

TCVN

TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

**TCVN 6090-2:2017
ISO 289-2:2016**

**CAO SU CHƯA LƯU HÓA -
PHƯƠNG PHÁP SỬ DỤNG NHỚT KÉ ĐĨA TRƯỢT -
PHẦN 2: XÁC ĐỊNH CÁC ĐẶC TÍNH TIỀN LƯU HÓA**

*Rubber, unvulcanized - Determinations using a shearing-disc viscometer -
Part 2: Determination of pre-vulcanization characteristics*

HÀ NỘI - 2017

Mục lục

	Trang
Lời nói đầu	4
1 Phạm vi áp dụng	5
2 Tài liệu viện dẫn	5
3 Thuật ngữ và định nghĩa	5
4 Nguyên tắc	6
5 Thiết bị, dụng cụ	6
6 Kế hoạch hiệu chuẩn	6
7 Chuẩn bị mẫu thử	6
8 Nhiệt độ thử nghiệm	6
9 Cách tiến hành	6
10 Độ chụm	7
11 Báo cáo thử nghiệm	7
Phụ lục A (quy định) Kế hoạch hiệu chuẩn	9
Phụ lục B (tham khảo) Kết quả độ chụm từ chương trình thử nghiệm liên phòng thử nghiệm ...	10
Thư mục tài liệu tham khảo	12

Lời nói đầu

TCVN 6090-2:2017 thay thế TCVN 6090-2:2013.

TCVN 6090-2:2017 hoàn toàn tương đương ISO 289-2:2016.

TCVN 6090-2:2017 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.

Bộ TCVN 6090 (ISO 289), *Cao su chưa lưu hoá – Phương pháp sử dụng nhớt kế đĩa trượt*, bao gồm các tiêu chuẩn sau:

- TCVN 6090-1:2015 (ISO 289-1:2015), *Phần 1: Xác định độ nhớt Mooney*
- TCVN 6090-2:2017 (ISO 289-2:2016), *Phần 2: Xác định các đặc tính tiền lưu hóa*
- TCVN 6090-3:2017 (ISO 289-3:2015), *Phần 3: Xác định giá trị Mooney Delta đối với SBR trùng hợp nhũ tương, chứa dầu, không có bột màu*
- TCVN 6090-4:2013 (ISO 289-4:2003), *Phần 4: Xác định tốc độ hồi phục ứng suất Mooney*

Cao su chưa lưu hóa - Phương pháp sử dụng nhớt kế đĩa trượt - Phần 2: Xác định các đặc tính tiền lưu hóa

*Rubber, unvulcanized – Determinations using a shearing-disc viscometer –
Part 2: Determination of pre-vulcanization characteristics*

CẢNH BÁO 1: Những 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.

CẢNH BÁO 2: Các quy trình được quy định trong tiêu chuẩn này có thể liên quan đến việc sử dụng hoặc tạo ra các chất, hoặc sinh ra chất thải có thể làm hại môi trường địa phương. Cần tham khảo các tài liệu thích hợp về cách xử lý an toàn và rác thải sau khi sử dụng.

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp xác định các đặc tính tiền lưu hóa của cao su hỗn luyện.

Các đặc tính tiền lưu hóa xác định theo phương pháp này đưa ra phương thức đánh giá cao su hỗn luyện có thể duy trì được bao lâu ở nhiệt độ cao mà vẫn giữ được khả năng gia công.

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 6090-1 (ISO 289-1), *Cao su chưa lưu hóa – Phương pháp sử dụng nhớt kế đĩa trượt – Phần 1: Xác định độ nhớt Mooney.*

TCVN 11019 (ISO 18899), *Cao su – Hướng dẫn hiệu chuẩn thiết bị thử nghiệm.*

3 Thuật ngữ và định nghĩa

Trong tiêu chuẩn này áp dụng thuật ngữ và định nghĩa sau:

TCVN 6090-2:2017

3.1

Thời gian tiền lưu hóa (Pre-vulcanization time)

Thời gian lưu hóa sớm (Scorch time)

Thời gian bao gồm cả thời gian làm nóng, để độ nhớt tăng được một giá trị nhất định tính từ giá trị tối thiểu.

CHÚ THÍCH 1: Biểu thị bằng phút.

4 Nguyên tắc

Phép thử bao gồm việc xác định sự thay đổi độ nhớt Mooney của hỗn hợp cao su theo thời gian tại một nhiệt độ quy định liên quan đến quá trình gia công hỗn hợp được sử dụng. Ghi lại thời gian mà tại thời điểm đó độ nhớt Mooney đã tăng được.

5 Thiết bị, dụng cụ

Sử dụng dụng cụ được quy định trong TCVN 6090-1 (ISO 289-1). Có thể cho phép sử dụng rôto nhỏ cho các hỗn hợp có độ nhớt cao.

6 Kế hoạch hiệu chuẩn

Xem Phụ lục A.

7 Chuẩn bị mẫu thử

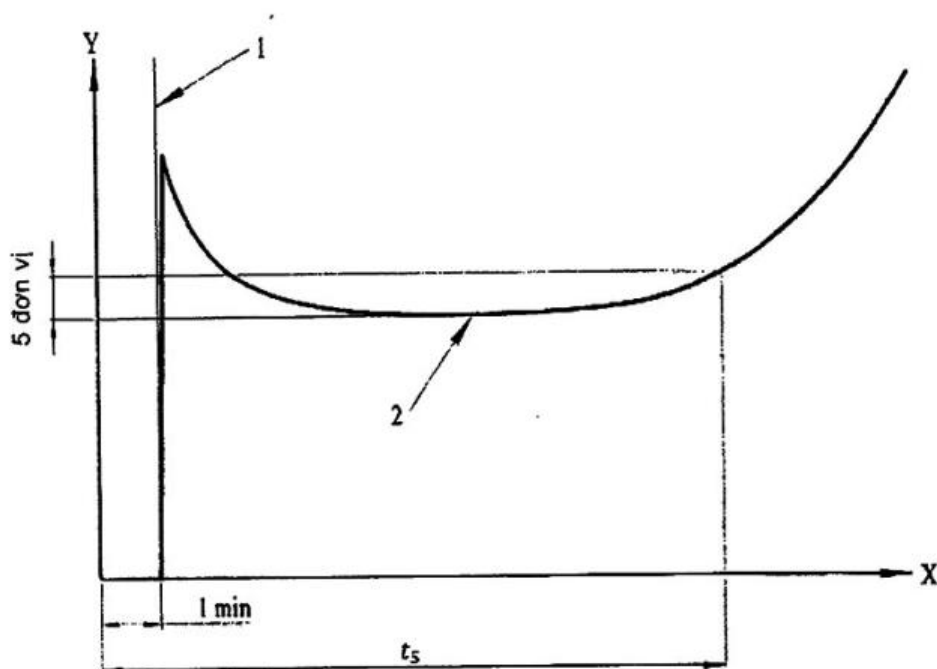
Chuẩn bị hai đĩa bao gồm mẫu thử từ tám hỗn hợp cao su, sử dụng quy trình chuẩn bị mẫu thử quy định trong TCVN 6090-1 (ISO 289-1).

8 Nhiệt độ thử nghiệm

Chọn nhiệt độ thử nghiệm thích hợp với quy trình áp dụng cho hỗn hợp.

9 Cách tiến hành

Sử dụng quy trình quy định trong TCVN 6090-1 (ISO 289-1). Thời gian gia nhiệt trước phải là 1 min và phép thử được tiếp tục cho đến khi độ nhớt đạt đến số lượng đơn vị quy định trên mức tối thiểu. Khi sử dụng rôto lớn, sự gia tăng độ nhớt được quy định là 5 đơn vị và khi sử dụng rôto nhỏ, sự gia tăng độ nhớt được quy định là 3 đơn vị. Thời gian tiền lưu hóa tương ứng được ký hiệu lần lượt là t_5 và t_3 . Kết quả điển hình đạt được khi sử dụng rôto lớn được trình bày trong Hình 1.

**CHÚ DẪN:**

- 1 rôto khởi động
- 2 giá trị độ nhớt tối thiểu
- X thời gian (tính bằng phút)
- Y độ nhớt Mooney (tính bằng đơn vị Mooney)

Hình 1 – Xác định thời gian tiền lưu hóa hoặc thời gian lưu hóa sớm sử dụng rôto lớn
(tăng độ nhớt = 5 đơn vị)

10 Độ chụm

Xem Phụ lục B.

11 Báo cáo thử nghiệm

Báo cáo thử nghiệm bao gồm các thông tin sau:

- a) chi tiết mẫu:
 - 1) mô tả đầy đủ mẫu và nguồn gốc của mẫu;
 - 2) chi tiết hỗn hợp cao su, nếu áp dụng;
- b) chi tiết chuẩn bị mẫu thử;

TCVN 6090-2:2017

- c) viện dẫn tiêu chuẩn này, nghĩa là: TCVN 6090-2 (ISO 289-2);
- d) mô tả thiết bị, dụng cụ được sử dụng, bao gồm model được sử dụng, nhà sản xuất thiết bị và kích cỡ rôto (lớn hoặc nhỏ);
- e) chi tiết thử nghiệm:
 - 1) nhiệt độ thử nghiệm;
 - 2) lực đóng kín khuôn nếu khác với 11,5 kN;
 - 3) chi tiết về quy trình bất kỳ không được quy định trong tiêu chuẩn này;
- f) kết quả thử nghiệm:
 - 1) độ nhớt tối thiểu, tính bằng đơn vị Mooney;
 - 2) thời gian tiền lưu hóa hoặc thời gian lưu hóa sớm (t_5 hoặc t_3), tính bằng phút;
- g) ngày thử nghiệm.

Phụ lục A
(quy định)

Kế hoạch hiệu chuẩn

A.1 Kiểm tra

Trước khi thực hiện bất kỳ hiệu chuẩn nào, tình trạng của các hạng mục cân hiệu chuẩn phải được xác định thông qua kiểm tra và ghi lại trong báo cáo hiệu chuẩn hoặc giấy chứng nhận. Cần phải báo cáo xem hiệu chuẩn có được thực hiện trong tình trạng "nguyên trạng" hay không hoặc sau khi sửa có sự bất thường hoặc hư hỏng bất kỳ.

Cần phải xác định rằng thiết bị, dụng cụ phải phù hợp với mục đích sử dụng, bao gồm các thông số được quy định gần đúng và do vậy thiết bị, dụng cụ không cần phải hiệu chuẩn chính thức. Nếu các thông số này có thể thay đổi, khi đó việc kiểm tra định kỳ phải được ghi trong quy trình hiệu chuẩn chi tiết.

A.2 Kế hoạch

Kiểm tra xác nhận/hiệu chuẩn thiết bị, dụng cụ thử là một phần bắt buộc thuộc tiêu chuẩn này. Tuy nhiên, tần suất hiệu chuẩn và quy trình sử dụng, trừ khi có quy định khác, tùy theo từng phòng thử nghiệm riêng lẻ, sử dụng hướng dẫn trong TCVN 11019 (ISO 18899).

Kế hoạch hiệu chuẩn theo quy định trong TCVN 6090-1 (ISO 289-1).

Phụ lục B
(tham khảo)

Kết quả độ chụm từ chương trình thử nghiệm liên phòng

B.1 Tổng quát

Chương trình thử nghiệm liên phòng (ITP) được bắt đầu thực hiện vào năm 1987.

Tất cả các tính toán để cung cấp các giá trị độ lặp lại và độ tái lập được thực hiện theo ISO/TR 9272. Khái niệm và thuật ngữ độ chụm cũng được nêu trong ISO/TR 9272.

B.2 Chi tiết chương trình

Mẫu thử song song của các cao su hỗn luyện sau được gửi đến tất cả các phòng thử nghiệm tham gia: cloropren (CR), EPDM (chịu tải cao), cao su fluoro (FKM) và SBR 1500 bao gồm 50 phần trăm (khối lượng của cao su) N550 đen¹⁾.

Các phép xác định đặc tính tiền lưu hóa (phép đo đơn lẻ) được thực hiện trong hai ngày riêng biệt (cách nhau một tuần), mỗi ngày xác định một lần. Các điều kiện thử nghiệm như sau: đối với các hỗn hợp CR và EPDM là 120 °C và rôto nhỏ; đối với hỗn hợp FKM là 150 °C và rôto lớn; đối với hỗn hợp SBR là 170 °C và rôto nhỏ. Tổng cộng 16 phòng thử nghiệm tham gia.

Chương trình thử nghiệm liên phòng này tương ứng với đánh giá độ chụm loại 1, không có các bước chuẩn bị hoặc xử lý trong các phòng thử nghiệm tham gia.

¹⁾ Ký hiệu theo ASTM D 1765-89 *Standard classification system for carbon blacks used in rubber products* (Hệ thống phân loại tiêu chuẩn đối với carbon đen sử dụng trong sản phẩm cao su).

Bảng B.1 – Độ chụm của phép xác định đặc tính tiền lưu hóa

Vật liệu cao su	Trung bình	Trong cùng phòng thử nghiệm		Giữa các phòng thử nghiệm	
		r	(r)	R	(R)
Độ nhớt tối thiểu (đơn vị Mooney mômen xoắn)					
SBR	22,0	1,03	4,70	3,06	13,9
CR	22,3	1,28	5,75	4,96	22,2
FKM	46,1	2,81	6,11	7,20	15,6
EPDM	60,3	1,94	3,23	11,10	18,4
Giá trị chung phần	37,7	1,88	4,99	7,23	19,2
Thời gian tiền lưu hóa (tính bằng phút)					
SBR	5,23	0,34	6,41	2,55	48,8
CR	14,8	1,82	12,30	7,55	50,9
FKM	8,97	1,27	14,20	3,88	43,3
EPDM	20,8	5,32	25,50	11,60	55,5
Giá trị chung phần	12,50	2,89	23,10	7,28	58,1

B.3 Kết quả độ chụm

B.3.1 Kết quả độ chụm được nêu trong Bảng B.1.

B.3.2 Các ký hiệu sử dụng trong Bảng 1 được xác định như sau:

- r độ lặp lại (tính bằng đơn vị Mooney);
- (r) độ lặp lại (tính bằng phần trăm mức trung bình);
- R độ tái lập (tính bằng đơn vị Mooney);
- (R) độ tái lập (tính bằng phần trăm mức trung bình).

Thư mục tài liệu tham khảo

- [1] ISO/TR 9272, *Rubber and rubber products – Determination of precision for test method standards* (Cao su và các sản phẩm cao su – Xác định độ chụm đối với các tiêu chuẩn phương pháp thử).
-