

TCVN

TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

TCVN 12010:2017

ISO 6502:2016

Xuất bản lần 1

CAO SU - HƯỚNG DẪN SỬ DỤNG THIẾT BỊ ĐO LƯU HOÁ

Rubber - Guide to the use of curemeters

HÀ NỘI - 2017

Mục lục

| | Trang |
|--|-------|
| Lời nói đầu | 4 |
| Lời giới thiệu..... | 5 |
| 1 Phạm vi áp dụng | 7 |
| 2 Tài liệu viện dẫn | 7 |
| 3 Thuật ngữ và định nghĩa..... | 7 |
| 4 Nguyên tắc cơ bản | 8 |
| 5 Các loại thiết bị đo lưu hóa | 11 |
| 6 Thiết bị, dụng cụ..... | 11 |
| 7 Lấy mẫu | 14 |
| 8 Nhiệt độ lưu hóa..... | 14 |
| 9 Ôn định | 14 |
| 10 Cách tiến hành | 15 |
| 11 Biểu thị kết quả | 15 |
| 12 Báo cáo thử nghiệm | 16 |
| Phụ lục A (tham khảo) Ảnh hưởng của các thông số nhiệt đến các đặc tính lưu hóa đo được .. | 24 |
| Phụ lục B (tham khảo) Yêu cầu cụ thể đối với thiết bị đo lưu hóa đĩa dao động | 28 |
| Phụ lục C (tham khảo) Yêu cầu cụ thể đối với thiết bị đo lưu hóa không roto | 29 |
| Thư mục tài liệu tham khảo | 30 |

Lời nói đầu

TCVN 12010:2017 hoàn toàn tương đương ISO 6502:2016.

TCVN 12010:2017 do Ban kỹ thuật tiêu chuẩn quốc gia TCVN/TC45 *Cao su và sản phẩm cao su* biên soạn, Tổng cục Tiêu chuẩn Đo lường Chất lượng đề nghị, Bộ Khoa học và Công nghệ công bố.

Lời giới thiệu

Trong tiêu chuẩn này đề cập đến một số thiết bị đo lưu hóa khác nhau hiện đã có sẵn và ngày càng phát triển, đặc biệt là đối với các loại không roto. Thực tế là các thiết bị không roto riêng biệt, có thể ít dần đi trong tương lai, cho thấy cần có một tài liệu tổng quát hơn. Vì vậy, tiêu chuẩn này sẽ hướng dẫn và trợ giúp trong việc thiết kế và sử dụng các thiết bị đo lưu hóa nói chung.

Cao su – Hướng dẫn sử dụng thiết bị đo lưu hóa

Rubber – Guide to the use of curemeters

CẢNH BÁO: Người sử dụng tiêu chuẩn này phải có kinh nghiệm làm việc trong phòng thử nghiệm thông thường. Tiêu chuẩn này không đề cập đến tất cả các vấn đề an toàn liên quan khi sử dụng. Người sử dụng tiêu chuẩn phải có trách nhiệm thiết lập các biện pháp an toàn và bảo vệ sức khỏe phù hợp với các quy định hiện hành.

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này đưa ra hướng dẫn xác định đặc tính lưu hóa của các hỗn hợp cao su bằng các thiết bị đo lưu hóa.

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).

ISO 1382, *Rubber – Vocabulary (Cao su – Từ vựng)*

3 Thuật ngữ và định nghĩa

Trong tiêu chuẩn này, sử dụng các thuật ngữ, định nghĩa trong ISO 1382 và các thuật ngữ, định nghĩa sau.

3.1

Thiết bị đo lưu hóa đĩa dao động (oscillating-disc curemeter)

ODC

Thiết bị đo lưu hóa bao gồm đĩa hình nón đôi dao động trong khoang khuôn được kiểm soát nhiệt độ có chứa mẫu thử

CHÚ THÍCH 1: Một thiết bị đo lưu hóa đĩa dao động cũng được gọi là Lưu biến kế đĩa dao động (ODR).

3.2

Thiết bị đo lưu hóa không roto (rotorless curemeter)

RCM

Thiết bị đo lưu hóa gồm hai khuôn tạo thành một khoang được kiểm soát nhiệt độ, một khuôn dịch chuyển tương đối so với khuôn kia để tác động một ứng suất hoặc biến dạng lên mẫu thử

CHÚ THÍCH 1: Thiết bị đo lưu hóa không roto cũng được gọi là Lưu biến kế khuôn động (MDR).

CHÚ THÍCH 2: Các loại thiết bị đo lưu hóa không roto được liệt kê trong Điều 5 và minh họa trong Hình 3 đến Hình 7.

3.3

Lưu hóa môđun tiến triển (marching-modulus cure)

Dạng lưu hóa, trong quá trình đó các môđun không đạt đến giá trị cực đại, nhưng sau khi quá trình tăng nhanh, tiếp tục tăng chậm ở nhiệt độ lưu hóa

3.4

Các đặc tính lưu hóa (vulcanization characteristics)

Các đặc tính có thể thu được từ đường cong lưu hóa

CHÚ THÍCH 1: Xem Hình 1.

CHÚ THÍCH 2: Các giải thích rõ hơn được nêu trong Điều 4.

3.5

Độ cứng vững (stiffness)

Phép đo độ bền của cao su đối với biến dạng

CHÚ THÍCH 1: Lực và mô-men xoắn không được đề cập vì chúng có ý nghĩa khoa học được chấp nhận chung.

4 Nguyên tắc cơ bản

Các tính chất của hỗn hợp cao su thay đổi trong quá trình lưu hóa và các đặc tính lưu hóa có thể được xác định bằng cách đo các tính chất dưới dạng hàm số của thời gian và nhiệt độ. Các đặc tính lưu hóa thường được xác định bằng cách sử dụng các thiết bị được gọi là thiết bị đo lưu hóa, trong đó mẫu thử được tác động một ứng suất hoặc biến dạng theo chu kỳ và đo độ biến dạng hoặc lực có liên quan. Thông thường, thử nghiệm được thực hiện tại nhiệt độ không đổi xác định trước và việc đo độ cứng vững được ghi liên tục dưới dạng hàm số của thời gian.

Độ cứng vững của cao su tăng lên khi quá trình lưu hóa tiến triển. Sự lưu hóa hoàn thành khi độ cứng vững ghi được tăng lên đến giá trị plateau hoặc cực đại và sau đó giảm xuống (xem Hình 1). Trong trường hợp sau, sự giảm độ cứng vững được gây ra bởi sự lưu hóa đảo nghịch. Trong trường hợp độ cứng vững ghi được tiếp tục tăng (lưu hóa môđun tiến triển), lưu hóa được coi là hoàn toàn sau một thời gian quy định. Thời gian cần thiết để thu được đường cong lưu hóa là hàm số của nhiệt độ thử nghiệm và các đặc tính của hỗn hợp cao su. Các đường cong tương tự Hình 1 thu được trên thiết bị đo lưu hóa, trong đó tính chất được đo là độ biến dạng.

Các đặc tính lưu hóa sau đây có thể được lấy từ phép đo độ cứng vững phụ thuộc vào thời gian (Hình 1):

| | |
|--|------------------------|
| Lực hoặc mô-men xoắn cực tiểu | F_L hoặc M_L |
| Lực hoặc mô-men xoắn tại một thời gian quy định t | F_t hoặc M_t |
| Thời gian tiền lưu hóa (thời gian bắt đầu lưu hóa) | t_{sx} |
| Thời gian đến mức lưu hóa y % của toàn đường cong, tính từ lực hoặc mô-men xoắn cực tiểu | $t'_c(y)$ |
| Lực hoặc mô-men xoắn plateau | F_{HF} hoặc M_{HF} |
| Lực hoặc mô-men xoắn cực đại (lưu hóa đảo ngược) | F_{HR} hoặc M_{HR} |
| Giá trị lực hoặc mô-men xoắn đạt được sau một thời gian nhất định (lưu hóa môđun tiến triển) | F_H hoặc M_H |

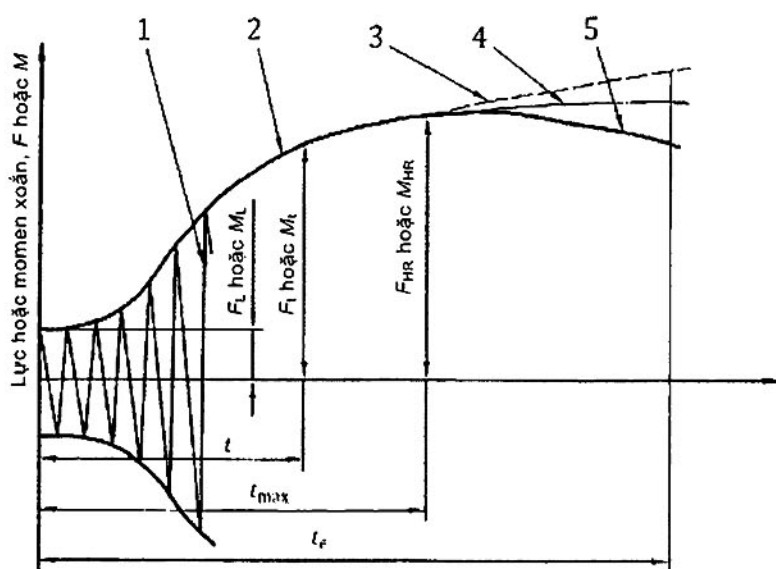
Lực hoặc mô-men xoắn cực tiểu F_L hoặc M_L đặc trưng cho độ cứng vững của hỗn hợp chưa lưu hóa ở nhiệt độ lưu hóa.

Thời gian tiền lưu hóa (thời gian để bắt đầu lưu hóa) t_{sx} là độ an toàn gia công của hỗn hợp.

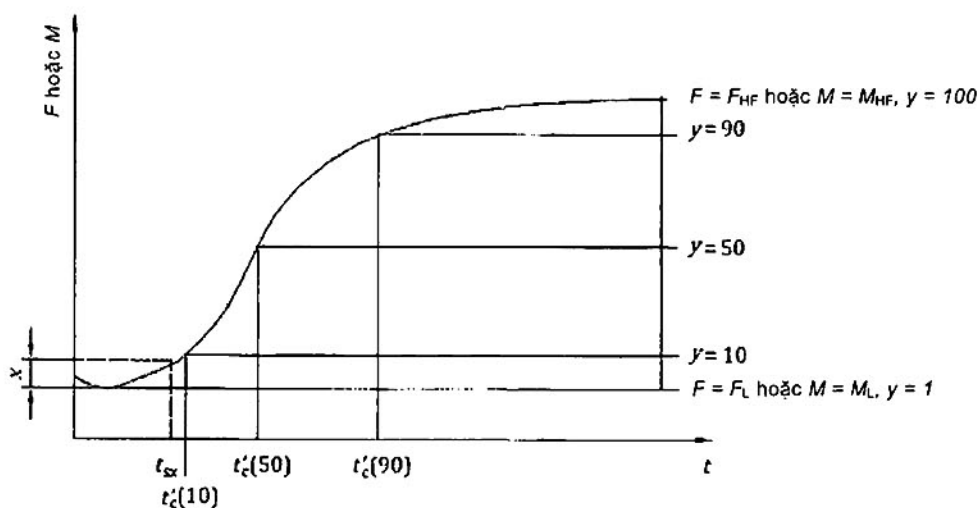
Thời gian $t'_c(y)$ và lực hoặc mô-men xoắn tương ứng cung cấp thông tin về tiến độ lưu hóa. Mức lưu hóa tối ưu thường được lấy tại $t'_c(90)$.

Lực hoặc mô-men xoắn cao nhất là mức đo được của độ cứng vững của cao su lưu hóa ở nhiệt độ lưu hóa.

CHÚ THÍCH: Thuật ngữ F biểu thị lực và thuật ngữ M biểu thị mô-men xoắn.



a) Đường cong lưu hóa F hoặc $M = f(t)$



b) Phương pháp đánh giá

CHÚ DẪN:

- 1 đường cong hình sin
- 2 đường cong bao
- 3 đường cong lưu hóa với sự tăng đều đến F_H hoặc M_H tại thời điểm t_e cuối thử nghiệm (lưu hóa mô đun tiến triển)
- 4 đường cong lưu hóa với plateau ở F_{HF} hoặc M_{HF} (lưu hóa plateau)
- 5 đường cong lưu hóa với F_{HR} hoặc M_{HR} cực đại tại thời gian t_{max} (lưu hóa đảo ngược)

Hình 1 – Đường cong lưu hóa điển hình và phương pháp đánh giá

5 Các loại thiết bị đo lưu hóa

Ba loại thiết bị đo lưu hóa được sử dụng rộng rãi là:

- đĩa dao động;
- cánh lắc;
- không roto.

Loại cánh lắc từng được sử dụng phổ biến, nhưng hiện nay rất ít được sử dụng và không được xem xét trong tiêu chuẩn này.

Các thiết bị đo lưu hóa không roto có thể được chia thành ba dạng nhỏ như sau:

- kiểu pittông (biến dạng tuyến tính);
- kiểu dao động (xoắn) khoang mở;
- kiểu dao động (xoắn) khoang kín.

Các dạng dao động có thể có khuôn hình nón đôi, khuôn tấm phẳng hoặc mặt cắt hình chóp mũ.

Có thể có các dạng hình khác, ví dụ với đầu dò rung hoặc kim rung.

Các thiết bị đo lưu hóa đĩa dao động là loại thiết bị đã được sử dụng rộng rãi nhất trong nhiều năm, gần đây, sự phổ biến của loại thiết bị đo lưu hóa không roto đã tăng lên rất nhiều. Những ưu điểm chính của các loại không roto là nhiệt độ quy định đạt được trong một thời gian ngắn sau khi đưa mẫu thử vào khoang khuôn và có phân bố nhiệt tốt hơn trong mẫu thử (xem Phụ lục A).

6 Thiết bị, dụng cụ

6.1 Tổng quan

Thiết bị đo lưu hóa bao gồm hai khuôn được gia nhiệt cùng với cơ cấu khép chúng lại dưới một lực nhất định để tạo thành khoang khuôn chứa mẫu thử, một cơ cấu làm dao động roto bên trong khoang hoặc cách khác làm dao động hay dịch chuyển qua lại một trong hai khuôn tương đối so với khuôn kia, một cơ cấu đo và ghi lại lực hoặc mô-men xoắn cần thiết để tạo nên chuyển dịch tương đối, hoặc mức chuyển dịch sinh ra bởi tác động của lực hoặc mô-men xoắn. Ngoài ra, với hệ xoắn không roto khoang kín, có thể đo mô-men xoắn phản ứng của khoang tĩnh đối với khuôn dịch chuyển.

Sắp xếp chung đối với thiết bị đo lưu hóa đĩa dao động và không roto được thể hiện trong Hình 2 đến Hình 7.

6.2 Khoang khuôn

Khuôn phải được chế tạo từ vật liệu không biến dạng. Các bề mặt của khuôn phải làm giảm tối đa tác động của ô nhiễm và phải cứng để ngăn ngừa sự hao mòn. Độ cứng Rockwell tối thiểu được khuyến nghị là 50 HRC hoặc tương đương. Các dung sai cần thiết về kích thước của khuôn phụ thuộc vào thiết kế cụ thể, nhưng hướng dẫn chung là kích thước của khoang phải được kiểm soát trong phạm vi $\pm 0,2\%$.

Các bề mặt trên và dưới của khoang cần phải có họa tiết rãnh khía với kích thước đủ để ngăn ngừa sự trượt của mẫu thử cao su.

Tại cả hai khuôn trên và dưới phải có các lỗ được tạo ra để đặt các cảm biến nhiệt độ. Các vị trí của các bộ cảm biến tương đối so với khoang phải được kiểm soát để đảm bảo độ nhạy tái lập.

Trong trường hợp thiết bị đĩa dao động, một khuôn phải có một lỗ ở giữa để cho phép lồng thân khuôn vào. Trong lỗ phải này có nút bịt với độ ma sát thấp thích hợp, không đủ để ngăn ngừa các vật liệu bị rò rỉ khỏi khoang.

Nên sử dụng các biện pháp thiết kế khuôn phù hợp hoặc bằng cách khác tác động áp suất lên mẫu thử trong suốt quá trình thử nghiệm để giảm thiểu sự trượt giữa đĩa và cao su. Một áp suất dương cũng rất quan trọng để loại trừ không khí có thể ảnh hưởng đến sự lưu hóa, ví dụ, của cao su được lưu hóa bằng peroxid và để ngăn ngừa xu hướng bất kỳ làm cho cao su trở nên xốp.

Các kích thước của khoang khuôn có thể được kiểm tra bằng cách đo kích thước của mẫu thử đã lưu hóa. Đối với thiết bị đo lưu hóa không roto khuôn hình nón đôi, đặc biệt cần chú ý đến phần mỏng ở tâm, độ dày của nó phụ thuộc vào khe hở của khuôn. Đối với thiết bị đo lưu hóa đĩa dao động, mẫu thử đã lưu hóa phải được cắt đôi và kiểm tra để xem nó có đối xứng hay không. Sự bất đối xứng bất kỳ chứng tỏ rằng chiều cao roto đã được đặt không chính xác.

Các kích thước của khoang và mẫu thử lưu hóa sẽ không giống nhau do hiệu ứng co ngót của mẫu đúc.

6.3 Nắp khuôn

Khuôn được đóng lại và được giữ kín trong khi thử nghiệm, ví dụ, bằng xi lanh khí lực.

Một lực bằng $11 \text{ kN} \pm 0,5 \text{ kN}$ được khuyến nghị cho các thiết bị đĩa dao động với một diện tích bề mặt tiếp giáp giữa các khuôn khoảng $1\,400 \text{ mm}^2$.

Trong thiết bị không roto mờ, các khuôn không đóng kín hoàn toàn, mà phải để còn độ hở nhỏ nằm trong khoảng từ 0,05 mm đến 0,2 mm. Đối với các khoang kín, không được có khe hở nào được tồn tại ở các cạnh của khoang khuôn. Lực đóng tối thiểu cần thiết phụ thuộc vào diện tích khe hở. Theo hướng dẫn chung, khuyến nghị lực đóng tối thiểu là 7 kN đến 8 kN.

6.4 Cơ cấu dịch chuyển

Đĩa trong thiết bị đĩa dao động phải được chế tạo từ vật liệu không biến dạng có độ cứng tối thiểu 50 HRC. Cả hai bề mặt trên và dưới phải có họa tiết rãnh khía để ngăn ngừa sự trượt của mẫu thử cao su.

Đĩa nên có dạng hình nón đôi để mang lại tốc độ trượt đồng đều và đường kính của đĩa phải được kiểm soát trong phạm vi $\pm 0,03\%$ và góc côn trong phạm vi $\pm 1,3\%$.

Cơ cấu dịch chuyển trong thiết bị không roto là một trong hai khuôn. Hình dạng của khoang khuôn phải có dạng đĩa phẳng đối với các loại dịch chuyển qua lại và hoặc là tấm phẳng hoặc là "chóp mũ" cho loại dao động để tạo ra tốc độ trượt về cơ bản là đồng đều.

Cơ cấu truyền động phải đủ chắc chắn để ngăn ngừa sự biến dạng đáng kể.

6.5 Chuyển dịch

Tần số của dao động hoặc chuyển dịch qua lại nên từ 0,05 Hz đến 2 Hz và thử nghiệm có thể được thực hiện ở hai hoặc nhiều tần số. Nếu một tần số duy nhất được chọn, khuyến nghị sử dụng tần số $1,7\text{ Hz} \pm 0,1\text{ Hz}$.

Thông thường, có thể thu được độ nhạy cao hơn với biên độ lớn hơn, nhưng biên độ có thể được sử dụng trong thực tế bị hạn chế bởi khả năng trượt giữa các mẫu thử và bề mặt khuôn hoặc roto.

Đối với thiết bị đo lưu hóa đĩa dao động, khuyến nghị sử dụng biên độ $\pm 1^\circ$ nhưng $\pm 3^\circ$ cũng có thể và có lợi trong một số trường hợp.

Đối với thiết bị đo lưu hóa không roto, dải có thể từ $\pm 0,1^\circ$ đến $\pm 2^\circ$ hoặc đối với loại chuyển động qua lại, nằm trong khoảng từ $\pm 0,01\text{ mm}$ đến $\pm 0,1\text{ mm}$.

Ngoài các thiết bị được xem xét trong ISO 3417, dung sai về biên độ phải là $\pm 2\%$ và cơ cấu truyền động phải đủ mạnh và chắc chắn để duy trì biên độ khi chịu tải.

6.6 Đo độ cứng vững

Các phương tiện đo lực hoặc mô-men phải được ghép cứng vào khuôn hoặc roto và có khả năng đo lực hoặc mô-men xoắn sinh ra với độ chính xác $\pm 1\%$ của dải lực hoặc mô-men xoắn. Dung sai này phải bao gồm sai số bất kỳ do sự biến dạng của các thiết bị đo và khớp nối của nó và các thiết bị đầu ra.

Phương tiện ghi lực hoặc mô-men theo dõi liên tục cần phải có thời gian đáp ứng cho độ lệch của toàn thang đo là 1 s hoặc ít hơn.

6.7 Gia nhiệt và kiểm soát nhiệt độ

Hệ thống gia nhiệt và kiểm soát nhiệt độ phải có khả năng tạo ra một nhiệt độ tái lập và phân bố đều trong khuôn và cho phép phục hồi nhiệt độ nhanh và tái lập sau khi đưa mẫu thử vào. Kiểm tra kỹ các thông số này là cần thiết để phép đo các đặc tính lưu hóa được chính xác.

Hệ thống đo nhiệt độ phải cho phép đo được nhiệt độ với độ chính xác $\pm 0,1$ °C trong khoảng từ 100 °C đến 200 °C. Các bộ điều khiển nhiệt độ phải cho phép kiểm soát được nhiệt độ khuôn ở trạng thái ổn định với độ chính xác $\pm 0,3$ °C. Nhiệt độ của khuôn sẽ hồi phục sau khi đặt một mẫu thử vào tại 23 °C ± 5 °C trong phạm vi hồi phục là $0,3$ °C trong vòng 3 min đối với thiết bị không roto khuôn hình nón đôi. Đối với thiết bị không roto khuôn tấm phẳng, phạm vi hồi phục là ± 1 °C trong vòng 1,5 min ở nhiệt độ thử nghiệm 150 °C.

Ảnh hưởng của phân bố nhiệt đến tốc độ lưu hóa đo được được thảo luận trong Phụ lục A.

6.8 Hiệu chuẩn

Việc hiệu chuẩn thiết bị đo lưu hóa phải được thực hiện theo hướng dẫn của nhà sản xuất. Lực hoặc mô-men phải được xác định tại nhiều điểm trên toàn dải được sử dụng, ngoài ra có thể hữu ích khi có sự chuẩn bị sẵn sàng thực hiện kiểm tra trong quá trình sử dụng.

Các hỗn hợp cao su tiêu chuẩn ổn định cũng có thể được thử nghiệm định kỳ để kiểm tra tính năng nhất quán của thiết bị.

7 Mẫu thử

Mẫu thử phải đồng nhất và chứa càng ít bọt khí càng tốt. Thể tích mẫu thử phải lớn hơn thể tích khoang khuôn một chút sao cho một lượng nhỏ cao su bị đùn ra giữa tất cả các góc của khuôn khi chúng được đóng lại. Thể tích tối ưu phải được xác định bằng các thử nghiệm sơ bộ và phải sử dụng các mẫu thử có cùng thể tích để thu được các kết quả tái lập. Các mẫu thử quá lớn có thể làm nguội khoang quá mức trong giai đoạn đầu của chu trình thử nghiệm.

Mẫu thử phải được đót từ vật liệu dạng tấm bằng dụng cụ thích hợp, đảm bảo việc chế tạo các mẫu thử có thể tích không đổi.

Thông thường, một mẫu thử được lấy từ mỗi mẫu cao su, nhưng nếu mẫu này có thể không phải là đại diện của lô hàng thì phải lấy thêm mẫu thử khác.

8 Nhiệt độ lưu hóa

Nhiệt độ lưu hóa được lựa chọn là nhiệt độ phù hợp với các hỗn hợp cao su cần thử nghiệm và nhiệt độ dự kiến gia công. Nên sử dụng dải nhiệt độ từ 100 °C đến 200 °C.

9 Ổn định

Các mẫu cao su phải được ổn định ở nhiệt độ $23\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$ trong thời gian tối thiểu là 3 h trước khi thử nghiệm.

10 Cách tiến hành

10.1 Chuẩn bị thử nghiệm

Nhiệt độ của cả hai khuôn phải được nâng đến nhiệt độ thử nghiệm với khoang được đóng và trong trường hợp các thiết bị đo lưu hóa đĩa dao động, với đĩa được đặt trong khoang và cho phép để ổn định.

Việc điều chỉnh về zero bất kỳ và lựa chọn phạm vi đo của các thiết bị đo lực hoặc mô-men xoắn nên được thực hiện trước khi nạp mẫu thử.

10.2 Nạp mẫu cho thiết bị đo lưu hóa

Việc nạp mẫu thử và đóng khuôn phải được thực hiện càng nhanh càng tốt. Khuôn phải được đóng ngay sau khi đưa mẫu thử vào. Toàn bộ chu kỳ, từ khi mở đến khi đóng, không được vượt quá 20 s.

Thời gian lưu hóa phải được ghi lại ngay từ thời điểm các khuôn được đóng hoàn toàn. Dao động của khuôn di động hoặc đĩa phải được bắt đầu trước hoặc ngay đóng khuôn.

Sau khi lấy mẫu thử đã lưu hóa ra, mẫu tiếp theo có thể được đưa vào ngay nếu nhiệt độ của khuôn vẫn trong phạm vi $\pm 0,3\text{ }^{\circ}\text{C}$ giá trị được thiết lập. Nếu không, khuôn phải được đóng lại và để nhiệt độ phục hồi đến giá trị thử nghiệm.

Một lớp cặn vật liệu từ hỗn hợp cao su có thể bám tụ trên khuôn (và đĩa), lớp này có thể ảnh hưởng đến các giá trị mô-men xoắn cuối cùng. Có thể sử dụng một hỗn hợp tiêu chuẩn để phát hiện sự xuất hiện của lớp cặn này. Nếu có sự nhiễm bẩn như vậy phát triển, có thể loại bỏ bằng cách vừa nhẹ nhàng chà vừa thổi rất nhẹ, làm sạch bằng siêu âm hoặc dung dịch tẩy rửa không gây ăn mòn. Cần phải cẩn thận và tuân thủ hướng dẫn của nhà sản xuất. Nếu sử dụng dung dịch tẩy rửa, phải loại bỏ hai thử nghiệm đầu tiên sau khi làm sạch. Có thể sử dụng hỗn hợp cao su tự nhiên để loại bỏ các mảnh cao su vụn. Trong một số trường hợp, có thể sử dụng màng bảo vệ để ngăn ngừa ô nhiễm. Đối với thiết bị đo lưu hóa không roto khuôn hình nón đôi loại khoang kín, khuyến nghị cần thiết sử dụng màng bảo vệ (polyeste có độ dày $< 0,03\text{ mm}$).

11 Biểu thị kết quả

Tất cả hoặc một số đặc tính lưu hóa được nêu trong Điều 4 phải được lấy từ đường cong lưu hóa. Thời gian phải được tính bằng phút, lực tính bằng newton và mô-men xoắn tính bằng newton.mét.

Thời gian tiền lưu hóa t_{sx} là thời gian cần thiết cho lực hoặc mô-men xoắn tăng x đơn vị, tính từ F_L . Có thể phù hợp khi định nghĩa thời gian lưu hóa sớm là số phần trăm nhất định, ví dụ: 2 % hoặc 5 %, của toàn bộ lưu hóa.

Thời gian đến một phần trăm nhất định của lưu hóa hoàn toàn tính từ lực cực tiểu, $t'_c(y)$, là thời gian cần để lực (hoặc mô-men xoắn) đạt được

$$F_L + 0,01y(F_{HF} - F_L) \quad (1)$$

hoặc

$$M_L + 0,01y(M_{HF} - M_L) \quad (2)$$

- $t'_c(10)$ là thời gian của các giai đoạn tiền lưu hóa.
- $t'_c(50)$ có thể được xác định chính xác miễn là độ dốc của đường cong tại điểm này lớn nhất.
- $t'_c(90)$ thường được sử dụng để biểu thị cho mức lưu hóa tối ưu dưới áp lực.

Chỉ số tốc độ lưu hóa là độ dốc trung bình của đường cong tăng và được cho bởi:

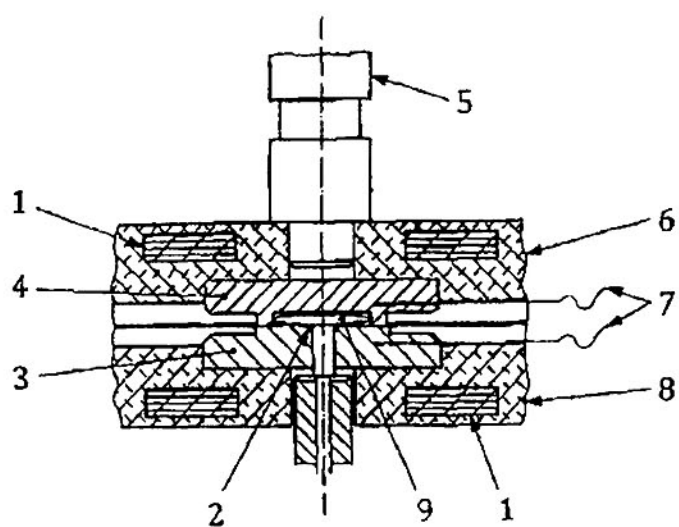
$$100/[t'_c(y) - t_{sx}] \quad (3)$$

12 Báo cáo thử nghiệm

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

- a) viện dẫn tiêu chuẩn này [TCVN 12010 (ISO 6502)];
- b) các chi tiết về mẫu:
 - 1) mô tả đầy đủ các mẫu và xuất xứ của mẫu;
 - 2) phương pháp chuẩn bị các mẫu thử;
- c) các chi tiết về thử nghiệm:
 - 1) loại và nhận dạng thiết bị đo lưu hóa được sử dụng;
 - 2) biên độ dao động;
 - 3) tần số dao động;
 - 4) phạm vi lực hoặc mô-men xoắn được sử dụng;
 - 5) thời gian nâng nhiệt;

- 6) nhiệt độ lưu hóa;
- d) kết quả thử nghiệm:
 - 1) đường cong lưu hóa ghi được cùng các thang lực và thời gian được chỉ định, nếu cần;
 - 2) các giá trị của các thông số nhận được từ các đường cong lưu hóa, theo yêu cầu;
- e) ngày thử nghiệm.

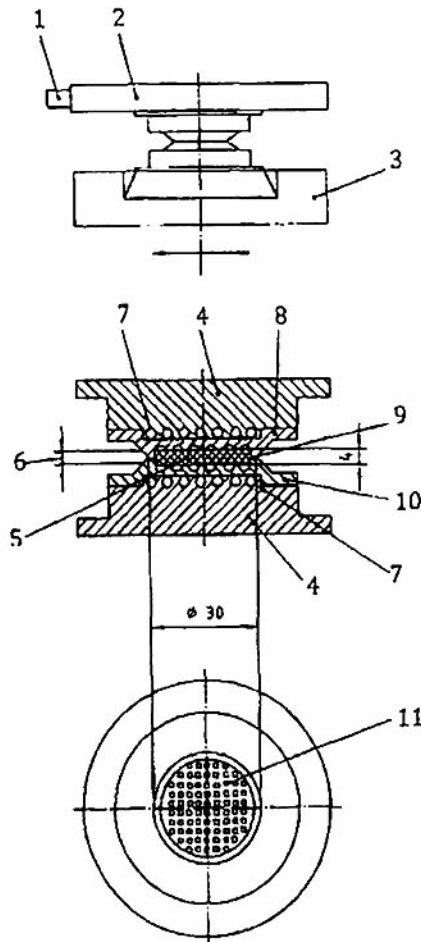


CHÚ DẪN:

- | | |
|----------------|-----------------------------------|
| 1 bộ gia nhiệt | 6 tấm ép trên |
| 2 nút | 7 cảm biến nhiệt độ đã hiệu chuẩn |
| 3 khuôn dưới | 8 tấm ép dưới |
| 4 khuôn trên | 9 đĩa hình nón đôi |
| 5 trục xi lanh | |

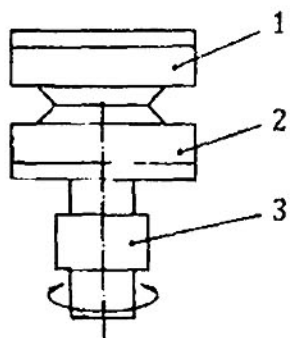
Hình 2 – Thiết bị đo lưu hóa đĩa dao động điện hình

Kích thước tính bằng milimet

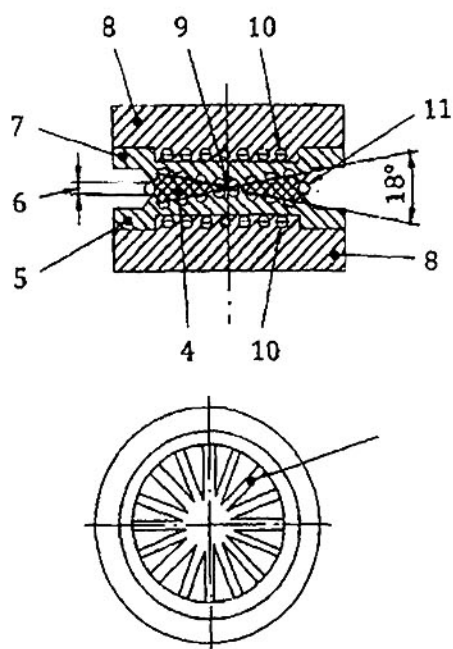
**CHÚ DẪN:**

- | | | | |
|---|-------------------|----|-----------------|
| 1 | hệ đo lực | 7 | bộ gia nhiệt |
| 2 | khuôn cố định | 8 | khuôn trên |
| 3 | khuôn dao động | 9 | ba via đùn tràn |
| 4 | cảm biến nhiệt độ | 10 | khuôn dưới |
| 5 | mẫu thử | 11 | rãnh |
| 6 | khe hở khuôn | | |

Hình 3 - Thiết bị đo lưu hóa trượt tuyến tính điển hình



a) Nguyên tắc đo

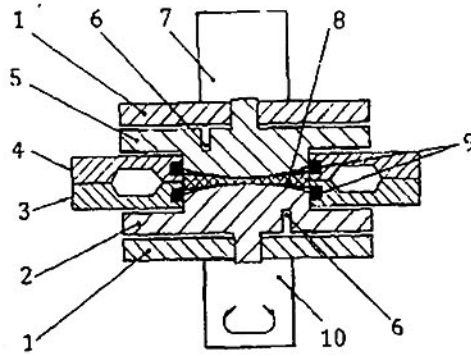


b) Chi tiết của các khuôn

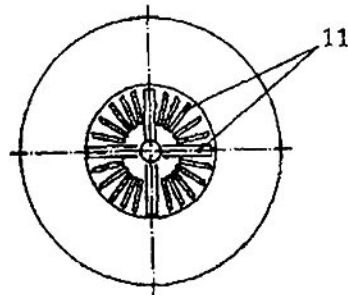
CHÚ DẪN:

- | | | | |
|---|-------------------|----|-----------------------|
| 1 | khuôn cố định | 7 | khuôn trên |
| 2 | khuôn dao động | 8 | cảm biến nhiệt độ |
| 3 | hệ đo mô-men xoắn | 9 | Khe hở khuôn > 0,5 mm |
| 4 | mẫu thử | 10 | bộ gia nhiệt |
| 5 | khuôn dưới | 11 | ba via đùn tràn |
| 6 | Khe hở khuôn | 12 | rãnh |

Hình 4 – Thiết bị đo lưu hóa trượt xoắn khoang mờ điển hình



a) Nguyên tắc đo



b) Khuôn (trên và dưới)

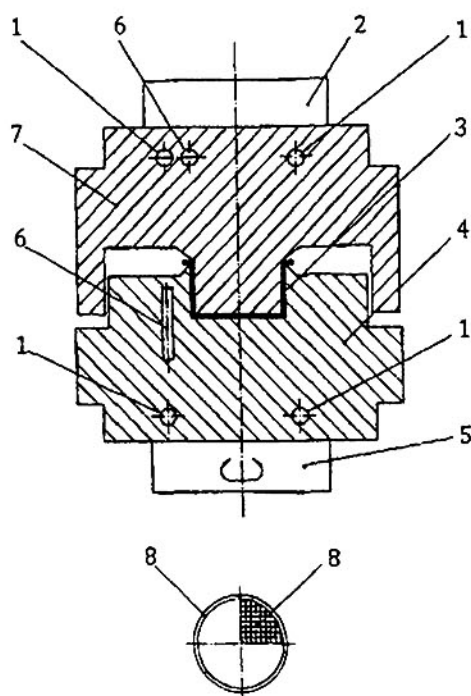


c) Kiểm tra mẫu thử

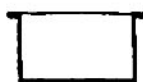
CHÚ DẪN:

- | | | | |
|---|-------------------|----|-------------------------|
| 1 | bộ gia nhiệt | 7 | hệ đo momen xoắn |
| 2 | khuôn dưới | 8 | mẫu thử |
| 3 | tấm chặn dưới | 9 | nút bịt |
| 4 | tấm chặn trên | 10 | hệ truyền động dao động |
| 5 | khuôn trên | 11 | rãnh |
| 6 | cảm biến nhiệt độ | | |

Hình 5 – Thiết bị đo lưu hóa không roto trượt xoắn khoang kín điển hình với cấu trúc khuôn hình nón đôi



a) Các chi tiết của khuôn



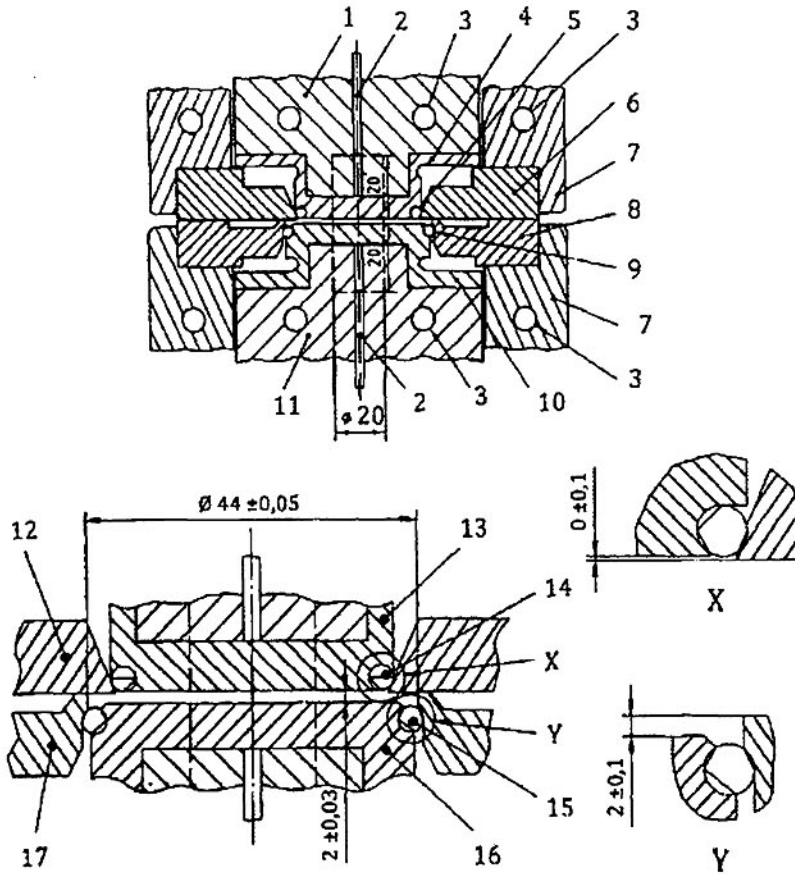
b) Mẫu thử

CHÚ DẪN:

- | | |
|--------------------|---------------------------|
| 1 bộ gia nhiệt | 5 hệ truyền động dao động |
| 2 hệ đo momen xoắn | 6 cảm biến nhiệt độ |
| 3 mẫu thử | 7 khuôn trên |
| 4 khuôn dưới | 8 rãnh |

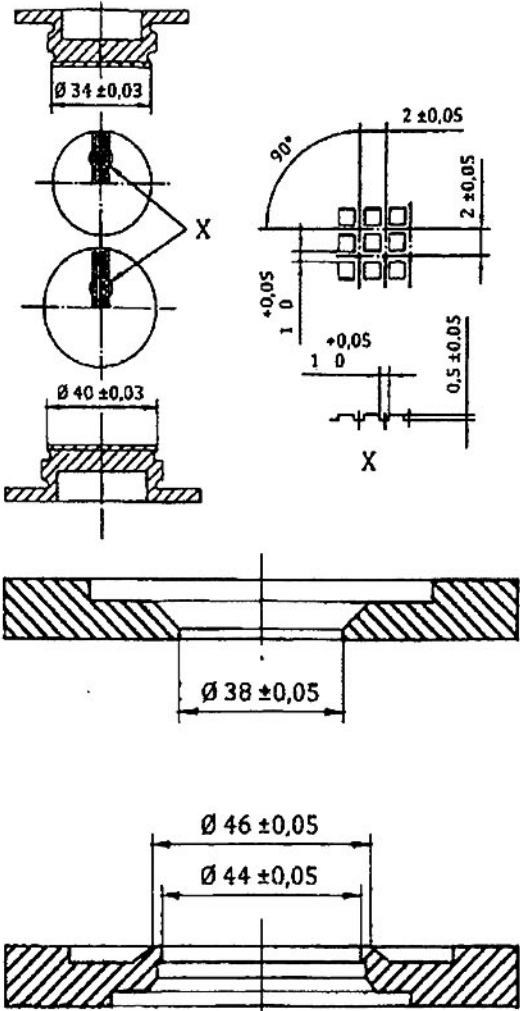
Hình 6 – Thiết bị đo lưu hóa không roto dạng chóp mũ điển hình

Kích thước tính bằng milimet

**CHÚ DẪN:**

- | | | | |
|---|----------------------------|----|------------------|
| 1 | trục hoặc hệ đo momen xoắn | 10 | khuôn dưới |
| 2 | cảm biến nhiệt độ | 11 | trục truyền động |
| 3 | bộ gia nhiệt | 12 | tấm chặn trên |
| 4 | khuôn trên | 13 | khuôn trên |
| 5 | nút bịt trên | 14 | nút bịt trên |
| 6 | tấm chặn trên | 15 | nút bịt dưới |
| 7 | tấm đệm | 16 | khuôn dưới |
| 8 | tấm chặn dưới | 17 | tấm chặn dưới |
| 9 | nút bịt dưới | | |

Hình 7 – Thiết bị đo lưu hóa trượt xoắn khoang mở điển hình



Hình 7 (kết thúc)

Phụ lục A (tham khảo)

Ảnh hưởng của các thông số nhiệt đến các đặc tính lưu hóa đo được

A.1 Tổng quan

Lưu hóa là quá trình hình thành sản phẩm cơ bản trong ngành công nghiệp cao su. Để tính toán đặc trưng lưu hóa trong một vật phẩm và từ đó chương trình lưu hóa tối ưu cần phải biết mối quan hệ giữa lưu hóa, thời gian và nhiệt độ cho các hỗn hợp cao su trong điều kiện đẳng nhiệt. Trong thực tế công nghiệp hiện nay, các thông số cơ bản lưu hóa cho cao su được xác định từ các phép đo được thực hiện trên thiết bị đo lưu hóa. Những thiết bị này đo tính chất, có thể được gọi là độ cứng vững, gần tỉ lệ thuận với mô đun trượt nóng. Mẫu có độ cứng vững trước khi xảy ra liên kết ngang bất kỳ và độ cứng vững tăng từ giá trị tối thiểu này đến giá trị cực đại trong quá trình phản ứng lưu hóa, tạo nên sự tăng đối với đường cong hình chữ S quen thuộc. Thời gian lưu hóa tại một nhiệt độ nhất định là thời gian đạt đến 90 % mức biến đổi độ cứng vững này. Các vật liệu phải được khảo sát đặc trưng bằng các phép đo ở các nhiệt độ khác nhau.

A.2 Độ lệch so với các điều kiện đẳng nhiệt

Phần lớn các thiết bị đo lưu hóa không hoạt động trong điều kiện đẳng nhiệt. Trong thiết bị bất kỳ, độ lệch này là kết quả của thời gian xác định cần thiết để mẫu đạt đến trạng thái cân bằng nhiệt. Trong thời gian gia nhiệt này, độ cứng vững giảm [xem Hình 1 b)]. Theo quy tắc ngón tay cái, một tấm dày 1 mm được gia nhiệt từ cả hai bề mặt sẽ mất khoảng 6 s để nóng lên. Thời gian tăng theo bình phương của độ dày và một tấm dày 6 mm sẽ mất khoảng 4 min. Thời gian gia nhiệt cho thiết bị đo lưu hóa cụ thể do đó phụ thuộc vào độ dày của mẫu thử. Ở nhiệt độ càng cao điều đó càng trở nên quan trọng, do thời gian cần thiết để làm nóng mẫu là phân đoạn thời gian lưu hóa lớn hơn.

Có một vấn đề nữa với thiết bị đo lưu hóa loại roto. Nhiệt bị mất liên tục bởi sự truyền nhiệt từ roto xuống trục truyền động, làm cho roto nguội hơn so với các tấm ép. Nhiệt độ trung bình của mẫu thử do đó thấp hơn so với nhiệt độ được thiết lập và quá trình lưu hóa chậm hơn.

Khe hở giữa các tấm ép trong thiết bị đo lưu hóa không roto phải được thiết lập sao cho mẫu thử luôn được giữ dưới một áp lực dương trong quá trình đo. Điều đó không chỉ để loại bỏ các vấn đề với độ xốp, mà còn vì đã được báo cáo rằng khi không có áp lực thì thời gian lưu hóa quá dài.⁽¹⁾ Áp lực có thể có ảnh hưởng trực tiếp đến tốc độ lưu hóa-phản ứng, hoặc nó có thể tác động đến việc truyền nhiệt giữa các bề mặt của tấm ép và mẫu thử.

Nếu thiết bị đo lưu hóa chỉ sử dụng để kiểm soát chất lượng, cân nhắc ở trên có thể không quan trọng, trừ khi để so sánh kết quả từ các loại thiết bị khác nhau. Để đáp ứng điều này, phải thực hiện các việc sau. Để thu được các đặc tính lưu hóa có khả năng so sánh với các đặc tính

thu được trên thiết bị đo lưu hóa đĩa dao động được mô tả trong ISO 3417, bộ gia nhiệt của thiết bị đo lưu hóa không roto phải được điều chỉnh để có thể cấp nhiệt cho mẫu thử đạt được nhiệt độ quy định trong thời gian 6 min. Điều đó cho kết quả tương đương đối với nhiều loại hỗn hợp với hàm lượng chất độn trung bình của các loại cao su quan trọng nhất. Quy trình này chỉ nên được áp dụng với sự thận trọng tối đa.

Mặt khác, nếu kết quả trên thiết bị đo lưu hóa được sử dụng để tính toán thời gian xử lý, người vận hành phải nhận thức được kích thước và ảnh hưởng của sai lệch bất kỳ so với điều kiện đẳng nhiệt.^[2] Ví dụ, ở 150 °C thiết bị đo lưu hóa đĩa dao động có thể đánh giá thời gian lưu hóa quá dài với hệ số bằng 2.^{[3], [4]} Hệ số tăng ở các ở nhiệt độ cao hơn. Sự tương quan này không tuyến tính và phải được xác định bằng thực nghiệm.

A.3 Tính toán thời gian lưu hóa

Sau khi thu được dữ liệu lưu hóa đẳng nhiệt mà thiết bị đo lưu hóa cho phép ở các nhiệt độ khác nhau, cần hai loại thông tin để tính toán mức lưu hóa tại bất kỳ điểm nào trong vật phẩm. Thứ nhất, cần phải đo hoặc tính toán nhiệt độ trong vật phẩm khi nhiệt độ thay đổi theo thời gian. Thứ hai, cần phải có một mô hình của quá trình lưu hóa.

Để kinh tế, các chu trình gia nhiệt và làm nguội phải được giữ càng ngắn càng tốt, nhưng vì sự đồng nhất trong các sản phẩm hoàn thiện, sự biến thiên nhiệt độ trong một vật phẩm phải được giảm thiểu bằng cách tăng thời gian của chu trình. Những yêu cầu trái ngược nhau này càng trở nên nghiêm trọng hơn đối với các vật phẩm lớn do thời gian nâng nhiệt cho phần tâm tỷ lệ thuận với bình phương của độ dày. Điều tương tự cũng áp dụng cho các vật phẩm nhỏ khi lưu hóa ở nhiệt độ rất cao.

Vật phẩm dày không chỉ cần nhiều thời gian để gia nhiệt mà còn cần nhiều thời gian để hạ nhiệt sau khi lấy ra khỏi khuôn và trong một số trường hợp, trên một nửa tổng mức lưu hóa tại vùng tâm có thể diễn ra trong quá trình làm nguội. Điều này phải được tính đến trong việc tính toán mức lưu hóa bất kỳ.^[5] Cũng cần phải đảm bảo rằng mức lưu hóa tại vùng tâm vào cuối giai đoạn gia nhiệt là đủ để ngăn ngừa xốp khi áp lực được giải phóng^[6] và đồng thời phải đảm bảo rằng bề mặt không bị quá lưu.

Bảng dưới đây đưa ra thời gian gia nhiệt gần đúng cho vùng tâm của tấm để đạt đến cùng nhiệt độ của bề mặt khi được gia nhiệt từ cả hai bên như trong đúc nén. Khi vật phẩm được lấy ra khỏi khuôn, thời gian làm nguội phải dài hơn do các điều kiện bề mặt khác nhau.

| Độ dày | Thời gian |
|---------------|------------------|
| 1 mm | 6 s |
| 6 mm | 3,6 min |
| 12 mm | 14,4 min |
| 18 mm | 32,4 min |

Đối với các ứng dụng không quan trọng, quy tắc của ngón tay cái thường được sử dụng để ước tính thời gian lưu hóa. Hệ số được thêm vào kết quả đo được với thiết bị đo lưu hóa cho mức gia tăng độ dày. Chỉ thêm thời gian nâng nhiệt cho thời gian của thiết bị đo lưu hóa sẽ dẫn đến sản phẩm bị lưu hóa quá độ. Hệ số rõ ràng phụ thuộc vào thời gian của thiết bị đo lưu hóa và lỗi cố hữu bất kỳ của thiết bị đo lưu hóa và cũng phải tính đến cả sự lưu hóa diễn ra trong giai đoạn làm nguội. Nếu thay thiết bị đo lưu hóa từ loại này sang loại khác, phải xây dựng quy tắc mới.

Đối với các ứng dụng có nhu cầu nhiều hơn, phân bố nhiệt phải được tính toán. Giả sử rằng độ dẫn nhiệt của hỗn hợp cao su là đã biết, phân bố nhiệt có thể được tính toán bằng cách áp dụng các phương pháp phân tích đã công bố^[7] vào phương trình nhiệt tổng quát hoặc bằng cách sử dụng một phương pháp số trên máy tính. Phương pháp sau linh hoạt hơn và có thể áp dụng cho dải các dạng rộng hơn^{[8], [9]}

Trong quá trình đúc phun, cao su đi vào khuôn nóng và cần ít thời gian để đạt đến phân bố nhiệt độ đồng nhất. Tuy nhiên, do quá trình phức tạp hơn so với đúc ép, việc phân tích đường cong lưu hóa cho đúc phun tốt nhất là được thực hiện bằng cách mô phỏng trên máy tính.^{[10], [11]}

Tốc độ lưu hóa tại thời điểm bất kỳ trong phản ứng lưu hóa là hàm số của nhiệt độ và mức lưu hóa tức thời. Các bộ phần mềm máy tính sẵn có có thể phân tích dữ liệu từ các thiết bị đo lưu hóa đẳng nhiệt để thu được dạng sát thực cho hàm số này. Điều này sau đó có thể được kết hợp với quá trình nhiệt độ của điểm bất kỳ trong vật phẩm để tính mức lưu hóa tại điểm đó.^{[12], [13]}

Nếu chương trình máy tính không có sẵn, phương pháp tiếp cận thông thường là tách những ảnh hưởng của mức lưu hóa và nhiệt độ đến tốc độ lưu hóa. Tuy nhiên, dạng thức của hàm số đối với sự phụ thuộc của mức lưu hóa nói chung chưa được biết. Cách thông thường để tránh trở ngại này là coi thời gian lưu hóa là như nhau tại một nhiệt độ tham chiếu tùy ý. Các dạng thức của hàm số do vậy trở nên không quan trọng

Sự phụ thuộc vào nhiệt độ có thể được biểu thị bằng năng lượng hoạt hóa hoặc bằng hệ số nhiệt độ. Phương pháp hệ số nhiệt độ dễ sử dụng hơn và thường là chính xác hơn. Phương pháp này được định nghĩa là tỉ số giữa các thời gian lưu hóa cho mỗi thay đổi nhiệt độ lưu hóa 10 °C. Giá trị theo quy tắc ngón tay cái đối với các hệ số nhiệt độ là hai. Giá trị thực tế có thể thu được từ đồ thị logarit thời gian lưu hóa đẳng nhiệt phụ thuộc vào nhiệt độ. Năng lượng hoạt hóa có thể thu được từ đồ thị logarit thời gian lưu hóa đẳng nhiệt phụ thuộc vào nghịch đảo của nhiệt độ tuyệt đối. Mức lưu hóa tương đương tại phần tâm khi đó có thể so sánh được với mức lưu hóa ở bề mặt và với lưu hóa lý tưởng từ thiết bị đo lưu hóa.^[14]

Phụ lục B
(tham khảo)

Yêu cầu cụ thể đối với thiết bị đo lưu hóa đĩa dao động

Yêu cầu cụ thể đối với thiết bị đo lưu hóa đĩa dao động được nêu trong ISO 3417.

Phụ lục C

(tham khảo)

Yêu cầu cụ thể đối với thiết bị đo lưu hóa không roto

C.1 Khoang khuôn

Thể tích của khoang khuôn không được lớn hơn 5 cm³. Khuyến nghị áp dụng thể tích từ 1,5 cm³ đến 2,5 cm³ đối với loại khuôn hình nón đôi để đạt được điều kiện cận đẳng nhiệt. Kích thước điển hình cho các thiết bị chuyển dịch qua lại là đường kính 30 mm và chiều cao 4 mm; cho thiết bị dao động hình nón đôi là đường kính 40 mm, góc từ 7° đến 18° và khoảng cách chiều cao khe hở tại các tâm > 0,5 mm; cho thiết bị dao động đĩa phẳng là đường kính 44 mm và độ dày 2 mm và cho các loại thiết bị “chóp mũ” dao động là đường kính ngoài 25 mm, chiều cao 15 mm và khe hở khuôn 0,5 mm.

C.2 Gia nhiệt và kiểm soát nhiệt độ

Phải tạo ra bộ phận để đặt cảm biến nhiệt độ vào vùng thử nghiệm để kiểm tra phân bố nhiệt độ.

Thiết bị cần phải có khả năng gia nhiệt vùng thử nghiệm đến nhiệt độ lưu hóa quy định trong vòng 1,5 min kể từ khi đóng khoang khuôn, và phân bố nhiệt trong vùng thử nghiệm không được lớn hơn ± 1 °C. Một số thiết bị có thể cho phép các vùng thử nghiệm đạt được nhiệt độ thử nghiệm trong vòng 0,5 min. Độ chênh lệch giữa nhiệt độ tham chiếu đo được trong khuôn và nhiệt độ vùng thử nghiệm trung bình không được vượt quá 2 °C.

Thư mục tài liệu tham khảo

- [1] NORMAN R.H. Polym. Test. 1980, 1 (4) trang 247
 - [2] MICHAELI W., TIETZ W., HARMS R., KALWA M. Kautsch. Gummi Kunstst. 1990, 43 (10) trang 899
 - [3] HANDS D., NORMAN R.H., STEVENS P. Kautsch. Gummi Kunstst. 1986, 39 (4) trang 330
 - [4] SEZNA J.A. Rubber World. 1992, 205 (4) trang 21
 - [5] KHOUIDER A., VERGNAUD J.M. J. Appl. Polym. Sci. 1986, 32 (6) trang 5301
 - [6] FLETCHER W. J.I.R.I. 1971, 5 (6) trang 249
 - [7] CARSLAW H.S., & JAEGER J.C. Conduction of Heat in Solids. Oxford, Second Edition, 1959
 - [8] HANDS D., & HORSFALL F. ACS Rubb. Div., 124th meeting, Oct. 1983, trang 11
 - [9] HAERTEL V., & STEINMETZ G. Kautsch. Gummi Kunstst. 1985, 38 (1) trang 34
 - [10] Thomas, M.D.H., Horsfall, F., and Dolbey, P.C.: *Computer simulation of Thermoset, Thermoplastic and Rubber Injection Moulding*, Plastics Injection Moulding in the 1990s, Conf., Rapra Technology Ltd, Nov. 1990.
 - [11] KREHWINKEL T., & SCHNEIDER C. Kautsch. Gummi Kunstst 1988, 41 (2) trang 164
 - [12] DENG J.S. ACS Rubb. Div., 140th meeting, Oct. 1991, trang 55
 - [13] KREHWINKEL T., & SCHNEIDER C. Kautsch. Gummi Kunstst. 1988, 41 (6) trang 564
 - [14] HILLS D. A. *Heat Transfer and Vulcanization of Rubber (Truyền nhiệt và lưu hóa cao su)*. Elsevier, 1971
 - [15] ISO 3417, *Rubber – Measurement of vulcanization characteristics with the oscillating disc curemeter (Cao su – Đo các đặc trưng lưu hóa bằng thiết bị đo lưu hóa đĩa dao động)*
-