



CỘNG HOÀ XÃ HỘI CHỦ NGHĨA VIỆT NAM

TIÊU CHUẨN VIỆT NAM

CAO SU

Xác đ ị nh đ ộ tro

TCVN 4865-89

(ISO 247-78)

HÀ NỘI

Cơ quan biên soạn:

Trung tâm Tiêu chuẩn - Đo lường - Chất lượng

Tổ chức Tiêu chuẩn - Đo lường - Chất lượng

Cơ quan đề nghị ban hành và trình duyệt:

Tổ chức Tiêu chuẩn - Đo lường - Chất lượng

Ủy ban Khoa học và Kỹ thuật Nhà nước

Cơ quan xét duyệt và ban hành:

Ủy ban Khoa học và Kỹ thuật Nhà nước

Quyết định ban hành số 702/QĐ ngày 25 tháng 12 năm 1989.

TIÊU CHUẨN VIỆT NAM

NHÓM I

CAO SU Xác định độ tro <i>RUBBER</i> <i>Determination of ash</i>	TCVN 4865-89 (ISO 247-78) Khuyến khích áp dụng
--	---

Tiêu chuẩn này hoàn toàn phù hợp với ISO 247-78.

1. QUY ĐỊNH CHUNG

1.1. Tiêu chuẩn này quy định ba phương pháp để xác định độ tro của cao su thô, cao su hỗn hợp và cao su lưu hoá.

Tiêu chuẩn này không cho độ tro là hàm lượng hoá học các chất vô cơ của cao su hỗn hợp hay lưu hoá. Đó là trách nhiệm của nhà phân tích, người phải biết được tác động của các phụ gia cao su ở nhiệt độ cao.

1.2. Các phương pháp A và B không dùng để xác định độ tro của cao su lưu hoá hay cao su hỗn hợp có chứa clo, brom hay iốt.

1.3. Không dùng phương pháp C cho cao su thiên nhiên thô.

1.4. Các hợp chất Lithi và Flo phản ứng với chén nung bằng sứ sẽ tạo thành hợp chất bay hơi nên cho kết quả độ tro thấp. Chén nung bạch kim được dùng để xác định độ tro của cao su đã bị pôlime hoá có chứa Flo và Liti.

1.5. Việc sử dụng phương pháp xác định độ tro khác nhau không cho các kết quả giống nhau và trong báo cáo thử nghiệm cần phải ghi rõ phương pháp đã sử dụng.

2. NGUYÊN TẮC CỦA CÁC PHƯƠNG PHÁP

2.1. Phương pháp A.

Đốt nóng mẫu thử đã cân để xác định khối lượng trong một chén nung trên đèn khí. Sau khi tách ra được những sản phẩm phân huỷ dễ bay hơi thì chuyển chén đó vào lò múp. Mẫu được nung cho đến khi tất cả các chất có cacbon cháy hết và chỉ còn lại một khối có khối lượng không đổi.

2.2. Phương pháp B

Nung lượng mẫu thử đã cân để xác định khối lượng và góc trong giấy bọc không tro và đặt trong chén nung. Đặt chén có đựng mẫu vào lò cho đến khi các sản phẩm phân hủy nhẹ đã bị tách ra hết, các chất chứa cacbon để u đã cháy hết chỉ còn lại một khối lượng không đổi.

2.3. Phương pháp C

Nung lượng mẫu thử đã cân trong chén nung có đựng axit sunfuric, đầu tiên bằng đèn khí và sau đó trong lò múp cho đến khi các chất có cacbon đã cháy hết và thu được một khối lượng không đổi.

3. CÁC THIẾT BỊ

3.1. Chén nung bằng sứ, dioxit silic, hoặc bạch kim, có dung tích gần 50ml. Đối với các loại cao su tổng hợp cho phép dùng loại chén có dung tích tối thiểu 25ml cho mỗi gam mẫu thử hoặc có thể dùng một đĩa nhôm hay chậu có dung tích xấp xỉ 50ml.

3.2. Tấm Amiăng (cho phương pháp A và C) hình vuông cạnh 100 mm, dày khoảng 5 mm, có một lỗ ở giữa khay với chén nung. Khoảng 2/3 chén là ở phía dưới tấm amiăng.

3.3. Đèn Bunsen (dùng cho phương pháp A và C) hoặc hai đèn khí tương tự.

3.4. Giấy lọc (chỉ dùng cho phương pháp B). Dùng loại không tro, đường kính 150 mm.

3.5. Lò múp có lắp một ống hơi để giúp cho việc điểu chỉnh không khí thổi qua lò (điều này cũng có thể đạt được bằng cách điểu chỉnh độ mở cửa cửa lò). Cần có thiết bị điểu chỉnh nhiệt độ để duy trì nhiệt độ $550 \pm 25^{\circ}\text{C}$ hoặc $950 \pm 25^{\circ}\text{C}$.

4. HOÁCHẤT

Axit sunfuric (chỉ dùng cho phương pháp C) loại dùng cho phân tích, $d=1,84 \text{ g/ml}$.

5. CHUẨN BỊ MẪU THỬ

5.1. Mẫu thử của cao su thiên nhiên thô được cắt ra từ mẫu đã được làm đồng đều. Mẫu thử cao su thô tổng hợp sẽ được cắt từ cao su thô thu được sau khi đã tiến hành xác định hàm lượng chất dễ bay hơi theo TCVN 4863-89 (ISO 248-1978).

5.2. Mẫu thử của hỗn hợp cao su sẽ được tán bằng tay.

5.3. Các mẫu thử của cao su đã lưu hoá sẽ được cán thành tấm, hoặc được nghiền bằng máy nghiền hay được tán nhỏ bằng tay.

Chú ý. Cần tiến hành rất cẩn thận để đảm bảo cho mẫu thử của hỗn hợp cao su và cao su đã lưu hoá là mẫu thử đại diện.

6. CÁCH TIẾN HÀNH

6.1. Phương pháp A

Nung chén nung đã được làm sạch (3.1) và có dung tích thích hợp trong khoảng 30 phút ở trong lò múp (3.5) ở nhiệt độ $550 \pm 25^\circ\text{C}$ làm nguội đến nhiệt độ xung quanh trong một bình hút ẩm và cân chính xác đến 0,001g. Lấy một lượng khoảng 5g cao su hỗn hợp hoặc cao su lưu hoá, tùy theo khối lượng tro cần xác định và cân chính xác đến 0,001g. Cho lượng mẫu thử đã cân đó vào chén nung rồi đặt chén nung vào lỗ giữa của tấm amiăng (3.2). Đốt nóng nổi từ từ bằng đèn khí (3.3), cẩn thận để cao su không bị bắt lửa. Nếu mẫu bị hao hụt, do bốc ra hay nổ i bọt thì cần phải làm lại thí nghiệm trên với một lượng mẫu thử mới. Khi cao su bị phân huỷ thành một khối, dần dần tăng nhiệt cho đến khi các sản phẩm phân huỷ dễ bay hơi đã được tách hoàn toàn và chỉ còn lại phần khô có chứa cacbon. Lúc đó chuyển chén nung vào lò múp ở nhiệt độ $550 \pm 25^\circ\text{C}$ hé mở cửa lò để cung cấp đủ không khí để oxy hoá cacbon.

Tiếp tục nung cho đến khi cacbon đã bị oxy hoá hoàn toàn và thu được một lượng tro sạch. Lấy chén có tro ra khỏi lò, làm nguội đến nhiệt độ môi trường trong bình hút ẩm và cân chính xác đến 0,001g. Sau đó lại nung chén có tro khoảng 30 phút trong lò múp ở nhiệt độ $550 \pm 25^\circ\text{C}$, rồi lại làm nguội đến nhiệt độ xung quanh trong bình hút ẩm và cân lại với độ chính xác đến 0,001g khối lượng sau này không được khác với khối lượng ban đầu quá 0,001g, trong trường hợp là cao su thiên nhiên thô, hoặc hơn 1% tính tương đối so với lượng tro của cao su thiên nhiên thô, hoặc hơn 1% tính tương đối so với lượng tro của cao su hỗn hợp thô và lưu hoá. Nếu yêu cầu không đạt thì lặp lại quá trình nung, làm nguội và cân cho đến khi sự chênh lệch về khối lượng giữa lần cân liên tiếp đạt yêu cầu.

Chú thích:

1. Đối với cao su hỗn hợp cao su lưu hoá có thể sử dụng nhiệt độ $950 \pm 25^\circ\text{C}$. Nếu dùng nhiệt độ đó thì không dùng đĩa nhôm và chậu nhôm và trong báo cáo thử nghiệm phải ghi rõ nhiệt độ đã dùng và lý do vì sao phải dùng nhiệt độ đó.

2. Đối với cao su thiên nhiên thô, các lần cân phải đạt đến độ chính xác 0,001 g.

6.2. Phương pháp B

Đốt nóng chén nung sạch, không đựng gì (3.1) có dung tích thích hợp trong khoảng 30 phút ở trong lò múp (3.5) ở nhiệt độ $550 \pm 25^\circ\text{C}$. Làm nguội đến nhiệt độ xung quanh trong bình hút ẩm và cân chính xác đến 0,001 g cân mẫu thử khoảng 5 g đối với cao su thiên nhiên, hoặc 1 – 5 g đối với cao su hỗn hợp hay lưu hoá, tùy theo lượng tro cần thu và cân chính xác đến 0,001 g. Gói trong giấy lọc không tro (3.4) và đặt vào chén nung. Cho chén vào lò ở nhiệt độ $550 \pm 25^\circ\text{C}$ và đóng nhanh cửa lò. Trong một giờ đầu không được phép mở cửa lò để tránh sự bốc cháy của khí đốt.

Sau một giờ hé mở cửa lò để cung cấp đủ oxy để oxy hoá cacbon. Tiếp tục đốt nóng cho đến khi cacbon hoàn toàn bị oxy hoá và thu được một lượng tro sạch.

Lấy chén và chất đựng trong chén ra khỏi lò, làm nguội đến nhiệt độ xung quanh, trong bình hút ẩm và cân chính xác đến 0,001 g. Sau đó lại đốt nóng chén nung và chất đựng trong chén đó khoảng 30 phút trong lò múp ở nhiệt độ $550 \pm 25^{\circ}\text{C}$ làm nguội đến nhiệt độ xung quanh trong bình hút ẩm và cân lại chính xác đến 0,001 g. Khối lượng này không được khác với khối lượng ban đầu quá 0,001 g đối với cao su thiên nhiên thô, hoặc không quá 1% tỉ lệ tương đối theo lượng tro đối với cao su hỗn hợp và lưu hoá. Nếu không đạt được yêu cầu này lặp lại quá trình nung, làm nguội và cân cho đến khi sự khác nhau về khối lượng giữa các lần cân liên tiếp đạt yêu cầu.

Chú ý:

1. Vì cửa lò phải được đóng lại nhanh và giữ như vậy sau khi cho chén nung vào lò, nên nếu phải xác định nhiệt độ tro nhiều lần thì thí nghiệm hơn cả là đặt các chén nung đó vào một khay thí nghiệm. Tất cả các chén đó phải được cho vào lò cùng một lần.

2. Nếu bề mặt của lớp tro trong chén cách miệng chén khoảng 3 mm thì phải hủy bỏ thí nghiệm làm lại thí nghiệm, nhưng dùng mẫu ít hơn hoặc dùng chén to hơn. Có thể dùng phương pháp A xen kẽ thay cho phương pháp B.

3. Đối với cao su thô, các lần cân phải đạt đến độ chính xác 0,0001 g.

6.3. Phương pháp C

Đốt nóng chén nung (3.1), sạch có cỡ thí nghiệm trong 30 phút trong lò múp (3.5) ở nhiệt độ $950 \pm 25^{\circ}\text{C}$, làm nguội đến nhiệt độ xung quanh trong bình hút ẩm và cân chính xác đến 0,001 g. Cân một lượng mẫu thử khoảng từ 1 – 5 g cao su hỗn hợp hoặc lưu hoá và cân chính xác đến 0,001 g. Đổ khoảng 3,5 ml axit sunfuric đậm đặc (4) vào mẫu thử sao cho chỗ cao su đó hoàn toàn bị thấm ướt. Đặt chén đã đựng mẫu đó vào mẫu giữa của tấm amiăng (3.2) và đốt nóng từ từ bằng đèn khí. Lúc đầu phản ứng, hỗn hợp phồng lên, thì cho lửa nhỏ đi để tránh bị mất mẫu thí nghiệm. Khi phản ứng giảm, tăng nhiệt lên cho đến khi lượng axit dư bay hơi hết, và còn lại phần cặn khô chứa cacbon. Cho chén và chất đựng trong chén vào lò, duy trì nhiệt độ ở $950 \pm 25^{\circ}\text{C}$ và đốt nóng khoảng 1 giờ cho đến cacbon bị oxy hoá hoàn toàn và thu được một lượng tro sạch. Lấy chén ra khỏi lò làm nguội đến nhiệt độ xung quanh và cân chính xác đến 0,001 g. Sau đó lại đốt nóng chén đó khoảng 30 phút trong lò múp ở nhiệt độ $950 \pm 25^{\circ}\text{C}$, làm nguội đến nhiệt độ xung quanh trong bình hút ẩm và cân lại chính xác đến 0,001 g.

Nếu khối lượng cân lần sau khác lần cân trước quá 1% tương đối theo lượng tro; lặp lại quá trình đốt nóng làm nguội và cân cho đến khi sự khác biệt giữa các lần cân nhỏ hơn 1% tương đối theo lượng tro.

7. TÍNH KẾT QUẢ

Độ tro được tính bằng phần trăm khối lượng, theo công thức

$$\frac{m_2 - m_1}{m_0} \cdot 100$$

Trong đó:

m_0 – là khối lượng phần tử, tính bằng g;

m_1 – là khối lượng chén không, tính bằng g;

m_2 – là khối lượng chén và tro, tính bằng g;

8. BIÊN BẢN THỬ NGHIỆM

Biên bản thử nghiệm bao gồm nội dung sau:

- a) Tất cả các chi tiết cần thiết để đồng nhất hoàn toàn phần thử hoặc mẫu thử
- b) Tài liệu tham khảo cho tiêu chuẩn này
- c) Phương pháp đã sử dụng – phương pháp A, phương pháp B hay phương pháp C.
- d) Nhiệt độ đã sử dụng và lý do tại sao chọn nhiệt độ 950°C đối với phương pháp A.
- e) Độ tro của sản phẩm thí nghiệm bằng phần trăm khối lượng
- f) Ngày thí nghiệm

PHỤ LỤC

Tài liệu tham khảo

ISO 248. Các loại cao su thô - xác định hàm lượng chất dễ bay hơi.

ISO 1795. Cao su thô ở trong kiện – lấy mẫu.

ISO 1629. Các loại cao su và mủ – danh pháp (thuật ngữ)

ISO 1796. Cao su thô - chuẩn bị mẫu.