

TCVN

TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

**TCVN 10521:2014
ISO 62:2008**

Xuất bản lần 1

CHẤT DẼO – XÁC ĐỊNH ĐỘ HẤP THỤ NƯỚC

Plastics – Determination of water absorption

HÀ NỘI – 2014

Mục lục

Trang

Lời nói đầu	4
Lời giới thiệu.....	5
1 Phạm vi áp dụng	7
2 Tài liệu viện dẫn	8
3 Nguyên tắc.....	8
4 Thiết bị, dụng cụ.....	8
5 Mẫu thử	9
5.1 Yêu cầu chung	9
5.2 Mẫu thử hình vuông đối với chất dẻo đồng nhất	9
5.3 Mẫu thử chất dẻo gia cường chịu ảnh hưởng bởi các tác động khuếch tán không đẳng hướng	10
5.4 Mẫu thử dạng ống	10
5.5 Mẫu thử dạng thanh	10
5.6 Mẫu thử được cắt từ sản phẩm hoàn thiện, hỗn hợp ép đùn, tấm hoặc cán mỏng	11
6 Điều kiện thử nghiệm và cách tiến hành.....	11
6.1 Yêu cầu chung	11
6.2 Điều kiện chung.....	11
6.3 Phương pháp 1: Xác định lượng nước được hấp thụ sau khi ngâm trong nước tại nhiệt độ 23 °C.....	12
6.4 Phương pháp 2: Xác định lượng nước được hấp thụ sau khi ngâm trong nước sôi	13
6.5 Phương pháp 3: Xác định chất hòa tan trong nước thất thoát trong quá trình ngâm	13
6.6 Phương pháp 4: Xác định lượng nước bị hấp thụ sau khi phơi nhiễm với độ ẩm tương đối 50 %	14
7 Biểu thị kết quả	14
7.1 Phần trăm theo khối lượng của nước bị hấp thụ.....	14
7.2 Xác định hàm lượng nước bão hòa và hệ số khuếch tán nước sử dụng định luật Fick	15
8 Độ chụm.....	17
9 Báo cáo thử nghiệm	17
Phụ lục A (tham khảo) Quan hệ giữa hấp thụ nước bởi mẫu thử và định luật khuếch tán Fick	18
Phụ lục B (tham khảo) Công bố độ chụm.....	20
Thư mục tài liệu tham khảo	23

Lời nói đầu

TCVN 10521:2014 hoàn toàn tương đương với ISO 62:2008.

TCVN 10521:2014 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.

Lời giới thiệu

Chất dẻo tiếp xúc với nước chịu một vài tác động khác nhau:

- a) Sự thay đổi kích thước (ví dụ, trương nở) do hấp thụ nước;
- b) Trích ly các thành phần có thể tan trong nước;
- c) Thay đổi các đặc tính khác.

Tuy nhiên, tiếp xúc với ẩm, ngâm và tiếp xúc với nước sôi có thể dẫn đến sự phản ứng khác nhau của vật liệu. Hàm lượng ẩm cân bằng có thể được sử dụng để so sánh lượng nước hấp thụ bởi các loại khác nhau của chất dẻo khi chúng tiếp xúc với ẩm. Hàm lượng ẩm được xác định trong điều kiện không cân bằng có thể được sử dụng để so sánh các mẻ khác nhau của cùng vật liệu và để xác định hằng số khuếch tán của vật liệu khi được xác định trong điều kiện không cân bằng được kiểm soát cẩn thận của tiếp xúc với ẩm và khi sử dụng mẫu chất dẻo có kích thước xác định.

Chất dẻo – Xác định độ hấp thụ nước

Plastics – Determination of water absorption

1 Phạm vi áp dụng

1.1 Tiêu chuẩn này quy định quy trình xác định đặc tính hấp thụ hơi ẩm theo hướng “thấm qua chiều dày” của chất dẻo cứng phẳng hoặc cong. Tiêu chuẩn này cũng mô tả các quy trình xác định lượng nước được hấp thụ bởi mẫu chất dẻo có kích thước xác định, khi được ngâm trong nước hoặc khi tiếp xúc với không khí ẩm dưới các điều kiện được kiểm soát. Hệ số khuếch tán hơi ẩm “thấm qua chiều dày” có thể được xác định đối với vật liệu đơn pha bằng cách giả định hoạt động khuếch tán Fick có đặc tính hấp thụ hơi ẩm không đổi thấm qua chiều dày của mẫu thử. Loại này có hiệu lực đối với vật liệu đồng nhất và composit nền polyme gia cường được thử nghiệm dưới nhiệt độ hóa thủy tinh của chúng. Tuy nhiên, một số nền hai pha như epoxy đóng rắn có thể đòi hỏi mô hình hấp thụ đa pha mà không bao gồm trong tiêu chuẩn này.

1.2 Một cách lý tưởng, việc so sánh tốt nhất đặc tính hấp thụ nước và/hoặc hệ số khuếch tán của vật liệu phải được tiến hành bằng cách chỉ sử dụng hàm lượng hơi ẩm cân bằng của chất dẻo được phơi nhiễm với các điều kiện đồng nhất. Việc so sánh vật liệu dựa trên các đặc tính tại trạng thái cân bằng hơi ẩm, không giả định kiểu khuếch tán Fick đơn pha và do vậy không bị hạn chế bởi kiểu khuếch tán này.

1.3 Ngoài ra, hấp thụ nước của mẫu thử chất dẻo có kích thước xác định ngâm hoặc đặt tại độ ẩm được kiểm soát nhưng cho giai đoạn thời gian bất kỳ có thể được sử dụng để so sánh các mẻ khác nhau của cùng vật liệu hoặc cho việc thử nghiệm kiểm soát chất lượng của vật liệu đã cho sẵn. Đối với loại so sánh này, điều quan trọng là tất cả các mẫu thử phải có kích thước đồng nhất và có cùng thuộc tính vật lý càng gần càng tốt, ví dụ độ trơn nhẵn bề mặt, ứng suất trong, v.v... Tuy nhiên, trạng thái cân bằng hơi ẩm không đạt được dưới điều kiện này. Vì vậy, kết quả từ loại thử nghiệm này không thể được sử dụng để so sánh đặc tính hấp thụ nước của các loại chất dẻo khác nhau. Để có các kết quả đáng tin cậy hơn, nên thực nghiệm đồng thời các phép thử.

1.4 Các kết quả thu được bằng các phương pháp được quy định trong tiêu chuẩn này có thể áp dụng được cho hầu hết các chất dẻo nhưng không thể áp dụng đối với chất dẻo dạng xốp, dạng hạt hoặc dạng bột, các dạng chất dẻo này có thể cho thấy sự hấp thụ bổ sung và hiệu ứng

mao dẫn. Các chất dẻo phơi nhiễm với hơi ẩm theo các điều kiện được kiểm soát trong những khoảng thời gian xác định được dùng để so sánh tương quan giữa chúng. Thử nghiệm được mô tả nhằm xác định hệ số khuếch tán có thể không áp dụng được cho tất cả các chất dẻo. Chất dẻo mà không duy trì được hình dạng của chúng khi bị ngâm trong nước sôi sẽ không so sánh được theo phương pháp 2 (xem 6.4).

2 Tài liệu viện dẫn

Các tài liệu viện dẫn sau đây là cần thiết để 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, bổ sung (nếu có).

TCVN 9847:2013 (ISO 175:2010)¹⁾ *Chất dẻo – Xác định ảnh hưởng khi ngâm trong hóa chất lỏng*

ISO 294-3, *Plastics – Injection moulding of test specimens of thermoplastic materials – Part 3: Small plates (Chất dẻo – Đúc phun mẫu thử vật liệu nhiệt dẻo – Phần 3: Tấm nhỏ)*

ISO 2818, *Plastics – Preparation of test specimens by machining (Chất dẻo – Chuẩn bị mẫu thử bằng máy)*

3 Nguyên tắc

Mẫu thử được ngâm trong nước cất tại nhiệt độ 23 °C hoặc trong nước cất đun sôi, hoặc được phơi nhiễm với độ ẩm tương đối 50 % tại nhiệt độ nhất định, trong thời gian quy định. Xác định lượng nước bị hấp thụ bởi từng mẫu thử bằng cách xác định sự thay đổi khối lượng của mẫu thử, nghĩa là sự chênh lệch giữa khối lượng ban đầu và khối lượng sau khi tiếp xúc với nước, sự thay đổi được thể hiện là phần trăm của khối lượng ban đầu. Nếu được yêu cầu, cũng có thể xác định được lượng nước thất thoát sau khi làm khô mẫu thử.

Trong một số ứng dụng, có thể cần độ ẩm tương đối từ 70 % đến 90 % và nhiệt độ từ 70 °C đến 90 °C. Độ ẩm tương đối và nhiệt độ cao hơn số liệu được khuyến nghị trong tiêu chuẩn này có thể được sử dụng tùy theo sự thỏa thuận của các bên liên quan. Khi các điều kiện về nhiệt độ và độ ẩm tương đối khác với những điều kiện đã được khuyến nghị sử dụng, việc mô tả toàn bộ những điều kiện này (có dung sai thích hợp) phải được bao gồm trong báo cáo thử nghiệm.

4 Thiết bị, dụng cụ

4.1 Cân, có độ chính xác đến $\pm 0,1$ mg (xem 6.1.3).

¹⁾ Bản gốc viện dẫn ISO 175:1999.

4.2 Tủ sấy, chân không hoặc đối lưu không khí cưỡng bức, được duy trì tại nhiệt độ $(50,0 \pm 2,0)$ °C hoặc tại bất kỳ nhiệt độ nào khác theo thỏa thuận (xem 6.1.2).

4.3 Bình chứa, chứa nước cất hoặc nước có độ tinh khiết tương đương, được trang bị thiết bị gia nhiệt có khả năng ổn định nhiệt độ theo nhiệt độ quy định.

4.4 Bình hút ẩm, có chất hút ẩm (ví dụ P_2O_5).

4.5 Dụng cụ đo kích thước của mẫu thử, có độ chính xác đến $\pm 0,1$ mm, nếu cần.

5 Mẫu thử

5.1 Yêu cầu chung

Đối với mỗi vật liệu cần đánh giá, thử nghiệm ít nhất ba mẫu thử. Mẫu thử theo kích thước yêu cầu có thể được chuẩn bị bằng đúc khuôn hoặc ép đùn. Phương pháp được sử dụng để chuẩn bị cho tất cả mẫu thử phải được ghi lại trong báo cáo thử nghiệm.

CHÚ THÍCH: Kết quả của phương pháp này có thể bị ảnh hưởng bởi tác động bề mặt. Đối với một số vật liệu, các kết quả khác nhau có thể xảy ra giữa các mẫu thử tạo hình theo khuôn và mẫu thử được cắt từ tấm lớn hơn.

Mọi tạp chất trên bề mặt mẫu thử mà có thể ảnh hưởng đến sự hấp thụ nước đều phải được loại bỏ bằng tác nhân làm sạch không có hại đối với chất dẻo, mức độ có hại được xác định theo TCVN 9847 (ISO 175) – ví dụ, ký hiệu “không” (không thay đổi về hình dạng) trong TCVN 9847:2013 (ISO 175:2010), Bảng 1. Để mẫu thử khô tại nhiệt độ 23 °C và độ ẩm tương đối 50 % trong ít nhất 2 h sau khi làm sạch và trước khi bắt đầu thử nghiệm. Đeo găng tay khi xử lý mẫu thử để tránh làm nhiễm bẩn.

Tác nhân làm sạch phải không có tác động đến sự hấp thụ nước. Khi xác định hàm lượng cân bằng hơi ẩm theo 6.3 (phương pháp 1) và 6.6 (phương pháp 4), có thể bỏ qua tác động của tác nhân làm sạch.

5.2 Mẫu thử hình vuông đối với chất dẻo đồng nhất

Trừ khi có quy định khác hoặc thỏa thuận khác giữa các bên liên quan, kích thước và dung sai kích thước của mẫu thử hình vuông phải giống như được nêu trong ISO 294-3, có độ dày $(1,0 \pm 0,1)$ mm. Mẫu thử có thể được chuẩn bị bằng khuôn theo ISO 294-3, sử dụng các điều kiện được đưa ra trong các tiêu chuẩn có thể áp dụng được với vật liệu được thử (hoặc sử dụng các điều kiện được khuyến nghị bởi nhà cung cấp vật liệu). Đối với một số vật liệu, như polyamit, polycarbonate và một số chất dẻo gia cường, sử dụng mẫu thử có độ dày 1 mm có thể không mang lại kết quả có ý nghĩa. Hơn nữa, một số thông số kỹ thuật sản phẩm yêu cầu sử dụng mẫu thử có độ dày hơn để xác định sự hấp thụ nước. Trong một số trường hợp, có thể sử dụng mẫu thử có độ dày $(2,05 \pm 0,05)$ mm. Nếu sử dụng mẫu thử có độ dày khác với 1 mm, thì phải ghi lại trong báo cáo

thử nghiệm. Không có các yêu cầu làm tròn các cạnh và các góc. Tuy nhiên, cạnh và góc phải nhẵn và sạch để tránh cho vật liệu ở cạnh và góc bị thất thoát trong quá trình thử.

Một số vật liệu có thể biểu hiện co ngót. Nếu mẫu thử của những vật liệu này được chuẩn bị bằng khuôn có kích thước tại giới hạn dưới được qui định trong ISO 294-3, kích thước cuối cùng của mẫu thử có thể vượt quá dung sai được đưa ra trong tiêu chuẩn này. Trong trường hợp này, phải ghi vào báo cáo thử nghiệm.

5.3 Mẫu thử chất dẻo gia cường chịu ảnh hưởng bởi các tác động khuếch tán không đẳng hướng

Đối với một số vật liệu chất dẻo gia cường, như các epoxy gia cường sợi carbon, tác động khuếch tán không đẳng hướng gây ra bởi vật liệu gia cường có thể sinh ra các kết quả lỗi khi sử dụng mẫu thử nhỏ. Trong trường hợp này, các mẫu thử đáp ứng một trong những loại mẫu thử dưới đây được sử dụng và kích thước mẫu thử cùng phương pháp chuẩn bị mẫu thử phải được ghi lại trong báo cáo thử nghiệm:

- a) Bản hình vuông danh nghĩa hoặc bản cong có kích thước thỏa mãn mối quan hệ:

$$w \leq 100d$$

trong đó:

w là chiều dài danh nghĩa của một cạnh, tính bằng milimét;

d là độ dày danh nghĩa, tính bằng milimét.

- b) Bản hình vuông có kích thước 100 mm x 100 mm được bọc các cạnh bằng thép không gỉ hoặc lá nhôm sao cho hấp thụ hơi ẩm qua các cạnh là nhỏ nhất. Khi chuẩn bị mẫu thử này, chú ý cẩn thận cân mẫu thử trước và sau khi gắn lá nhôm để biết được sự gia tăng khối lượng do lá nhôm và keo dán. Chỉ sử dụng keo dán ít hấp thụ để không làm ảnh hưởng đến kết quả.

5.4 Mẫu thử dạng ống

Trừ khi có yêu cầu cụ thể từ tiêu chuẩn khác, mẫu thử dạng ống có kích thước sau:

- a) Đối với ống có đường kính trong nhỏ hơn hoặc bằng 76 mm, cắt các đoạn ống dài (25 ± 1) mm từ ống dài hơn của vật liệu đang được đánh giá. Vết cắt phải vuông góc với trục dọc của ống. Việc cắt có thể được thực hiện bằng máy, cưa hoặc xén và các cạnh phải mịn, không có vết nứt.
- b) Đối với ống có đường kính trong lớn hơn 76 mm, cắt các mẫu thử hình chữ nhật có chiều dài (76 ± 1) mm (được đo dọc theo bề mặt ngoài của ống), chiều rộng (25 ± 1) mm. Các cạnh của vết cắt phải mịn, không có vết nứt.

5.5 Mẫu thử dạng thanh

Mẫu thử dạng thanh có các kích thước sau:

- a) Đối với thanh có đường kính nhỏ hơn hoặc bằng 26 mm, cắt một đoạn dài (25 ± 1) mm. Vết cắt phải vuông góc với trục dọc của thanh. Đường kính mẫu thử là đường kính của thanh.
- b) Đối với thanh có đường kính lớn hơn 26 mm, cắt một đoạn dài (13 ± 1) mm. Vết cắt phải vuông góc với trục dọc của thanh. Đường kính mẫu thử là đường kính của thanh.

5.6 Mẫu thử được cắt từ sản phẩm hoàn thiện, hỗn hợp ép đùn, tấm hoặc vật liệu nhiều lớp

Trừ khi có quy định khác của tiêu chuẩn khác, cắt một miếng từ sản phẩm:

- đáp ứng các yêu cầu đối với mẫu thử hình vuông

hoặc

- có chiều dài và chiều rộng là (61 ± 1) mm và có cùng hình dạng (độ dày và độ cong) như vật liệu được thử.

Các điều kiện gia công máy được sử dụng để chuẩn bị mẫu thử phải do các bên liên quan thỏa thuận. Những điều kiện này cũng phải phù hợp với ISO 2818 và bao gồm trong báo cáo thử nghiệm.

Nếu độ dày danh nghĩa lớn hơn 1,1 mm và không có các điều khoản đặc biệt liên quan đến ứng dụng cụ thể, độ dày của mẫu thử được giảm xuống từ 1,0 mm đến 1,1 mm bằng cách gia công máy chỉ trên một bề mặt.

Khi bề mặt của vật liệu nhiều lớp được gia công bằng máy, đặc tính hấp thụ nước sẽ bị ảnh hưởng đến mức các kết quả thử nghiệm sẽ không có hiệu lực. Vì vậy, mẫu thử sẽ được thử nghiệm với độ dày nguyên gốc và kích thước sẽ được ghi lại trong báo cáo thử nghiệm.

6 Điều kiện thử nghiệm và cách tiến hành

6.1 Yêu cầu chung

6.1.1 Một số vật liệu cụ thể có thể yêu cầu mẫu thử phải được cân trong bình cân.

6.1.2 Quy trình làm khô khác với quy trình được mô tả trong 6.3 đến 6.6 có thể được sử dụng theo sự thỏa thuận của các bên có liên quan.

6.1.3 Khi mức hấp thụ nước của vật liệu lớn hơn hoặc bằng 1 %, có thể chấp nhận mẫu thử đã được cân chính xác đến ± 1 mg và khối lượng của chúng không đổi đến ± 1 mg.

6.2 Điều kiện chung

6.2.1 Mẫu thử phải được làm khô cẩn thận trước khi thử nghiệm. Ví dụ tại 50 °C, cần có thời gian làm khô trong khoảng từ một đến mười ngày. Thời gian chính xác phụ thuộc vào độ dày của mẫu thử.

6.2.2 Sử dụng ít nhất 8 ml nước cất trên một centimet vuông tổng bề mặt mẫu thử nhưng không ít hơn 300 ml trên một mẫu thử. Việc này có thể ngăn ngừa bất kỳ sản phẩm chiết nào trở nên quá đậm đặc trong nước trong quá trình thử.

6.2.3 Đặt bộ ba mẫu thử vào bình chứa riêng rẽ (4.3) và ngâm mẫu hoàn toàn trong nước hoặc phơi nhiễm mẫu với độ ẩm tương đối 50 % (phương pháp 4).

Khi một vài mẫu có cùng thành phần được thử nghiệm, mẫu thử có thể được đặt cùng nhau trong cùng bình chứa có ít nhất 300 ml nước trên một mẫu thử. Tuy nhiên, trong trường hợp này, sự tiếp xúc bề mặt đáng kể giữa mẫu thử hoặc với thành bình chứa là không thể chấp nhận được và phải được ngăn ngừa.

CHÚ THÍCH: Lưới làm bằng thép không gỉ có thể giúp đảm bảo khoảng cách chấp nhận được giữa các mẫu thử.

Đối với mẫu thử có khối lượng riêng thấp hơn khối lượng riêng của nước, ngâm mẫu bằng cách đặt mẫu trong giỏ làm bằng dây thép không gỉ được gắn với vật neo bằng một sợi thép không gỉ. Tránh tiếp xúc bề mặt của vật neo với mẫu thử.

6.2.4 Khoảng thời gian ngâm nước được đưa ra trong 6.3 và 6.4. Tuy nhiên, thời gian ngâm lâu hơn có thể được sử dụng theo sự thỏa thuận của các bên liên quan. Trong những trường hợp này, các cảnh báo sau cần chú ý:

- Đối với thử nghiệm được thực hiện trong nước tại 23 °C, khuấy nước ít nhất một lần mỗi ngày, ví dụ khuấy tròn nước trong bình chứa;
- Đối với thử nghiệm được thực hiện trong nước sôi, cho thêm nước sôi theo như yêu cầu để duy trì thể tích.

6.2.5 Trong quá trình cân, mẫu thử không hấp thụ hoặc nhả nước. Do vậy cần phải cân ngay sau khi mẫu được lấy từ môi trường phơi nhiễm (và nếu cần thiết, loại bỏ bất kỳ nước trên bề mặt). Cần đặc biệt chú ý trong trường hợp vật liệu và mẫu mỏng có hệ số khuếch tán cao đối với nước.

6.2.6 Trong trường hợp vật liệu và mẫu thử có độ dày 1 mm, hệ số khuếch tán cao đối với nước, những lần cân đầu tiên được thực hiện sau 2 h và 6 h.

6.3 Phương pháp 1: Xác định lượng nước được hấp thụ sau khi ngâm trong nước tại nhiệt độ 23 °C

Làm khô tất cả mẫu thử cùng loại trong tủ sấy (4.2) duy trì tại nhiệt độ (50 ± 2) °C trong ít nhất 24 h (xem 6.2.1) và để mẫu nguội đến nhiệt độ phòng trong bình hút ẩm (4.4) trước khi cân mẫu chính xác đến 0,1 mg. Lặp lại quá trình này cho đến khi khối lượng của mẫu không đổi (khối lượng m_1), chính xác đến $\pm 0,1$ mg.

Sau đó đặt mẫu thử vào trong bình chứa (4.3) được đổ đầy nước cất duy trì tại nhiệt độ $23,0\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 1,0\text{ }^{\circ}\text{C}$ hoặc $\pm 2,0\text{ }^{\circ}\text{C}$, phụ thuộc vào yêu cầu kỹ thuật liên quan. Trong trường hợp không có yêu cầu kỹ thuật, dung sai là $\pm 1,0\text{ }^{\circ}\text{C}$.

Sau khi ngâm trong (24 ± 1) h, lấy mẫu thử ra khỏi nước và loại bỏ hết nước trên bề mặt bằng vải mềm khô, sạch hoặc giấy lọc. Cân lại mẫu thử chính xác đến 0,1 mg trong 1 min tính từ khi lấy mẫu ra khỏi nước (khối lượng m_2).

Hàm lượng nước tại mức bão hòa được đo bằng cách ngâm và cân lại mẫu thử tại khoảng thời gian được cho. Khoảng thời gian ngâm điển hình là 24 h, 48 h, 96 h, 192 h, v.v... Tại mỗi khoảng thời gian này (± 1 h), lấy mẫu thử ra khỏi nước, loại bỏ tất cả nước bề mặt và cân lại từng mẫu thử chính xác đến 0,1 mg trong 1 min tính từ khi lấy mẫu ra khỏi nước (ví dụ $m_{2/24h}$).

6.4 Phương pháp 2: Xác định lượng nước được hấp thụ sau khi ngâm trong nước sôi

Làm khô tất cả mẫu thử cùng loại trong tủ sấy (4.2) duy trì tại nhiệt độ $(50,0 \pm 2,0)\text{ }^{\circ}\text{C}$ trong ít nhất 24 h (xem 6.2.1) và để mẫu nguội đến nhiệt độ phòng trong bình hút ẩm (4.4) trước khi cân mẫu chính xác đến 0,1 mg. Lặp lại quá trình này cho đến khi khối lượng của mẫu không đổi (khối lượng m_1) chính xác đến $\pm 0,1$ mg.

Sau đó đặt mẫu thử trong bình chứa (4.3) có chứa nước cất sôi sao cho mẫu được ngâm hoàn toàn. Sau (30 ± 2) min, lấy mẫu thử ra khỏi nước sôi và làm nguội chúng trong nước cất duy trì tại nhiệt độ phòng. Sau khi làm nguội mẫu trong (15 ± 1) min, lấy mẫu ra khỏi nước từng mẫu một. Loại bỏ tất cả nước bề mặt bằng vải mềm khô, sau đó cân ngay mẫu chính xác đến 0,1 mg (khối lượng m_2). Nếu độ dày của mẫu thử nhỏ hơn khoảng 1,5 mm, một lượng nhỏ nước nhỏ nhưng có thể đo được có thể xảy ra trong suốt quá trình cân. Trong trường hợp này, tốt nhất là cân mẫu thử trong bình cân.

Hàm lượng nước tại mức bão hòa được đo bằng cách ngâm và cân lại mẫu thử trong các khoảng thời gian (30 ± 2) min. Sau mỗi khoảng thời gian này, mẫu thử sẽ được lấy ra khỏi nước, để nguội trong nước cất, làm khô và cân như được mô tả ở trên.

Các vết nứt có thể được hình thành sau khi lặp lại quá trình ngâm và làm khô. Nếu xảy ra hiện tượng này, số lượng chu kỳ mà tại đó các vết nứt quan sát được lần đầu sẽ được ghi lại trong báo cáo thử nghiệm.

6.5 Phương pháp 3: Xác định chất hòa tan trong nước bị thất thoát trong quá trình ngâm

Khi vật liệu được biết rõ hoặc nghi ngờ có chứa lượng đáng kể thành phần chất hòa tan trong nước, cần phải xác định chính xác lượng chất hòa tan trong nước bị thất thoát trong quá trình thử nghiệm ngâm. Đối với mục đích này, sau khi ngâm theo 6.3 hoặc 6.4, ổn định mẫu thử đến khối lượng không đổi (khối lượng m_3) theo cùng cách thức như trong giai đoạn làm khô ban đầu trong 6.3 và 6.4. Nếu khối lượng được ổn định lại này m_3 ít hơn khối lượng ổn định m_1 , sự khác biệt sẽ được coi là chất hòa tan trong nước bị thất thoát trong quá trình thử nghiệm ngâm. Đối với những vật liệu này,

trị số hấp thụ nước sẽ được tính là tổng của gia tăng về khối lượng sau ngâm nước và khối lượng của chất hòa tan trong nước.

6.6 Phương pháp 4: Xác định lượng nước bị hấp thụ sau khi phơi nhiễm với độ ẩm tương đối 50 %

Làm khô tất cả mẫu thử cùng loại trong tủ sấy (4.2) duy trì tại nhiệt độ $(50,0 \pm 2,0) ^\circ\text{C}$ trong ít nhất 24 h (xem 6.2.1) và để mẫu nguội đến nhiệt độ phòng trong bình hút ẩm (4.4) trước khi cân mẫu chính xác đến 0,1 mg. Lặp lại quá trình này cho đến khi khối lượng của mẫu không đổi (khối lượng m_1) chính xác $\pm 0,1$ mg.

Sau đó đặt mẫu thử trong khoang hoặc phòng có chứa không khí có độ ẩm tương đối $(50 \pm 5) \%$ được duy trì tại nhiệt độ $23,0 ^\circ\text{C} \pm 1,0 ^\circ\text{C}$ hoặc $\pm 2,0 ^\circ\text{C}$, phụ thuộc vào yêu cầu kỹ thuật liên quan. Trong trường hợp không có yêu cầu kỹ thuật, dung sai là $\pm 1,0 ^\circ\text{C}$. Sau khi phơi nhiễm mẫu thử trong (24 ± 1) h, cân lại mẫu chính xác đến 0,1 mg (khối lượng m_2) trong 1 min sau khi lấy mẫu từ khoang hoặc phòng có chứa không khí có độ ẩm tương đối $(50 \pm 5) \%$.

Hàm lượng ẩm cân bằng được đo bằng cách lặp lại phơi nhiễm của mẫu thử với 50 % độ ẩm tương đối, theo cùng quy trình cân và sử dụng cùng khoảng thời gian như được đưa ra trong phương pháp 1 (xem 6.3).

7 Biểu thị kết quả

7.1 Phần trăm theo khối lượng của nước bị hấp thụ

Đối với từng mẫu thử, tính phần trăm thay đổi khối lượng c tương đối với khối lượng ban đầu bằng cách sử dụng công thức:

$$c = \frac{m_2 - m_1}{m_1} \times 100\%$$

hoặc

$$c = \frac{m_2 - m_3}{m_1} \times 100\%$$

trong đó:

m_1 là khối lượng của mẫu thử sau khi làm khô ban đầu và trước khi ngâm, tính bằng miligam (mg);

m_2 là khối lượng của mẫu thử sau khi ngâm, tính bằng miligam (mg);

m_3 là khối lượng của mẫu thử sau khi ngâm và làm khô cuối cùng, tính bằng miligam (mg).

Biểu thị kết quả là giá trị trung bình của ba giá trị đạt được tại cùng thời gian phơi nhiễm.

CHÚ THÍCH: Trong một số trường hợp cụ thể có thể yêu cầu biểu thị lượng nước được hấp thụ là phần trăm khối lượng liên quan đến khối lượng mẫu thử sau khi làm khô cuối cùng, sử dụng công thức sau:

$$c = \frac{m_2 - m_3}{m_3} \times 100\%$$

7.2 Xác định hàm lượng nước bão hòa và hệ số khuếch tán nước sử dụng định luật Fick

Tại nhiệt độ dưới nhiệt độ hóa thủy tinh của polyme ẩm, hấp thụ nước của hầu hết các polymer (được xác định bằng phương pháp 1, 3 và 4) có mối liên hệ với định luật Fick (xem Phụ lục A), và hệ số khuếch tán nước không phụ thuộc vào thời gian và nồng độ có thể được tính toán như được mô tả trong ví dụ dưới đây.

Tuy nhiên, trong trường hợp này, hàm lượng nước tại mức bão hòa c_s cũng như hệ số khuếch tán D , được biểu thị bằng milimét vuông trên giây (mm^2/s) có thể được xác định bằng cách áp số liệu thực nghiệm vào định luật Fick đối với tấm mà không đợi cho đến khi đạt được khối lượng không đổi (xem Điều A.2).

Hàm lượng nước bão hòa được biểu thị là c_s khi mẫu thử được ngâm trong nước theo phương pháp 1, 2 hoặc 3 và được biểu thị là $c_s(50\%)$ khi mẫu thử được phơi nhiễm với không khí tại độ ẩm tương đối 50% (phương pháp 4). Phương pháp đồ họa có thể được sử dụng để kiểm chứng mẫu thử có tuân theo định luật khuếch tán Fickian hay không, thay thế giá trị D được tính toán, ví dụ bằng đồ thị logarit phù hợp với số liệu lý thuyết hoặc bằng cách sử dụng phần mềm có sẵn trên thị trường. Để xác nhận rằng hấp thụ nước của polymer tuân theo định luật khuếch tán Fickian, số liệu thử nghiệm phải được lấy trong giai đoạn dài hơn cho đến nồng độ cân bằng c_s .

Hình A.1 cho thấy cách giải khá chính xác của định luật Fick đối với tấm thử. Độ dốc 0,5 đã tìm thấy được đối với:

$$c \leq 0,51c_s$$

hoặc

$$c/c_s \leq 0,51$$

hoặc

$$\frac{D\pi^2 t}{d^2} \leq 0,50$$

trong đó:

t là khoảng thời gian ngâm mẫu thử trong nước hoặc không khí có độ ẩm, tính bằng giây;

d là độ dày của mẫu thử, tính bằng milimét.

trong trường hợp mà:

$$\frac{D\pi^2 t}{d^2} \geq 5$$

Sử dụng giá trị

$$c = c_s$$

Các giá trị bổ sung được đưa ra trong Bảng 1.

Bảng 1 – Trị số không thứ nguyên lý thuyết từ định luật Fick đối với tấm thử

$\frac{D\pi^2 t}{d^2}$	$\frac{c}{c_s}$
0	0
0,01	0,07
0,10	0,22
0,5	0,51
0,7	0,60
1,0	0,70
1,5	0,82
2,0	0,89
3,0	0,96
4,0	0,99
5,0	1,00

VÍ DỤ: Đối với thử nghiệm tiến hành cho đến khi đạt được khối lượng không đổi, sau khi áp số liệu thực nghiệm vào biểu đồ lý thuyết, lấy nồng độ thực nghiệm $c_{70\%}$ từ phép tính $c/c_s = 0,7$ và tính:

$$c_s = \frac{c_{70\%}}{0,7}$$

trong đó: c_s và $c_{70\%}$ được biểu thị bằng miligam trên gam hoặc theo phần trăm khối lượng.

Thời gian thực nghiệm t_{70} tại $c_{70\%}$ cho phép hệ số khuếch tán D , được biểu thị bằng milimét vuông trên giây (mm^2/s) được tính từ

$$\frac{D\pi^2 t_{70}}{d^2} = 1$$

hoặc

$$D = \frac{d^2}{\pi^2 t_{70}}$$

Nếu t_{70} được tính bằng giây, π^2 xấp xỉ 10 và độ dày đối với mẫu thử phẳng là 1 mm, khi đó:

$$D \approx \frac{1}{10t_{70}}$$

CHÚ THÍCH: Giá trị điển hình của D đối với chất dẻo tại nhiệt độ 23 °C là 10^{-6} mm²/s, mang lại t_{70} của 10^5 s (khoảng 1 ngày) với mẫu thử 1 mm. Với độ dày này, thời gian ngâm cần thiết để tính c_s và D thường sẽ không quá một tuần.

8 Độ chụm

Đối với dữ liệu độ chụm, xem Phụ lục B.

9 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 chi tiết cần thiết để xác định hoàn toàn vật liệu hoặc sản phẩm được thử nghiệm;
- c) loại mẫu thử được sử dụng và phương pháp chuẩn bị, chỉ rõ liệu mẫu thử đã được cắt hay không, kích thước mẫu thử, khối lượng ban đầu và, nếu có thể áp dụng, diện tích bề mặt ban đầu và điều kiện bề mặt (ví dụ liệu bề mặt được gia công bằng máy hay không);
- d) phương pháp (1, 2, 3 hoặc 4) được sử dụng và thời gian ngâm;
- e) hấp thụ nước, được tính bằng một hoặc nhiều cách biểu thị kết quả được đưa ra trong Điều 7, báo cáo giá trị trung bình và độ lệch chuẩn của kết quả (nếu tính toán được mô tả trong 7.1 và 7.2 mang lại trị số âm đối với hấp thụ nước, điều này phải được chỉ rõ trong báo cáo thử nghiệm);
- f) hấp thụ nước tại thời điểm bão hòa c_s hoặc $c_s(50\%)$ tại nhiệt độ 23 °C, được tính theo 7.2;
- g) hệ số khuếch tán tại nhiệt độ 23 °C, được tính theo 7.2;
- h) bất kỳ sự kiện nào ảnh hưởng đến kết quả;
- i) ngày thử nghiệm.

Phụ lục A

(tham khảo)

Quan hệ giữa hấp thụ nước do mẫu thử và định luật khuếch tán Fick**A.1 Yêu cầu chung**

Trong trường hợp khi hấp thụ nước có liên hệ với định luật Fick, hàm lượng nước phụ thuộc vào thời gian có thể được biểu thị là hàm của hệ số khuếch tán D và hấp thụ nước tại thời điểm bão hòa c_s như sau:

$$c(t) = c_s - c_s \frac{8}{\pi^2} \sum_{k=1}^{20} \frac{1}{(2k-1)^2} \exp\left[-\frac{(2k-1)^2 D \pi^2 t}{d^2}\right] \quad (\text{A.1})$$

trong đó;

$$k = 1, 2, 3, \dots, 20;$$

d là độ dày của mẫu thử

CHÚ THÍCH: Nói chung sử dụng 20 số hạng được coi là đủ.

A.2 Xác định D và c_s mà không cần đạt được khối lượng không đổi

Giả định mối liên hệ với định luật Fick, sự phụ thuộc tuyến tính giữa $\lg(c(t)/c_s)$ và $\lg(D.t)$ có thể được giả định là gần đúng đối với trị số nhỏ (xem Hình A.1). Bao gồm trị số lý thuyết từ Bảng 1, hệ số khuếch tán trong dãy tuyến tính có thể được biểu thị như sau:

$$\sqrt{D} \approx \frac{1}{c_s} \cdot \frac{d}{0,52\pi} \cdot \frac{c(t)}{\sqrt{t}} \quad (\text{A.2})$$

trong đó:

c_s là hấp thụ nước tại thời điểm bão hòa;

d là độ dày mẫu thử;

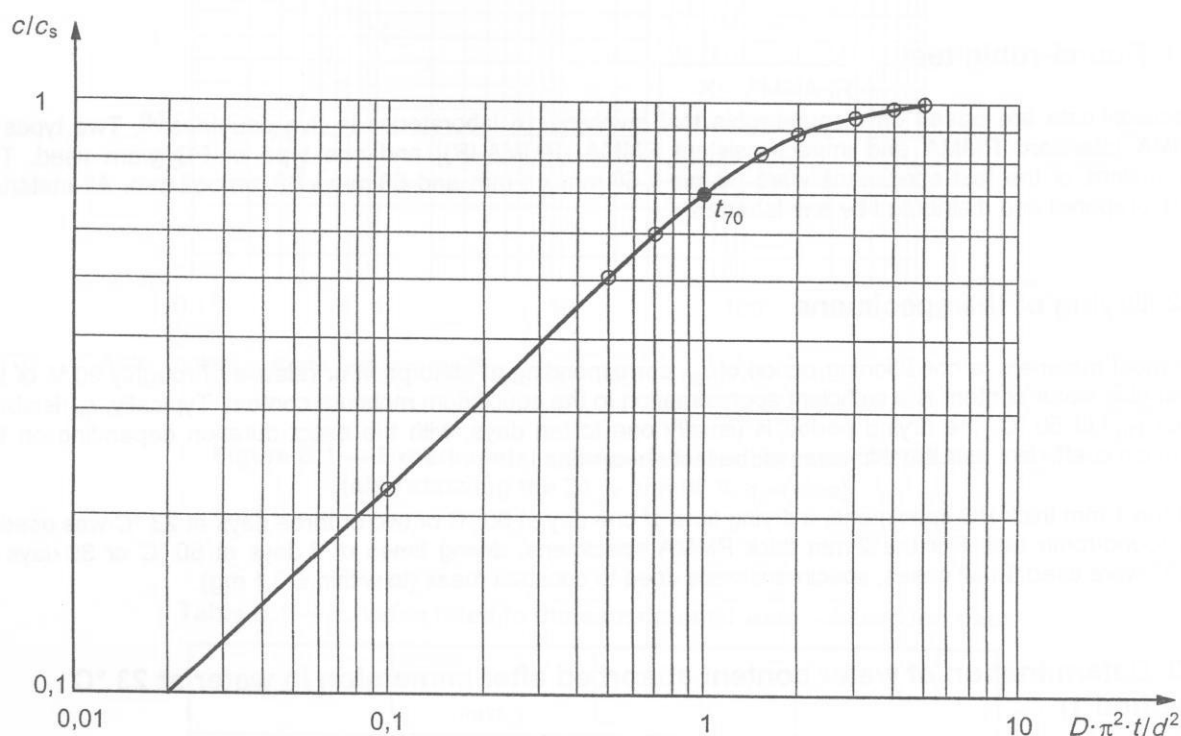
t là thời gian phơi nhiễm;

$c(t)$ là hấp thụ nước được đo tại thời gian t .

Giá trị của c_s có thể được ước lượng sử dụng phương trình (A.1) kết hợp với các công cụ toán học hoặc đồ họa.

A.3 Kiểm tra xác nhận mối liên hệ với định luật khuếch tán Fick

“Sự phù hợp” của hấp thụ nước của mẫu thử polyme với định luật khuếch tán Fickian được quan sát nếu, sau khi đường cong trong đồ thị $c = f(t)$ tại thời gian t_{70} (xem Hình A.1), giá trị của c_s và D được xác định bằng cách điều chỉnh phương trình (A.1) đối với số liệu thực nghiệm không thay đổi đáng kể bằng việc tăng thời gian ngâm đến t_{max} . t_{max} là thời gian thực nghiệm tối đa $> t_{70}$. Điều hình sự khác biệt giữa c_s được xác định tại khoảng t_{70} và c_s được xác định đối với $t \rightarrow \infty$ nhỏ hơn 10 %. Tương tự, sự khác biệt giữa D được xác định tại khoảng t_{70} và D được xác định đối với $t \rightarrow \infty$ nhỏ hơn 20 %.



Hình A.1 – Hấp thụ nước c/c_s của tấm thử là hàm của hàm không thứ nguyên $D \cdot \pi^2 \cdot t/d^2$
(D = hệ số khuếch tán, t = thời gian ngâm, d = độ dày mẫu thử)

Phụ lục B

(tham khảo)

Công bố độ chụm

B.1 Thử nghiệm liên phòng

Số liệu chính xác được dựa trên thử nghiệm liên phòng bao gồm 16 phòng thử nghiệm tại năm quốc gia. Hai loại PMMA [PMMA tiêu chuẩn và PMMA (PMMA-IR) độ bền nén] và một loại PC được sử dụng. Kích thước của mẫu thử là 60 mm x 60 mm x 1 mm và 60 mm x 60 mm x 2 mm. Tất cả các vật liệu được chuẩn bị và phân phối bởi một phòng thử nghiệm.

B.2 Làm khô mẫu thử

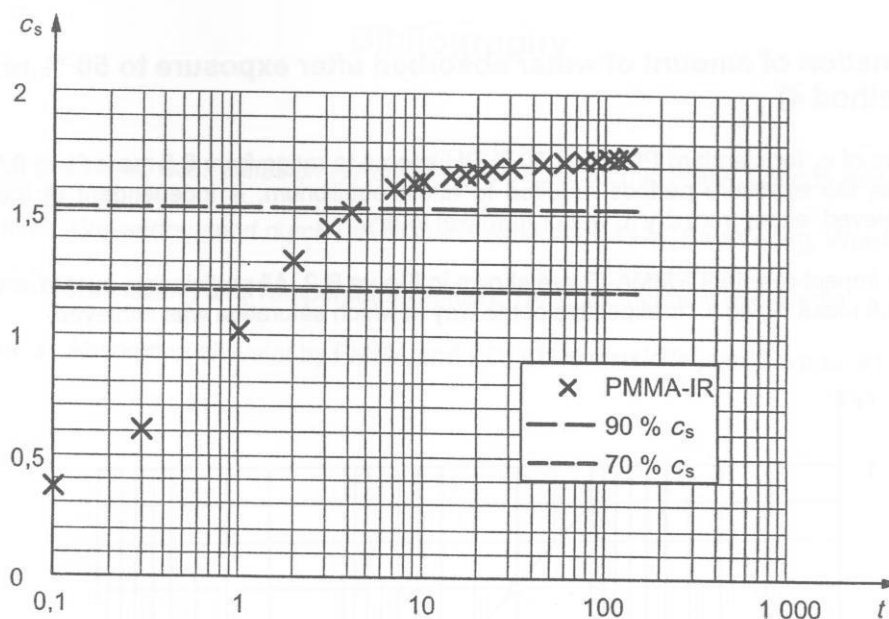
Đối với hầu hết vật liệu, giai đoạn ổn định t_{90} tương ứng với hấp thụ hoặc nhả của gần 90 % hàm lượng nước đạt được là gần đủ đối với hàm lượng hơi ẩm cân bằng. Điển hình, t_{90} khoảng gấp đôi t_{70} . Tại nhiệt độ 50 °C, thời gian làm khô thường từ một đến mười ngày, thời gian chính xác phụ thuộc vào hệ số khuếch tán và độ dày của mẫu thử.

Đối với mẫu thử PC có độ dày 1 mm, thời gian làm khô trong một ngày tại nhiệt độ 50 °C hoặc hai hoặc ba ngày tại nhiệt độ 23 °C được sử dụng trong thử nghiệm liên phòng. Đối với mẫu thử PMMA có độ dày 2 mm, sử dụng thời gian làm khô 8 ngày tại nhiệt độ 50 °C hoặc 30 ngày tại nhiệt độ 23 °C. Trong tất cả các trường hợp, mẫu thử được làm khô đến khối lượng không đổi (đến $\pm 0,1$ mg).

B.3 Xác định hàm lượng nước được hấp thụ sau khi ngâm trong nước tại nhiệt độ 23 °C

Sau giai đoạn phơi nhiễm khác, hàm lượng nước được xác định. Số liệu thí nghiệm từ một phòng thử nghiệm được hiển thị trong Hình B.1.

Số liệu hấp thụ nước từ 11 phòng thử nghiệm được điều chỉnh phù hợp với Phụ lục A để xác định c_s và D đối với ba vật liệu khác nhau. Các giá trị trung bình và độ lệch chuẩn đạt được được biểu thị trong Bảng B.1 và Bảng B.2. s_R biểu thị độ lệch chuẩn giữa các phòng thử nghiệm, R biểu thị giới hạn độ tái lập 95 %. Không có sẵn số liệu để xác định độ lệch chuẩn trong phòng thử nghiệm (độ lặp lại).



CHÚ THÍCH: Hàm lượng nước c_s được biểu thị bằng % khối lượng.

**Hình B.1 – Giá trị thực nghiệm của hàm lượng nước PMMA-IR
(cũng biểu thị giá trị 70 % và 90 % c_s)**

Bảng B.1 – Giá trị c_s được điều chỉnh với số liệu hấp thụ nước thực nghiệm

Vật liệu	c_s % khối lượng	S_R	R
PMMA	1,87	0,06	0,17
PMMA-IR	1,67	0,05	0,13
PC	0,340	0,009	0,025

Bảng B.2 – giá trị D được điều chỉnh với số liệu hấp thụ nước thực nghiệm

Vật liệu	D $\text{mm}^2/\text{s} (\times 10^7)$	S_R	R
PMMA	5,2	1,0	2,7
PMMA-IR	7,7	0,6	1,6
PC	42	11	31

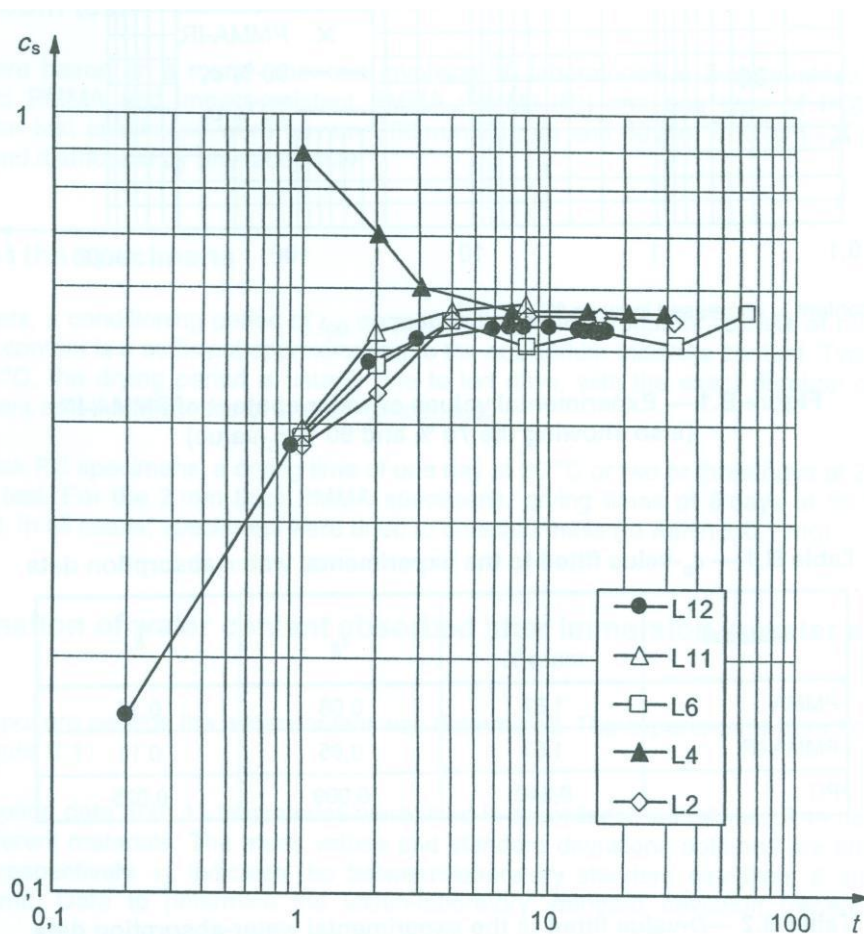
Cho phép tính bất định 10 % đối với c_s và 30 % đối với D , kết quả có thể chấp nhận được có sau 7 ngày. Nhìn chung, thử nghiệm có thể kết thúc sau t_{90} , mặc dù tại giai đoạn này, tính cân bằng sẽ không đạt được.

Đối với mẫu thử mỏng (1 mm) của vật liệu có giá trị D cao, cần phải cân một vài lần trong 24 h đầu tiên (ví dụ sau 2 h và sau 6 h).

B.4 Xác định lượng nước được hấp thụ sau khi phơi nhiễm với độ ẩm tương đối 50 % (phương pháp 4)

Giá trị chính xác của c_s đối với PMMA tiêu chuẩn tại độ ẩm tương đối 50 % dường như trải dài từ 0,5 % khối lượng đến 0,6 % khối lượng. Giá trị này cũng như thời gian phơi nhiễm được yêu cầu để đạt được trạng thái cân bằng, không phụ thuộc vào cách thức mà tình trạng bão hòa đạt được, hoặc từ trạng thái khô tới trạng thái ướt hoặc từ trạng thái ướt tới trạng thái khô.

Số liệu độ bền nén của PMMA-IR được thể hiện trong Hình B.2. Tất cả các phòng thử nghiệm tham gia đều xác định giá trị của c_s từ 0,5 % khối lượng đến 0,6 % khối lượng, bất kể cách thức mà tình trạng bão hòa đạt được.



CHÚ THÍCH: hàm lượng nước, c_s , được biểu thị bằng % khối lượng

Hình B.2 – Hấp thụ nước bởi PMMA-IR có độ dày 1 mm tại độ ẩm tương đối 50 % được đo bởi năm phòng thử nghiệm (L2, L4, v.v...)

Trong trường hợp PC dày 1 mm, mẫu thử nhanh chóng đạt tình trạng bão hòa tại khoảng 0,15 % khối lượng, bất kể cách thức đạt được tình trạng bão hòa. t_{70} chỉ từ 5 h đến 8 h.

Thư mục tài liệu tham khảo

- [1] CRANK, J. and PARK, G. S., *Diffusion in Polymers*, 1968, Academic Press, London and New York
 - [2] KLOPFER, H., *Wassertransport durch Diffusion in Feststoffen*, 1974, Bau-Verlag, Wiesbaden and Berlin
 - [3] TAUTZ, H., *Wärmeleitung und Temperatenausgleich*, 1971, Akademie-Verlag, Berlin
 - [4] LEHMANN, J., Absorption of Water by PMMA and PC, *KU Kunststoffe plast Europe*, **91** (2001), 7
-