



TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

TCVN 6087:2010
ISO 247:2006

Xuất bản lần 4

CAO SU – XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG TRO

Rubber – Determination of ash

HÀ NỘI - 2010

Lời nói đầu

TCVN 6087:2010 thay thế cho TCVN 6087:2004.

TCVN 6087:2010 hoàn toàn tương đương với ISO 247:2006.

TCVN 6087:2010 do Tiểu ban Kỹ thuật Tiêu chuẩn quốc gia TCVN/TC45/SC2 *Cao su – Phương pháp thử* biên soạn, Tổng cục Tiêu chuẩn Đo lường Chất lượng đề nghị, Bộ Khoa học và Công nghệ công bố.

Cao su – Xác định hàm lượng tro

Rubber – Determination of ash

1 Phạm vi áp dụng

1.1 Tiêu chuẩn này quy định hai phương pháp xác định hàm lượng tro đối với cao su thô, cao su hỗn luyện và cao su lưu hóa. Các phương pháp này cũng áp dụng cho cao su thô, cao su hỗn luyện hoặc cao su lưu hóa họ M, N, O, R và U được mô tả trong TCVN 6323 (ISO 1629), ngoại trừ:

- Phương pháp A không áp dụng để xác định hàm lượng tro của cao su hỗn luyện hoặc cao su lưu hóa chứa clo, brom hoặc iốt.
- Phương pháp B áp dụng để xác định hàm lượng tro của cao su hỗn luyện hoặc cao su lưu hóa chứa clo, brom hoặc iốt. Không sử dụng phương pháp này cho cao su không hỗn luyện.
- Hỗn hợp liti và flo có thể phản ứng với chén nung silic để tạo thành hỗn hợp bay hơi, cho kết quả hàm lượng tro thấp. Do vậy phải sử dụng chén nung platin để tro hóa cao su chứa flo và cao su được polyme hóa bằng xúc tác liti.

Tiêu chuẩn này không bao hàm việc giải thích kết quả hàm lượng tro liên quan đến hàm lượng chất vô cơ của cao su hỗn luyện hoặc cao su lưu hóa. Đây là trách nhiệm của người phân tích phải nhận thức được các hoạt tính của phụ gia cao su ở nhiệt độ tăng cao.

Trong tất cả các trường hợp, hai phương pháp xác định hàm lượng tro không cho kết quả như nhau, vì vậy trong báo cáo thử nghiệm phải nêu rõ phương pháp xác định hàm lượng tro được sử dụng.

2 Tài liệu viện dẫn

Các tài liệu viện dẫn sau đây là rất cần thiết khi 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 bản sửa đổi, bổ sung (nếu có).

TCVN 6086 (ISO 1795), *Cao su thiên nhiên thô và cao su tổng hợp thô – Lấy mẫu và chuẩn bị mẫu thử*.

TCVN 6087:2010

TCVN 6088 (ISO 248), *Cao su thô – Xác định hàm lượng chất bay hơi*.

TCVN 6323 (ISO 1629), *Cao su thiên nhiên và các loại latex – Ký hiệu và tên gọi*.

3 Nguyên tắc

3.1 Phương pháp A

Phần mẫu thử đã cân được nung trong chén nung trên đèn khô. Sau khi loại các sản phẩm phân hủy dễ bay hơi, chén nung được chuyển sang lò nung, ở đó chén nung được nung cho đến khi tất cả các hợp chất cacbon được đốt cháy hoàn toàn và thu được khối lượng không đổi.

3.2 Phương pháp B

Phần mẫu thử đã cân được nung trong chén nung có axit sulfuric, trước tiên nung trên đèn khô và sau đó trong lò nung cho đến khi tất cả các hợp chất cacbon được đốt cháy hoàn toàn và thu được khối lượng không đổi.

4 Thuốc thử

Axit sulfuric đậm đặc (chỉ cho phương pháp B), cấp tinh khiết phân tích, $\rho = 1,84 \text{ g/cm}^3$.

5 Thiết bị, dụng cụ

Các thiết bị, dụng cụ thông thường trong phòng thử nghiệm và các loại sau đây:

5.1 Chén nung, bằng sứ, thạch anh hoặc platin với dung tích khoảng 50 cm^3 . Đối với cao su tổng hợp thô, phải sử dụng chén nung có dung tích ít nhất là 25 cm^3 trên một gam phần mẫu thử.

5.2 Tấm cách nhiệt, chịu nhiệt, có diện tích 100 mm^2 và chiều dày khoảng 5 mm có lỗ hổng ở tâm phù hợp với chén nung (5.1). Khoảng 2/3 chén nung sẽ nhô ra dưới tấm cách nhiệt.

5.3 Đèn Bunsen hoặc loại tương tự đèn khô.

5.4 Lò nung, gắn một ống khói để kiểm soát dòng không khí trong lò. (Điều này có thể thực hiện bằng cách điều chỉnh cửa lò). Thiết bị điều chỉnh nhiệt độ giữ cho nhiệt độ $550 \text{ }^\circ\text{C} \pm 25 \text{ }^\circ\text{C}$ hoặc $950 \text{ }^\circ\text{C} \pm 25 \text{ }^\circ\text{C}$.

6 Chuẩn bị mẫu thử

6.1 Phần mẫu thử của cao su thiên nhiên thô được cắt từ mẫu đồng nhất đã chuẩn bị theo TCVN 6086 (ISO 1795). Phần mẫu thử của cao su tổng hợp thô được cắt ra từ cao su khô thu được sau khi tiến hành xác định hàm lượng chất bay hơi theo TCVN 6088 (ISO 248).

6.2 Phần mẫu thử của cao su hỗn luyện được chia nhỏ bằng tay.

6.3 Phần mẫu thử của cao su lưu hóa được cán thành tờ hoặc nghiền trộn trên máy cán hoặc chia nhỏ bằng tay.

6.4 Phần mẫu thử của cao su hỗn luyện và cao su lưu hóa phải đảm bảo đại diện cho mẫu thử.

7 Cách tiến hành

7.1 Phương pháp A

Chén nung rửa và sạch (5.1) với kích cỡ thích hợp, được nung khoảng 30 min trong lò nung (5.4), duy trì nhiệt độ tại $550\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 25\text{ }^{\circ}\text{C}$, để nguội đến nhiệt độ môi trường trong bình hút ẩm và cân chính xác đến 0,1 mg. Lấy khoảng 5 g phần mẫu thử cao su thô hoặc 1 g đến 5 g cao su hỗn luyện hoặc cao su lưu hóa tùy theo khối lượng tro dự kiến xác định, cân chính xác đến 0,1 mg. Cho phần mẫu thử đã cân vào chén nung, đặt chén nung vào lỗ của tấm chịu nhiệt, cách nhiệt (5.2). Nung nhẹ chén nung trên đèn khô (5.3) trong tủ hút có thông gió thích hợp, cẩn thận để cao su không bị bắt lửa. Nếu bất kỳ một ít mẫu nào bị mất do bắn ra hoặc sủi bọt, lặp lại quá trình trên với phần mẫu thử mới.

Khi cao su bị phân hủy thành một khối than, từ từ tăng nhiệt đèn khô cho đến khi chất phân hủy dễ bay hơi bị bay hết và thu được cặn cacbon khô. Chuyển chén nung và các chất trong chén vào lò nung, duy trì nhiệt độ ở $550\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 25\text{ }^{\circ}\text{C}$ (xem chú thích), hé mở cửa lò để cung cấp đầy đủ không khí cho quá trình oxy hóa cacbon.

Tiếp tục nung cho đến khi cacbon bị oxy hóa hoàn toàn và thu được tro sạch. Lấy chén nung và các chất trong đó ra khỏi lò nung, để nguội đến nhiệt độ môi trường trong bình hút ẩm và cân chính xác đến 0,1 mg. Sau đó lại nung chén nung và các chất trong chén khoảng 30 min trong lò nung, duy trì nhiệt độ ở $550\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 25\text{ }^{\circ}\text{C}$ (hoặc $950\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 25\text{ }^{\circ}\text{C}$, xem chú thích), để nguội đến nhiệt độ môi trường trong bình hút ẩm và cân lại chính xác đến 0,1 mg. Khối lượng này không được khác khối lượng trước quá 1 mg trong trường hợp cao su thô hoặc hơn 1 % so với lượng tro của cao su hỗn luyện và lưu hóa. Nếu yêu cầu này không được đáp ứng, lặp lại các quá trình nung, để nguội và cân cho đến khi chênh lệch giữa hai lần cân liên tiếp đáp ứng yêu cầu trên.

CHÚ THÍCH: Đối với cao su hỗn luyện và lưu hóa, duy trì nhiệt độ tại $950\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 25\text{ }^{\circ}\text{C}$.

7.2 Phương pháp B

Chén nung rửa và sạch (5.1) với kích cỡ thích hợp được nung khoảng 30 min trong lò nung (5.4), duy trì nhiệt độ tại $950\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 25\text{ }^{\circ}\text{C}$, để nguội đến nhiệt độ môi trường trong bình hút ẩm và cân chính xác đến 0,1 mg. Lấy khoảng 1 g đến 5 g phần mẫu thử của cao su hỗn luyện hoặc lưu hóa và cân chính xác đến 0,1 mg. Cho phần mẫu thử vào chén nung và rót khoảng $3,5\text{ cm}^3$ axit sulfuric đậm đặc (Điều 4) lên mẫu sao cho cao su được thấm ướt hoàn toàn. Đặt chén nung và các chất có trong chén vào lỗ của tấm chịu nhiệt, cách nhiệt (5.2) và nung nhẹ chén nung trên đèn khô trong tủ hút

có thông gió thích hợp. Nếu trong lúc phản ứng bắt đầu, hỗn hợp nở ra quá nhiều, giảm bớt lửa để tránh thất thoát mẫu.

Khi phản ứng trở nên dịu hơn, tăng nhiệt đèn khô cho đến khi axit sulfuric thừa bay hơi và còn lại cặn cacbon khô. Chuyển chén nung và các chất trong chén vào lò nung, duy trì nhiệt độ ở $950\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 25\text{ }^{\circ}\text{C}$, và nung khoảng 1 h cho đến khi cacbon bị oxy hóa hoàn toàn và thu được tro sạch. Lấy chén nung và các chất trong chén ra khỏi lò, để nguội đến nhiệt độ môi trường trong bình hút ẩm và cân chính xác đến 0,1 mg. Sau đó lại nung chén nung và các chất trong chén khoảng 30 min trong lò nung, duy trì nhiệt độ ở $950\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 25\text{ }^{\circ}\text{C}$, để nguội đến nhiệt độ môi trường trong bình hút ẩm và cân lại chính xác đến 0,1 mg.

Nếu khối lượng này chênh lệch với khối lượng lúc trước hơn 1 % so với lượng tro, lặp lại quá trình nung, làm nguội và cân cho đến khi chênh lệch giữa hai lần cân liên tiếp nhỏ hơn 1 % so với lượng tro.

8 Biểu thị kết quả

Hàm lượng tro, tính bằng phần trăm khối lượng, theo công thức:

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

trong đó

- m_0 là khối lượng của phần mẫu thử, tính bằng gam;
- m_1 là khối lượng của chén nung rỗng, tính bằng gam;
- m_2 là khối lượng của chén nung và tro, tính bằng gam.

9 Báo cáo thử nghiệm

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

- a) Các thông tin cần thiết để nhận biết mẫu thử một cách đầy đủ;
 - b) Viện dẫn tiêu chuẩn này;
 - c) Phương pháp thử đã áp dụng: phương pháp A hay phương pháp B;
 - d) Nhiệt độ được sử dụng và lý do lựa chọn nếu nhiệt độ sử dụng trong phương pháp A là $950\text{ }^{\circ}\text{C}$;
 - e) Hàm lượng tro của sản phẩm được thử, tính bằng phần trăm khối lượng;
 - f) Ngày thử nghiệm.
-