISO 472:1988 đã hủy và được thay thế bởi ISO 472:2013.

5 Lấy mẫu

5.1 Phép thử phải được thực hiện trên hai mẫu thử càng giống nhau càng tốt. Trên tấm vải prepreg mẫu thử phải được lấy ở cách các mép ít nhất là 50 mm.

Hai mẫu thử phải đủ, miễn là sự chênh lệch giữa các giá trị thu được là 5 % hoặc ít hơn. Nếu không đạt được thì phải thử mẫu thứ ba, càng giống hai mẫu kia càng tốt.

5.2 Để có thể đánh giá được kết quả mang tính đại diện cho hàm lượng nhựa, sợi gia cường và chất độn của đơn vị cơ sở được thử, có thể phải lặp lại quy trình thử một vài lần ở một số vị trí nhất định trên đơn vị cơ sở. Số lần thử và vị trí của phép thử yêu cầu có thể được quy định trong yêu cầu kỹ thuật của sản phẩm hoặc của người yêu cầu phân tích. Ngoài ra, số lần thử và vị trí thử có thể được quyết định theo kinh nghiệm trước đó.

5.3 Đối với tất cả các phép thử không tiến hành trên đơn vị cơ sở, lấy mẫu thử đại diện cho vật liệu cần thử tùy theo hoàn cảnh cho phép.

6 Chuẩn bị mẫu thử

Trừ khi có quy định khác, nên cắt mẫu thử theo hình dạng phù hợp để có thể đặt vừa vào ống của thiết bị Soxhlet hoặc cốc trích ly.

Khối lượng nên nằm trong khoảng từ 2 g đến 20 g.

CHÚ THÍCH Đối với SMC, BMC và DMC được thử theo phương pháp B, có thể sử dụng mẫu thử lớn hơn nếu mẫu đó mang tính đại diện hơn cho vật liệu.

Trong trường hợp hợp chất đúc và prepreg có chứa các dung môi hoặc monome tự do, phải cẩn thận tránh làm thất thoát các chất dễ bay hơi. Các vật liệu có chứa monome tự do không nên để hở quá 5 min trước khi tiến hành thử. Đối với SMC, không được lấy lớp màng bảo vệ ra khỏi mẫu phòng thí nghiệm hoặc mẫu thử nghiệm cho đến khi tiến hành thử. Tất cả mẫu prepreg và hợp chất đúc thử trong phòng thử nghiệm, bao gồm cả SMC phải được bọc kín trong một túi chất dẻo không thấm hơi nước ngay sau khi lấy mẫu phòng thí nghiệm.

7 Phương pháp thử – Quy định chung

Phương pháp dùng để hòa tan nhựa phụ thuộc vào độ chính xác của kết quả do người yêu cầu thử đề nghị. Quy trình tách riêng sợi gia cường khỏi chất độn của hai phương pháp là khác nhau.

Phương pháp này yêu cầu khối lượng của tất cả các mẫu thử phải đạt đến giá trị không đổi bằng cách lặp đi lặp lại quy trình sấy khô, hòa tan và cân cho đến khi giá trị cân của hai lần liên tiếp chênh lệch nhỏ hơn 1 mg. Tuy nhiên, trong các trường hợp thử vật liệu đã biết, cho phép xác định bằng kinh nghiệm số lần hòa tan và sấy khô tối thiểu đến khi đạt được khối lượng không đổi.

8 Phương pháp A: Trích ly bằng thiết bị Soxhlet

8.1 Thuốc thử

Dung môi sử dụng phải trích ly được hoàn toàn tất cả các nhựa ra khỏi mẫu thử.

Dung môi phù hợp với các loại nhựa thông thường gồm:

Diclometan;

Axeton;

Metyl etyl keton (butan-2-one);

Etanol.

Có thể sử dụng dung môi khác nếu có thể trích ly được hoàn toàn.

8.2 Thiết bị, dụng cụ

Sử dụng các thiết bị, dụng cụ phòng thí nghiệm thông thường và thiết bị, dụng cụ sau:

8.2.1 Cân, có độ chính xác đến 0,5 mg và chia độ đến 0,1 mg.

8.2.2 Thiết bị trích ly Soxhlet, có ống to vừa đủ để chứa được toàn bộ mẫu thử.

8.2.3 Dụng cụ cắt.

8.2.4 Bình hút ẩm, chứa chất hút ẩm phù hợp (ví dụ silicagel).

8.2.5 Tủ sấy có thông khí, đặt ở $105\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 3\text{ }^{\circ}\text{C}$.

8.3 Cách tiến hành

Đối với từng mẫu thử, tiến hành như sau:

8.3.1 Chuẩn bị ống trích ly

Sấy khô ống trích ly trong tủ sấy (8.2.5) ở $105\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 3\text{ }^{\circ}\text{C}$ trong 1 h.

Để nguội đến nhiệt độ phòng trong bình hút ẩm (8.2.4).

Cân bằng cân (8.2.1) chính xác đến 1 mg. Tiếp tục quá trình cho đến khi khối lượng không đổi (xem Điều 7) và ghi lại khối lượng là m_1 tính theo gam.

8.3.2 Cân mẫu thử và trích ly nhựa bằng dung môi

Sử dụng dụng cụ cắt (8.2.3), cắt mẫu thử thành các miếng có kích thước thích hợp và đặt vào trong ống (xem 8.2.2), cẩn thận để không làm mất các mảnh vụn. Cân toàn bộ cốc chính xác đến 1 mg. Ghi lại khối lượng là m_2 tính theo gam.

Đặt ống và các chất vào trong xiphon của thiết bị trích ly (8.2.2). Lắp ống sinh hàn, ống xiphon và bình thủy tinh với nhau và thêm vào một lượng metyl etyl keton hoặc dung môi khác thích hợp (xem 8.1) hoặc theo quy định trong yêu cầu của vật liệu.

Điều chỉnh tốc độ gia nhiệt của bếp đun sao cho tốc độ cháy qua xiphon đủ để đảm bảo trích ly hoàn toàn nhựa trong 1 h.

Tiến hành phép thử trong thời gian này hoặc theo như quy định trong yêu cầu riêng của vật liệu.

Lấy ống và các chất ra. Sấy khô trong tủ sấy và để nguội trong bình hút ẩm. Cân chính xác đến 1 mg. Tiếp tục quá trình cho đến khi khối lượng không đổi (xem Điều 7) và ghi lại khối lượng là m_3 tính theo gam.

Đối với vật liệu không có chất độn, khối lượng m_3 được sử dụng để xác định hàm lượng sợi gia cường.

Đối với vật liệu có chứa chất độn, thì sợi gia cường và chất độn phải được tách riêng trước khi sử dụng quy trình nêu trong 8.4.

8.4 Tách sợi gia cường ra khỏi chất độn

8.4.1 Thuốc thử

8.4.1.1 Axit clohydric, nồng độ 35 % (V/V), loại thương mại.

8.4.1.2 Etanol.

8.4.1.3 Hỗn hợp axit cromic, để làm sạch. Thành phần được khuyến cáo: 7 g natri dicromat trong 100 ml axit sunphuric đậm đặc.

8.4.2 Thiết bị, dụng cụ

Các thiết bị, dụng cụ quy định trong 8.2 và :

8.4.2.1 Đũa thủy tinh.

8.4.2.2 Phễu lọc thủy tinh, đường kính 40 mm, độ xốp P 160 (100 μ m đến 160 μ m – xem ISO 4793).

8.4.2.3 Cốc 250 ml.

8.4.2.4 Bình hút lọc.

8.4.2.5 Kẹp.

8.4.3 Cách tiến hành

Đối với từng mẫu thử, tiến hành như sau:

8.4.3.1 Chuẩn bị phễu lọc thủy tinh

Trước khi thử, làm sạch từng phễu lọc (8.4.2.2) bằng cách xúc rửa trong hỗn hợp axit cromic (8.4.1.3) sau đó tráng bằng nước ấm và etanol (8.4.1.2). Đặt phễu lọc lên bình hút lọc (8.4.2.4) và hút. Đặt phễu lọc vào trong tủ sấy ở $105 \text{ }^\circ\text{C} \pm 3 \text{ }^\circ\text{C}$ và sấy cho đến khi đạt được khối lượng không đổi (xem Điều 7). Ghi lại khối lượng là m_8 tính theo gam.

TCVN 9565:2013

8.4.3.2 Tách sợi gia cường ra khỏi chất độn khi chất độn hòa tan hoàn toàn trong axit clohydric

Cho vào cốc 250 ml (8.4.2.3) một lượng axit clohydric với tỷ lệ 5 ml trên 1 gam cặn còn lại sau khi hòa tan nhựa.

Dùng thìa thủy tinh (8.4.2.1) cho từ từ cặn vào trong cốc đựng axit. Khuấy cẩn thận để tất cả các cặn phản ứng với axit, đảm bảo các bọt tạo ra do phản ứng giữa axit với các chất độn cacbonat không bị bắn tung lên.

Khi không còn bọt sinh ra, rửa ống trích ly bằng nước, rồi đổ vào cốc 250 ml. Lặp lại nếu cần cho đến khi cặn được chuyển hết vào cốc.

Thêm 50 ml nước vào cốc.

Đặt phễu lọc, đã được sấy khô và cân trước (m_8) lên trên bình hút và hút.

Đổ từ từ dịch axit phía trên sang phễu lọc.

Rửa sợi gia cường còn ở trong cốc bằng nước rồi đổ lên phễu lọc, sau đó rửa bằng etanol trong khi vẫn khuấy bằng thìa thủy tinh. Đổ etanol này vào phễu lọc. Lặp lại quá trình này bốn hoặc năm lần cho đến khi sợi được làm sạch hoàn toàn.

Chuyển sợi này vào phễu lọc bằng thìa thủy tinh và xịt rửa bằng tia etanol.

Rửa hai lần bằng etanol.

Sấy khô phễu lọc trong tủ sấy đến khối lượng không đổi.

Để nguội trong bình hút ẩm và cân. Ghi khối lượng là m_9 tính theo gam.

Quy trình mô tả trong Phụ lục A có thể được sử dụng khi chiều dài sợi lớn hơn hoặc bằng 12 mm. Quy trình thay thế này cũng có thể được dùng khi có yêu cầu phương pháp thử nhanh. Tuy nhiên, quy trình nêu trong 8.4.3.2 luôn luôn là phương pháp đối chứng.

8.4.3.3 Tách sợi gia cường khỏi chất độn khi chất độn không hòa tan hoàn toàn trong axit clohydric

Khi chất độn không hòa tan trong axit clohydric còn lại trên phễu lọc sau khi lọc, để xác định khối lượng m_9 , tiếp tục như sau:

Sử dụng các kẹp (8.4.2.5) lấy tất cả các sợi lên phễu lọc.

Cân lại phễu lọc cùng với chất độn không hòa tan ở trên đó.

Ghi lại khối lượng là m_{10} tính theo gam.

CHÚ THÍCH Nếu các sợi gia cường cực ngắn thì không thể tách chúng ra khỏi chất độn bằng tay được. Trong trường hợp đó, phương pháp này không cho kết quả chính xác khi đo hàm lượng sợi gia cường và hàm lượng chất độn, do đó chỉ có thể xác định hàm lượng kết hợp giữa chất độn và sợi.

8.5 Phương pháp tính toán và biểu thị kết quả

8.5.1 Tính toán hàm lượng nhựa

Đối với từng mẫu thử, hàm lượng nhựa MR, biểu thị bằng phần trăm khối lượng ban đầu được tính toán theo công thức sau:

$$MR = \frac{m_2 - m_3}{m_2 - m_1} \times 100 \quad (1)$$

Trong đó

m_1 là khối lượng ban đầu của ống trích ly, tính bằng gam;

m_2 là khối lượng ban đầu của ống trích ly cùng với mẫu thử, tính bằng gam;

m_3 là khối lượng cuối sau khi trích ly bằng dung môi của ống trích ly và cặn, tính bằng gam.

CHÚ THÍCH Trong công thức (1), hàm lượng chất dễ bay hơi và tất cả các chất xử lý bề mặt có trên sợi gia cường được tính cả trong hàm lượng nhựa.

Nếu kết quả của hai lần xác định khác nhau nhiều hơn 5 %, tiến hành xác định thêm mẫu thử ba, được lấy từ cùng vị trí lấy mẫu trong đơn vị cơ sở hoặc mẫu phòng thí nghiệm (xem Điều 5).

8.5.2 Tính toán hàm lượng sợi gia cường và chất độn

Trong trường hợp không có chất độn, hàm lượng sợi gia cường MFT, biểu thị bằng phần trăm khối lượng ban đầu được tính toán theo công thức sau:

$$MFT = 100 - \frac{m_2 - m_3}{m_2 - m_1} \times 100 \quad (2)$$

Trong đó

m_1, m_2, m_3 như theo định nghĩa trong 8.5.1.

CHÚ THÍCH Nếu có tồn tại chất độn nhưng không được tách ra khỏi sợi thì hàm lượng tổng của sợi và chất độn được tính bởi MFT.

Khi tất cả chất độn hòa tan trong axit, hàm lượng sợi gia cường MFR, biểu thị bằng phần trăm khối lượng ban đầu được tính toán theo công thức sau:

$$MFR = \frac{m_9 - m_8}{m_2 - m_1} \times 100 \quad (3)$$

Trong đó

m_8 là khối lượng của phễu lọc khô, tính bằng gam;

m_9 là khối lượng của phễu lọc khô cộng với lượng chất còn lại sau phản ứng của cặn trích ly với axit, tính bằng gam.

TCVN 9565:2013

Tính hàm lượng chất độn MFM, biểu thị bằng phần trăm khối lượng ban đầu theo công thức sau:

$$\text{MFM} = \frac{m_3 - m_1}{m_2 - m_1} \times 100 - \frac{m_9 - m_8}{m_2 - m_1} \times 100 \quad (4)$$

Trong trường hợp khi chất độn không hòa tan trong axit clohydric còn lại trên phễu lọc sau khi lọc, thay m_8 trong phương trình (3) và (4) bằng m_{10} , trong đó m_{10} là khối lượng của phễu lọc khô cộng với chất độn chưa hòa tan, tính bằng gam.

Nếu kết quả của hai lần xác định khác nhau nhiều hơn 5 % thì tiến hành xác định thêm với mẫu thử thứ ba được lấy từ cùng vị trí lấy mẫu trên đơn vị cơ sở hoặc mẫu phòng thí nghiệm (xem Điều 5).

Biểu thị kết quả của phép thử là giá trị trung bình của hai (hoặc nhiều) lần xác định riêng rẽ.

9 Phương pháp B: Trích ly bằng cách ngâm trong cốc dung môi

9.1 Thuốc thử

Dung môi sử dụng phải trích ly được hoàn toàn tất cả các nhựa ra khỏi mẫu thử.

Dung môi phù hợp với các loại nhựa thông thường gồm:

Diclometan;

Axeton;

Metyl etyl keton (butan-2-one);

Etanol.

Có thể sử dụng dung môi khác nếu chiết được hoàn toàn.

9.2 Thiết bị, dụng cụ

Sử dụng các thiết bị, dụng cụ thông thường và các thiết bị, dụng cụ sau.

9.2.1 Cân, có độ chính xác đến 0,5 mg và được chia độ đến 0,1 mg.

9.2.2 Dụng cụ cất.

9.2.3 Bình hút ẩm, chứa chất hút ẩm phù hợp (ví dụ silicagel)

9.2.4 Tủ sấy có thông khí, đặt ở $105\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 3\text{ }^{\circ}\text{C}$.

9.2.5 Cốc 250 ml.

9.2.6 Cốc 500 ml.

9.2.7 Bình hút lọc 1000 ml.

9.2.8 Kính quan sát.

9.2.9 Đũa thủy tinh.

9.2.10 Lưới lọc, cỡ mesh 80 μm đến 100 μm

9.2.11 Đĩa bay hơi, đường kính 80 mm.

9.2.12 Cốc 2 lít.

9.2.13 Phễu lọc thủy tinh, đường kính 40 mm, độ xốp loại 4 (cỡ mesh từ 5 μm đến 15 μm).

9.2.14 Bơm chân không, lắp với một bẫy.

9.3 Cách tiến hành

Đối với từng mẫu thử, tiến hành như sau:

9.3.1 Cân mẫu thử và chiết nhựa bằng dung môi

Sấy khô cốc 250 ml (9.2.5) trong vòng 10 min trong tủ sấy (9.2.4) ở $105\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 3\text{ }^{\circ}\text{C}$.

Đề nguội đến nhiệt độ phòng trong bình hút ẩm (9.2.3).

Cân cốc 250 ml bằng cân (9.2.1) chính xác đến 1 mg. Ghi lại khối lượng là m_4 tính theo gam.

Sử dụng dụng cụ cắt (9.2.2), cắt mẫu thử thành các miếng có kích thước thích hợp và cho vào cốc 250 ml, tiến hành cẩn thận để không làm mất các mảnh vụn. Cân toàn bộ cốc chính xác đến 1 mg. Ghi lại khối lượng là m_5 tính theo gam.

Chuyển mẫu thử từ cốc 250 ml vào cốc 500 ml (9.2.6).

Rửa cốc 250 ml bằng một lượng nhỏ dung môi để loại bỏ các vết nhựa còn lại trong mẫu thử và đổ nước rửa vào cốc 500 ml.

Đổ một lượng dung môi vào cốc 500 ml đủ để ngập hoàn toàn mẫu thử. Đậy cốc bằng kính quan sát (9.2.8).

Đề dung môi tiếp xúc với mẫu thử tại nhiệt độ môi trường cho đến khi hòa tan hoàn toàn nhựa, khuấy hỗn hợp từ từ để hỗ trợ cho quá trình hòa tan nhựa và tách sợi.

Có thể sử dụng bể siêu âm để tăng cường khả năng hòa tan nhựa và tách sợi.

9.3.2 Tách sợi gia cường khỏi chất độn

Tách sợi gia cường khỏi chất độn như sau

Đặt lưới lọc (9.2.10) lên trên cốc 2 lít (9.2.12). Đổ dung môi vào trong cốc, để cho sợi gia cường được giữ lại trên lưới.

Rửa sợi vài lần bằng dung môi (ít nhất bốn lần), cẩn thận tránh không để sợi lọt qua lưới lọc.

Khi sợi đã sạch (khi dung môi trong), sử dụng lượng dung môi tối thiểu để rửa sợi vào trong đĩa bay hơi (9.2.11) đã được sấy khô và cân trước (khối lượng m_6). Để úp lưới lọc lên trên đĩa bay hơi, chuyển các sợi còn lại vào trong đĩa bằng bàn chải.

TCVN 9565:2013

9.3.3 Xác định khối lượng của sợi

Sấy khô đĩa bay hơi và các chất trên đó trong vòng 1h trong tủ sấy ở $105\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 3\text{ }^{\circ}\text{C}$.

Để nguội trong bình hút ẩm.

Cân đĩa bay hơi và các chất chính xác đến 1 mg. Tiếp tục quá trình cho đến khi khối lượng không đổi (xem Điều 7) và ghi lại khối lượng là m_7 tính theo gam.

9.3.4 Xác định khối lượng của chất độn

9.3.4.1 Chuẩn bị phễu lọc thủy tinh

Trước khi thử, làm sạch từng phễu lọc (9.2.13) bằng cách rửa trong hỗn hợp axit cromic (8.4.1.3). Sau đó tráng bằng nước ấm, rồi tráng tiếp bằng etanol (8.4.1.2). Cho phễu lọc lên bình hút (9.2.7) và hút. Đặt phễu lọc vào trong tủ sấy và sấy ở $105\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 3\text{ }^{\circ}\text{C}$ cho đến khi đạt được khối lượng không đổi (xem Điều 7). Ghi lại khối lượng là m_8 tính theo gam.

9.3.4.2 Tách chất độn ra khỏi dung môi

Dùng cốc loại 2 lít để chứa nhựa hòa tan và chất độn (xem 9.3.2).

Để cốc này ổn định cho đến khi dung môi trong.

Lấy dung môi ra càng nhiều càng tốt bằng cách sử dụng bơm chân không có bẫy (9.2.14). Cần thận để tránh không làm thất thoát chất độn.

Đặt phễu lọc thủy tinh đã được sấy và cân trước lên trên bình hút.

Chuyển lượng chất còn lại trong cốc 2 lít vào phễu lọc. Rửa cốc vài lần bằng dung môi để đảm bảo không còn chất độn ở trong cốc và đổ nước tráng vào trong phễu lọc.

Sấy khô phễu lọc và chất độn trong vòng 1 h trong tủ sấy ở $105\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 3\text{ }^{\circ}\text{C}$.

Để nguội trong bình hút ẩm và cân. Tiếp tục quá trình cho đến khi khối lượng không đổi (xem Điều 7) và ghi lại khối lượng là m_9 tính theo gam.

9.4 Phương pháp tính toán và biểu thị kết quả

9.4.1 Tính toán hàm lượng sợi gia cường

Đối với từng mẫu thử, tính hàm lượng sợi gia cường MFR, biểu thị bằng phần trăm khối lượng ban đầu theo công thức sau:

$$\text{MFR} = \frac{m_7 - m_8}{m_5 - m_4} \times 100 \quad (5)$$

Trong đó

m_4 là khối lượng của cốc 250 ml đã sấy khô, tính bằng gam;

m_5 là khối lượng của cốc 250 ml đã sấy khô cùng với mẫu thử, tính bằng gam;

m_6 là khối lượng của đĩa bay hơi đã sấy khô, tính bằng gam;

m_7 là khối lượng của đĩa bay hơi đã sấy khô cùng với mẫu, tính bằng gam.

Nếu kết quả của hai lần xác định khác nhau nhiều hơn 5 % thì tiến hành thêm phép thử với mẫu thứ ba từ cùng vị trí lấy mẫu trong đơn vị cơ sở và mẫu phòng thí nghiệm (xem Điều 5).

Biểu thị kết quả là giá trị trung bình của hai (hoặc nhiều lần) xác định riêng rẽ.

9.4.2 Tính toán hàm lượng chất độn

Đối với từng mẫu thử, tính toán hàm lượng khoáng độn MFM, biểu thị bằng phần trăm khối lượng ban đầu theo công thức sau:

$$MFM = \frac{m_9 - m_8}{m_5 - m_4} \times 100 \quad (6)$$

Trong đó

m_8 là khối lượng của phễu lọc khô, tính bằng gam;

m_9 là khối lượng của phễu lọc khô và các chất trên đó, tính bằng gam.

Nếu kết quả của hai lần xác định khác nhau nhiều hơn 5 % thì tiến hành thêm phép thử với mẫu thứ ba từ cùng vị trí lấy mẫu trong đơn vị cơ sở và mẫu phòng thí nghiệm (xem Điều 5).

Biểu thị kết quả là giá trị trung bình của hai (hoặc nhiều lần) xác định riêng rẽ.

9.4.3 Tính hàm lượng nhựa

Đối với từng mẫu thử, tính toán hàm lượng nhựa MR, biểu thị bằng phần trăm khối lượng ban đầu theo công thức sau:

$$MR = 100 - (MFR + MFM) \quad (7)$$

Trong đó MFR và MFM theo như định nghĩa trong 9.4.1 và 9.4.2.

Nếu kết quả của hai lần xác định khác nhau nhiều hơn 5 % thì tiến hành thêm phép thử với mẫu thứ ba từ cùng vị trí lấy mẫu trong đơn vị cơ sở và mẫu phòng thí nghiệm (xem Điều 5).

Biểu thị kết quả là giá trị trung bình của hai (hoặc nhiều lần) xác định riêng rẽ.

10 Độ chụm

Trong phương pháp này không quy định về độ chụm do chưa có các số liệu thử nghiệm liên phòng.

TCVN 9565:2013

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 thông tin cần thiết để mô tả đầy đủ vật liệu thử;
- c) Phương pháp lấy mẫu sử dụng;
- d) Số lượng mẫu;
- e) Kích thước và/hoặc khối lượng mẫu;
- f) Dung môi sử dụng;
- g) Kết quả hàm lượng nhựa, sợi gia cường và chất độn;
- h) Chi tiết bất kỳ sai lệch nào hoặc sự cố làm ảnh hưởng đến kết quả thử.
- i) Ngày thử nghiệm.

Phụ lục A

(tham khảo)

**Những thay đổi của phương pháp A đối với việc tách sợi thủy tinh cắt ngắn
khỏi chất độn (xem 8.4.3.2)****A.1 Quy định chung**

Những thay đổi sau có thể được sử dụng khi phân tích vật liệu có chứa các đoạn sợi cắt ngắn có chiều dài ít nhất là 12 mm.

Điều này yêu cầu phải sử dụng túi làm bằng vải màn có chiều rộng khoảng 15 cm và dài 16 cm (đo khi túi được để phẳng).

Vải này được làm bằng sợi bền thủy tinh tráng phủ PVC có mật độ sợi khoảng 7 sợi/cm.

A.2 Cách tiến hành

Sau khi xác định khối lượng của cặn còn lại sau khi hòa tan nhựa, cho cặn vào túi làm bằng vải màn.

Cho túi vào cốc 250 ml có chứa 5 ml axit clohydric sao cho túi được để dọc trong cốc.

Khi bọt gần hết, lấy túi ra và cho vào một cốc chứa axit sạch.

CHÚ THÍCH Axit clohydric có thể được sử dụng vài lần.

Khi bọt tạo ra, tráng túi có chứa cặn bằng nước vòi cho đến khi cặn trở thành màu trắng.

Lấy hết cặn ra khỏi túi. Vắt túi và kiểm tra xem các chất độn đã hết chưa.

Sấy khô cặn trong tủ sấy ở $105\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 3\text{ }^{\circ}\text{C}$ trong vòng 30 min.

Tiến hành cân theo 8.4.3.2.
