

**TCVN 6039-3 : 2008  
ISO 1183-3 : 1999**

Xuất bản lần 1

**CHẤT DẸO – XÁC ĐỊNH KHỐI LƯỢNG RIÊNG  
CỦA CHẤT DẸO KHÔNG XÓP –  
PHẦN 3: PHƯƠNG PHÁP PICNOMET KHÍ**

*Plastics – Methods for determining the density of non-cellular plastics –  
Part 3: Gas pyknometer method*

## Lời nói đầu

**TCVN 6039-1 : 2008, TCVN 6039-2 : 2008 và TCVN 6039-3 : 2008** thay thế cho TCVN 6039 : 1995.

**TCVN 6039-3 : 2008** hoàn toàn tương đương với ISO 1183-3 : 1999.

**TCVN 6039-3 : 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.

Bộ tiêu chuẩn TCVN 6039 (ISO 1183) với tên gọi chung là *Chất dẻo – Xác định khối lượng riêng của chất dẻo không xốp*, gồm các phần sau:

- Phần 1: Phương pháp ngâm, phương pháp picnomet lỏng và phương pháp chuẩn độ.
- Phần 2: Phương pháp cột gradient khối lượng riêng.
- Phần 3: Phương pháp picnomet khí.

### Lời giới thiệu

Tiêu chuẩn này là một trong các tiêu chuẩn đề cập đến các phương pháp xác định khối lượng riêng của chất dẻo không xốp dạng rắn. Các giá trị nhận được khi sử dụng phần này TCVN 6039 được dùng để có thể so sánh với các giá trị nhận được khi sử dụng các phần khác của TCVN 6039.

Phép xác định khối lượng riêng có thể được sử dụng để nghiên cứu sự thay đổi về cấu trúc và hoặc trật tự phân tử của vật liệu. Các phép đo như vậy được sử dụng rộng rãi để xác định mức độ tinh thể hóa các polyme. Nói chung, các phép đo có thể được sử dụng để xác định lưu lượng có mặt các chất độn.

Khối lượng riêng của vật liệu dẻo có thể phụ thuộc vào quá trình ổn định hoặc xử lý nhiệt vật liệu.

Cấu trúc vật lý của polyme có thể thay đổi theo thời gian và nhiệt độ. Thể tích của polyme cũ tính chất phụ thuộc nhiệt độ. Điều này có nghĩa là khối lượng riêng có thể thay đổi theo thời gian và/hoặc nhiệt độ.

## Chất dẻo – Xác định khối lượng riêng của chất dẻo không xốp – Phần 3: Phương pháp picnomet khí

*Plastics – Methods for determining the density of non-cellular plastics -  
Part 3: Gas pycnometer method*

**CẢNH BÁO** Việc sử dụng tiêu chuẩn này liên quan đến các chất độc hại, các thao tác và thiết bị nguy hiểm. Tiêu chuẩn này không đề cập đến tất cả các vấn đề an toàn, nếu có, liên quan khi sử dụng. Trước khi sử dụng, người sử dụng tiêu chuẩn này phải có trách nhiệm thiết lập các biện pháp an toàn, sức khỏe phù hợp và xác định khả năng áp dụng mọi giới hạn qui định.

### 1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này qui định phương pháp xác định khối lượng riêng và thể tích riêng của chất dẻo không xốp dạng rắn có hình dạng bất kỳ mà không có các lỗ kín.

### 2 Thuật ngữ, định nghĩa, ký hiệu, đơn vị và thuật ngữ viết tắt

Trong tiêu chuẩn sử dụng các thuật ngữ, định nghĩa, ký hiệu, đơn vị và các thuật ngữ viết tắt sau:

#### 2.1

**Vật liệu thử** (test material)

Vật liệu được thử.

#### 2.2

**Mẫu thử** (test specimen)

Phần của vật liệu thử thực sự chịu thử nghiệm.

#### 2.3

**Khối lượng** (mass)

$m$

Lượng chất có trong vật thể.

**CHÚ THÍCH** Khối lượng được tính bằng kilogam (kg) hoặc gam (g).

## 2.4

### Trọng lượng (weight)

$W$

Lực sinh ra bởi tác động lực hút lên khối lượng.

CHÚ THÍCH 1 Vì lực hút thay đổi theo khu vực, nên trọng lượng cũng vậy

CHÚ THÍCH 2 Trọng lượng được tính bằng newton (N).

## 2.5

### Khối lượng biểu kiến (apparent mass)

$m_{app}$

Khối lượng của vật thể được xác định bằng cân đã hiệu chuẩn thích hợp.

CHÚ THÍCH Khối lượng biểu kiến tính bằng kilogam (kg) hoặc gam (g).

## 2.6

### Thể tích (volume)

$V$

Kích cỡ của vật thể trong không gian ba chiều, không kể các lỗ.

CHÚ THÍCH 1 Do sự giãn nở nhiệt nên thể tích thay đổi theo nhiệt độ  $T$ .

CHÚ THÍCH 2 Thể tích tính bằng mét khối ( $m^3$ ), lít (l), centimet khối ( $cm^3$ ) hoặc mililit (ml)

## 2.7

### Khối lượng riêng (density)

$\rho$

Khối lượng trên đơn vị thể tích của vật liệu tại nhiệt độ  $T$  nhất định.

CHÚ THÍCH 1 Khối lượng riêng được tính theo công thức

$$\rho^T = \frac{m_{app}}{V} \text{ tại } T \text{ không đổi} \quad (1)$$

CHÚ THÍCH 2 Khối lượng riêng tính bằng kilogam trên mét khối ( $kg/m^3$ ), kilogam trên decimet khối ( $kg/dm^3$ ), gam trên centimet khối ( $g/cm^3$ ), kilogam trên lít ( $kg/l$ ) hoặc gam trên mililit ( $g/ml$ ).

## 2.8

### Thể tích riêng (specific volume)

$v$

Thể tích trên đơn vị khối lượng của vật liệu tại nhiệt độ  $T$  nhất định.

CHÚ THÍCH 1 Thể tích riêng được tính theo công thức

$$v^T = \frac{V^T}{m_{app}} = \frac{1}{\rho^T} \text{ tại } T \text{ không đổi} \quad (3)$$

CHÚ THÍCH 2 Thể tích riêng tính bằng mét khối trên kilogam ( $m^3/kg$ ), decimet khối trên kilogam ( $dm^3/kg$ ), centimet khối trên gam ( $cm^3/g$ ), lít trên kilogam ( $l/kg$ ) hoặc mililit trên gam ( $ml/g$ ).

CHÚ THÍCH 3 Khối lượng riêng khác với tỷ trọng, tỷ trọng là tỷ lệ giữa trọng lượng của thể tích vật liệu nhất định và trọng lượng của thể tích nước tương đương tại nhiệt độ xác định.  $T$ .

### 3 Nguyên tắc

3.1 Thể tích của mẫu thử có khối lượng biểu kiến đã biết được xác định bằng cách đo sự thay đổi thể tích khí trong picnomet trong lúc đưa mẫu thử vào. Sự thay đổi thể tích có thể xác định được trực tiếp bằng khoảng dịch chuyển của piston hoặc gián tiếp bằng cách đo sự thay đổi áp suất trong picnomet và tính thể tích, sử dụng mối quan hệ áp suất - thể tích đối với các chất khí lý tưởng. Thể tích xác định được theo qui trình này liên quan đến chỉ riêng chất rắn không có lỗ. Khối lượng riêng được tính theo công thức (1) đã cho ở trên.

3.2 Các phân tử của chất khí càng nhỏ thì càng dễ thấm qua các lỗ hẹp hơn.

3.3 Tốt nhất là nên sử dụng các chất khí có ái lực hấp phụ thấp đối với vật liệu thử.

3.4 Đặc biệt đối với các picnomet đo áp suất, độ chính xác của phương pháp phụ thuộc vào định luật khí lý tưởng (định luật Boyle – Mariotte).

CHÚ THÍCH Đối với các phép đo độ chính xác cao, tốt nhất là sử dụng heli vì heli giống như khí lý tưởng. Heli có thể lọt vào các lỗ có đường kính ít nhất nhỏ bằng  $1 \mu m$  và có xu hướng hấp phụ kém trên bề mặt của vật liệu thử.

### 4 Thiết bị và vật liệu

4.1 Cân phân tích, chính xác đến 0,1 mg.

4.2 Picnomet khí, có dung tích khoang đo thích hợp và chính xác đến 0,01 %.

CHÚ THÍCH Độ chính xác được nâng cao nếu mẫu thử lấp đầy càng nhiều khoang càng tốt. Ví dụ về picnomet loại áp lực có hai khoang được nêu trong Phụ lục A, cùng qui trình hiệu chuẩn và cách tiến hành.

4.3 Khí đo, tốt nhất là heli có độ tinh khiết 99,99 % hoặc cao hơn để có độ chính xác cao nhất, hoặc khí không ăn mòn và không hấp phụ khác, ví dụ không khí khô, ở áp suất lên đến 300 kPa.

4.4 Bể ổn nhiệt hoặc vỏ bọc, có khả năng duy trì nhiệt độ thử  $T$  mong muốn (tốt nhất là  $23 \text{ }^\circ\text{C}$ ) chính xác đến  $1 \text{ }^\circ\text{C}$ . Ngoài ra, có thể sử dụng picnomet khí có gắn điều khiển nhiệt độ thích hợp.

## 5 Mẫu thử

5.1 Nếu không có qui trình ổn định nhiệt, sấy khô các mẫu thử đến khối lượng không trước khi tiến hành đo thể tích. Cần thận lựa chọn các điều kiện sấy để tránh những thay đổi khối lượng riêng của vật liệu thử.

5.2 Các vật liệu thử dạng bột, hạt, viên hoặc vảy có thể thử nguyên mẫu như đã nhận, vật liệu dạng khác có thể cắt thành hình dạng bất kỳ thích hợp với kích thước của khoang picnomet được sử dụng. Cần thận để tránh làm thay đổi khối lượng riêng do ứng suất nén vật liệu trong khi cắt gây ra.

Chuẩn bị mẫu thử có các lỗ kin theo phương pháp thích hợp, ví dụ bằng cách nghiền.

5.3 Các mẫu thử mà khối lượng riêng thay đổi theo trạng thái có thể lớn hơn độ chính yêu cầu của phép đo sẽ được ổn định trước khi thử theo tiêu chuẩn vật liệu liên quan. Có thể ổn định ở độ ẩm đặc biệt hoặc đến mức tinh thể hóa không đổi.

5.4 Khi mục đích chính của phép đo là xác định sự thay đổi khối lượng riêng theo thời gian điều kiện môi trường thì ổn định mẫu thử theo thỏa thuận giữa các bên liên quan.

## 6 Hiệu chuẩn

Đặt picnomet đến nhiệt độ  $T$  cho trước, tốt nhất là 23 °C. Điều chỉnh các dung tích của khoang picnomet đến giá trị yêu cầu hoặc đo dung tích của các khoang rỗng. Xác định khối lượng mẫu thử hiệu chuẩn có khối lượng riêng đã biết chính xác đến 0,1 mg hoặc sử dụng mẫu hiệu chuẩn có thể tích đã biết. Đưa mẫu thử hiệu chuẩn vào khoang đo. Làm sạch để thay không khí và hơi ẩm có thể bị hấp phụ trên bề mặt mẫu thử trong 3 min bằng khí đo. Nếu kéo dài thời gian để thiết lập cân bằng nhiệt độ. Khi đạt được nhiệt độ định trước, đo sự thay thể tích hoặc áp suất sinh ra do đưa mẫu thử vào theo nguyên tắc tiến hành của loại picnomet cụ thể được sử dụng. Xác định hệ số hiệu chuẩn  $k_C$  từ công thức (3a) hoặc (3b).

**CHÚ THÍCH** Khi sử dụng thiết bị kiểu áp lực, thể tích của mẫu thử có thể được tính từ sự thay đổi áp bằng cách sử dụng sử dụng mối quan hệ áp suất-thể tích đối với các khí lý tưởng (định luật Boyle-Mariotte). Điều này có thể thực hiện tự động ở một số picnomet.

$$k_C = \frac{V_C}{V_C^0} \quad (3a)$$

$$k_C = \frac{V_C \times \rho_C^0}{m_C} \quad (3b)$$

trong đó

$V_C$  là thể tích đo được của mẫu thử hiệu chuẩn;

- $V_C^0$  là thể tích đã biết của mẫu thử hiệu chuẩn;  
 $\rho_C^0$  là khối lượng riêng đã biết của mẫu thử hiệu chuẩn;  
 $m_C$  là khối lượng của mẫu thử hiệu chuẩn.

Hiệu chuẩn lại picnomet nếu thể tích khoang hoặc nhiệt độ bị thay đổi, sử dụng khí đo khác nhau hoặc áp suất của khí đo bị thay đổi đáng kể.

## 7 Cách tiến hành và biểu thị kết quả

Lặp lại cách tiến hành đã mô tả trong điều 6 với mẫu thử. Tính khối lượng riêng theo công thức.

$$\rho_S^T = \frac{m_S}{V_S^T} \times k_C \quad (4)$$

Trong đó

- $m_S$  là khối lượng của mẫu thử;  
 $V_S^T$  là thể tích mẫu thử ở nhiệt độ  $T$ .

Tiến hành phép xác định với ít nhất ba mẫu thử từ cùng vật liệu.

## 8 Độ chụm

Không có độ chụm của phương pháp này vì thiếu dữ liệu thử nghiệm liên phòng thí nghiệm. Cho đến khi các có các dữ liệu này, công bố về độ chụm sẽ được bổ sung sau.

CHÚ THÍCH Độ tái lập có thể được mong đợi là tốt hơn khoảng 0,2 %, trong khi độ lặp lại có thể được mong đợi là tốt hơn khoảng 0,1 %.

## 9 Báo cáo thử nghiệm

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

- Viện dẫn tiêu chuẩn này;
- Thông tin đầy đủ về mẫu, bao gồm phương pháp chuẩn bị mẫu và xử lý sơ bộ, nếu có;
- Giá trị trung bình số học khối lượng riêng đối với tất cả các mẫu được thử và độ lệch chuẩn của giá trị trung bình;
- Số lượng mẫu được thử và khối lượng của từng mẫu;
- Chi tiết qui trình ổn định đã sử dụng;



**TCVN 6039-3 : 2008**

- f) Khí đo được sử dụng và độ tinh khiết;
- g) Nhiệt độ thử nghiệm;
- h) Vật liệu hiệu chuẩn được sử dụng;
- i) Loại picnomet được sử dụng và nhà sản xuất picnomet;
- j) Các chi tiết thao tác bất kỳ không qui định trong tiêu chuẩn này cũng như các chi tiết ngẫu nhiên bất kỳ có khả năng xảy ra ảnh hưởng đến kết quả;
- k) Ngày thử nghiệm.

## Phụ lục A

(tham khảo)

## Picnomet loại áp suất hai khoang

## A.1 Thiết bị

Thiết bị gồm có hai khoang nối với nhau [khoang đo (thể tích  $V_{\text{meas}}$ ) và khoang giãn nở (thể tích  $V_{\text{exp}}$ )], các van để khí vào ( $V_1$ ) và khí ra ( $V_2$ ) và van ( $V_3$ ) cách ly hai khoang, như thể hiện trong Hình A.1 a). Khoang đo được lắp cảm ứng áp suất. Picnomet có thể được vận hành thủ công hoặc tự động.

## A.2 Hiệu chuẩn

Trước khi bắt đầu qui trình hiệu chuẩn, thiết bị được làm sạch bằng cách mở tất cả các van và thổi cả hai khoang bằng khí, để hai khoang đầy khí ở áp suất khí quyển. Khi đó chỉ số của cảm ứng áp suất ở giá trị "0". Các thao tác chuẩn bị này được thực hiện trước mỗi bước hiệu chuẩn.

Trong bước hiệu chuẩn đầu tiên [xem Hình A.1 a)], các van  $V_2$  và  $V_3$  được đóng kín. Bằng cách mở van  $V_1$ , khí tràn vào khoang đo cho đến khi đạt được áp suất xác định  $p_1^0$ . Sau đó đóng van  $V_1$ , mở van  $V_2$  và đo được áp suất cân bằng là  $p_2^0$ .

Trong bước hiệu chuẩn thứ hai [xem Hình A.1 b)], thực hiện qui trình tương tự với mẫu hiệu chuẩn đã biết thể tích  $V_C$  trong khoang đo. Khoang đo lại được nạp đầy khí cho đến khi đạt được áp suất xác định  $p_1^*$ , sau khi giãn nở, kết quả áp suất đo được là  $p_2^*$ .

Thể tích của khoang đo và thể tích của khoang giãn nở có thể tính theo công thức (A.1) và (A.2), tương ứng.

$$V_{\text{meas}} = \frac{V_C (p_1^* - p_2^*)}{(p_1^* - p_2^*) - \frac{p_2^*}{p_2^0} (p_1^0 - p_2^0)} \quad (\text{A.1})$$

$$V_{\text{exp}} = V_{\text{meas}} \frac{p_1^0 - p_2^0}{p_2^0} \quad (\text{A.2})$$

Trong đó

$p_1^0, p_2^0$  là các áp suất trong picnomet rỗng tương ứng trước và sau khi giãn nở trong khoang giãn nở;

$p_1^*, p_2^*$  là các áp suất trong picnomet chứa mẫu hiệu chuẩn tương ứng trước và sau khi giãn nở trong khoang giãn nở;

$V_C$  là thể tích của mẫu hiệu chuẩn;

$V_{\text{meas}}$  là thể tích của khoang đo;

$V_{\text{exp}}$  là thể tích của khoang giãn nở.

**A.3 Cách tiến hành**

Sau khi đưa mẫu thử vào khoang đo, đo thể tích mẫu theo cách giống một trong các hiệu chuẩn [xem Hình A.1 c)]. Đưa khoang đo đến áp suất  $p_1$ , để khí giãn nở trong khoang giả nhận được áp suất cân bằng  $p_2$ . Thể tích của mẫu thử ở nhiệt độ  $T$  tính theo công thức (A.3).

$$V_S^T = V_{meas} - \frac{V_{exp}}{\frac{p_1}{p_2} - 1} \quad (A)$$

Trong đó

$p_1, p_2$  là các áp suất trong picnomet có chứa mẫu thử tương ứng trước và sau giãn nở trong khoang giãn nở;

$V_S^T$  là thể tích của mẫu thử ở nhiệt độ  $T$ .

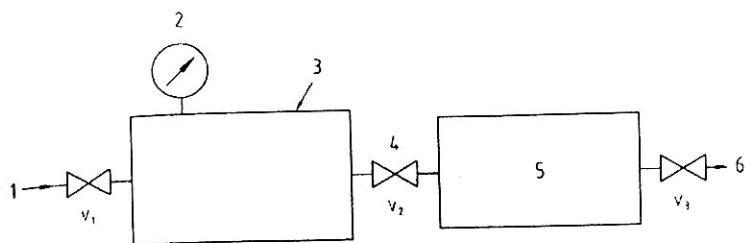
Khối lượng riêng có thể được tính bằng cách chia khối lượng mẫu thử cho thể tích của nó:

$$\rho_S^T = \frac{m_S}{V_S^T} \quad (A)$$

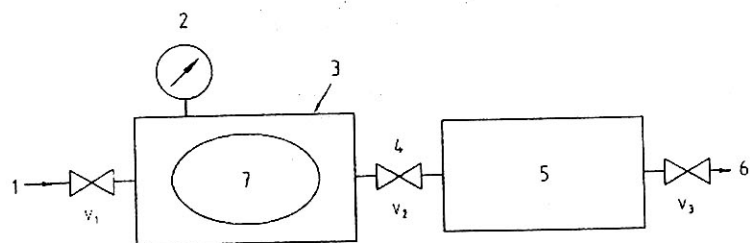
trong đó

$m_S$  là khối lượng của mẫu thử;

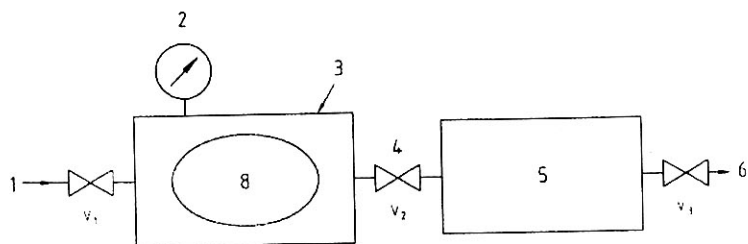
$\rho_S^T$  là khối lượng riêng của mẫu thử ở nhiệt độ  $T$ .



a) Sơ đồ hệ thống của picnomet



b) Hiệu chuẩn



c) Phép đo

## CHÚ DẪN

- |   |                  |   |                |
|---|------------------|---|----------------|
| 1 | đường khí vào    | 5 | khoang giãn nở |
| 2 | cảm biến áp suất | 6 | đường khí ra   |
| 3 | khoang đo        | 7 | mẫu hiệu chuẩn |
| 4 | van nối          | 8 | mẫu thử        |

Hình A.1 – Picnomet khí loại áp suất hai khoang