

TCVN

TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

TCVN 6090-1:2015

ISO 289-1:2015

Xuất bản lần 5

**CAO SU CHƯA LƯU HÓA -
PHƯƠNG PHÁP SỬ DỤNG NHỚT KÉ ĐĨA TRƯỢT -
PHẦN 1: XÁC ĐỊNH ĐỘ NHỚT MOONEY**

*Rubber, unvulcanized -- Determinations using a shearing-disc viscometer --
Part 1: Determination of Mooney viscosity*

HÀ NỘI - 2015

Mục lục

	Trang
Lời nói đầu	4
1 Phạm vi áp dụng	5
2 Tài liệu viện dẫn	5
3 Nguyên tắc	6
4 Thiết bị, dụng cụ	6
4.1 Nhớt kế đĩa trượt điển hình	6
4.2 Khuôn	7
4.3 Rôto	7
4.4 Thiết bị gia nhiệt	7
4.5 Hệ thống đo nhiệt độ	9
4.6 Hệ thống đóng kín khuôn	10
4.7 Thiết bị đo mômen xoắn và hiệu chuẩn thiết bị	11
5 Chuẩn bị mẫu thử	11
6 Nhiệt độ và khoảng thời gian thử nghiệm	12
7 Cách tiến hành	12
8 Biểu thị kết quả	13
9 Độ chụm	13
10 Báo cáo thử nghiệm	13
Phụ lục A (tham khảo) Công bố độ chụm	15
Phụ lục B (tham khảo) Màng chịu nhiệt đối với phép đo độ nhớt Mooney	18
Phụ lục C (quy định) Kế hoạch hiệu chuẩn	22

Lời nói đầu

TCVN 6090-1:2015 thay thế TCVN 6090-1:2010.

TCVN 6090-1:2015 hoàn toàn tương đương ISO 289-1:2015.

TCVN 6090-1:2015 do Ban kỹ thuật tiêu chuẩn quốc gia TCVN/TC45 *Cao su thiên nhiên* biên soạn, Tổng cục Tiêu chuẩn Đo lường Chất lượng đề nghị, Bộ Khoa học và Công nghệ công bố.

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

- TCVN 6090-1:2015 (ISO 289-1:2015) *Phần 1: Xác định độ nhớt Mooney*
- TCVN 6090-2:2013 (ISO 289-2:1994) *Phần 2: Xác định các đặc tính tiền lưu hóa*
- TCVN 6090-3:2013 (ISO 289-3:1999) *Phần 3: Xác định giá trị Mooney Delta đối với SBR trùng hợp nhũ tương, không có bột màu, chứa dầu*
- 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 1: Xác định độ nhớt Mooney

Rubber, unvulcanized - Determinations using a shearing-disc viscometer -

Part 1: Determination of Mooney viscosity

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.

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp sử dụng nhớt kế đĩa trượt để đo độ nhớt Mooney của cao su không hỗn luyện hoặc cao su hỗn luyện.

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 257-1 (ISO 6508-1), *Vật liệu kim loại – Thử độ cứng Rockwell – Phần 1: Phương pháp thử (thang A, B, C, D, E, F, G, H, K, N, T).*

TCVN 1592 (ISO 23529), *Cao su – Quy trình chung để chuẩn bị và ổn định mẫu thử cho các phép thử vật lý.*

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

TCVN 11019:2015 (ISO 18899:2013), *Cao su – Hướng dẫn hiệu chuẩn thiết bị thử nghiệm.*

TCVN 11021 (ISO 2393), *Hỗn hợp cao su thử nghiệm – Chuẩn bị, cán luyện và lưu hóa – Thiết bị và quy trình.*

TCVN 6090-1:2015

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 về phương pháp thử).

3 Nguyên tắc

Đo mômen xoắn để quay đĩa kim loại trong khoang hình trụ có dạng khuôn đối khớp chứa đầy cao su, trong điều kiện quy định. Trờ lực của cao su khi đĩa quay biểu thị độ nhớt Mooney của mẫu thử.

4 Thiết bị, dụng cụ

4.1 **Nhớt kế đĩa trượt điển hình** (xem Hình 1), bao gồm:

- hai khuôn tạo thành khoang hình trụ;
- rôto;
- phương tiện để duy trì khuôn ở nhiệt độ không đổi;
- phương tiện để duy trì áp suất đóng kín quy định;
- phương tiện để quay rôto với vận tốc góc không đổi;
- phương tiện chỉ thị mômen xoắn cần thiết để quay rôto.

Rôto và khoang khuôn có kích thước nêu trong Bảng 1.

Bảng 1 – Kích thước các bộ phận chủ yếu của thiết bị

Bộ phận	Kích thước mm
Đường kính rôto	38,10 ± 0,03
Chiều dày rôto	5,54 ± 0,03
Đường kính khoang khuôn	50,9 ± 0,1
Chiều sâu khoang khuôn	10,59 ± 0,03

CHÚ THÍCH: Một rôto có kích thước như vậy thường được gọi là rôto lớn.

Cho phép sử dụng một rôto nhỏ hơn khi đo độ nhớt cao. Rôto nhỏ này phải có cùng kích thước với rôto lớn ngoại trừ đường kính sẽ là 30,48 mm ± 0,03 mm. Kết quả thu được với rôto nhỏ không giống như khi sử dụng rôto lớn.

4.2 Khuôn

Hai khuôn tạo thành khoang được hình thành từ thép cứng không mạ, không biến dạng có độ cứng Rockwell nhỏ nhất là 60 HRC [xem TCVN 257-1 (ISO 6508-1)]. Kích thước của khoang được nêu trong Hình 1 và phải đo từ những bề mặt cao nhất. Để truyền nhiệt tốt, tốt nhất mỗi khuôn chỉ được làm từ một tấm thép. Bề mặt phẳng có rãnh xuyên tâm dạng chữ V để chống trượt. Các rãnh xuyên tâm cách nhau một góc khoảng 20° và kéo dài từ vòng tròn ngoài đường kính 47 mm đến vòng tròn trong đường kính 7 mm đối với khuôn phía trên và trong phạm vi 1,5 mm của lỗ trong khuôn phía dưới; mỗi rãnh tạo thành một góc 90° trên bề mặt khuôn với đường phân giác vuông góc với bề mặt và chiều rộng rãnh tại bề mặt là $1,0 \text{ mm} \pm 0,1 \text{ mm}$ (xem Hình 2).

4.3 Rôto

Rôto phải được chế tạo từ thép cứng không mạ, không biến dạng, có độ cứng Rockwell nhỏ nhất là 60 HRC. Bề mặt rôto có rãnh mặt cắt hình chữ nhật với chiều rộng $0,80 \text{ mm} \pm 0,02 \text{ mm}$, chiều sâu đồng nhất $0,30 \text{ mm} \pm 0,05 \text{ mm}$ và cách nhau $1,60 \text{ mm} \pm 0,04 \text{ mm}$ (khoảng cách giữa các tâm trục). Bề mặt phẳng của rôto phải có hai bộ rãnh vuông góc với nhau (xem Hình 3). Cạnh của rôto có rãnh thẳng đứng có kích thước như nhau. Rôto lớn có 75 rãnh thẳng đứng và rôto nhỏ có 60 rãnh. Rôto được cố định vuông góc với một trục có đường kính $10 \text{ mm} \pm 1 \text{ mm}$ và với chiều dài sao cho trong khoang khuôn kín, khe hở phía trên rôto không chênh lệch quá $0,25 \text{ mm}$ so với khe hở phía dưới rôto. Trục rôto được đỡ trên một mẫu làm quay trục rôto, chứ không phải trên vách của khoang khuôn. Khe hở tại điểm trục rôto đi vào khoang phải đủ nhỏ để ngăn cao su thoát khỏi khoang. Một vòng đệm, vòng hình O hoặc thiết bị nút kín khác được sử dụng để nút kín điểm này.

Độ lệch tâm hoặc độ đảo của rôto khi nhớt kể đang chạy, không được vượt quá $0,1 \text{ mm}$.

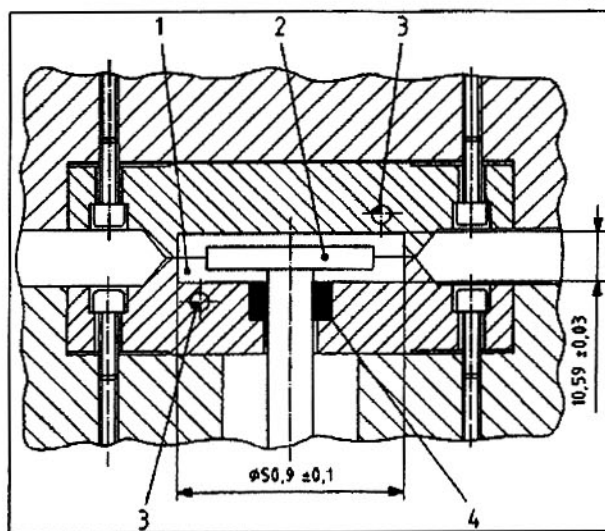
Vận tốc góc của rôto phải là $0,209 \text{ rad/s} \pm 0,002 \text{ rad/s}$ ($2,00 \text{ r/min} \pm 0,02 \text{ r/min}$).

4.4 Thiết bị gia nhiệt

Khuôn được gắn hoặc có bộ phận gắn với một tấm ép có thiết bị gia nhiệt, có khả năng giữ nhiệt độ của tấm ép và khuôn trong khoảng $\pm 0,5 \text{ }^\circ\text{C}$ của nhiệt độ thử nghiệm. Sau khi cho mẫu thử vào, thiết bị có khả năng hồi phục nhiệt độ của khuôn trong khoảng $\pm 0,5 \text{ }^\circ\text{C}$ của nhiệt độ thử nghiệm trong 4 min.

CHÚ THÍCH: Các máy cũ hơn có thể không phù hợp với những yêu cầu này và có thể cho kết quả lặp lại kém hơn.

Kích thước tính bằng milimét

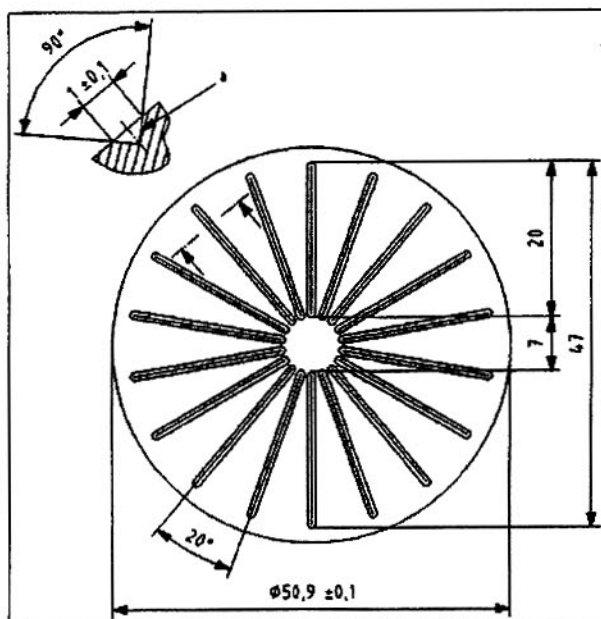


CHÚ DẪN

- 1 Khoang khuôn
- 2 Rôto
- 3 Cắm biến nhiệt
- 4 Thiết bị gắn kín

Hình 1 – Nhớt kế đĩa trượt điển hình

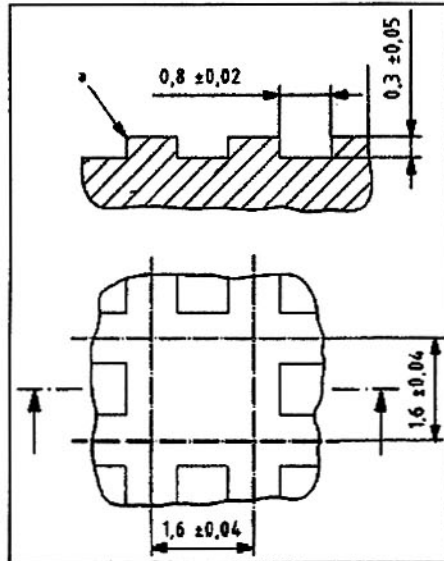
Kích thước tính bằng milimét



CHÚ DẪN

- * Mặt cắt qua rãnh

Hình 2 – Khuôn có rãnh xuyên tâm dạng chữ V

**CHÚ DẪN**

^a R tại cạnh của rãnh $\leq 0,1$ mm.

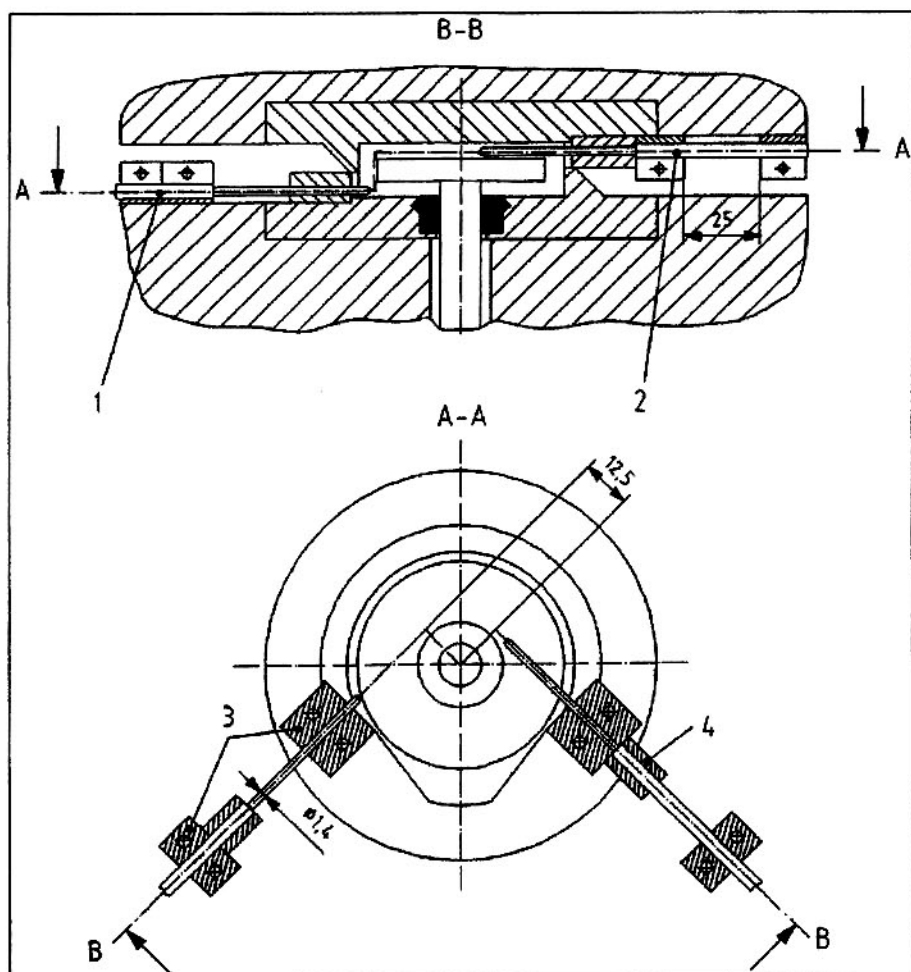
Hình 3 – Rôto có rãnh mặt cắt hình chữ nhật

4.5 Hệ thống đo nhiệt độ

4.5.1 Nhiệt độ thử nghiệm được xác định là nhiệt độ ở trạng thái ổn định của khuôn kín với rôto đặt trong khoang rỗng. Nhiệt độ này được đo bằng hai đầu dò đo của cặp nhiệt điện; cặp nhiệt điện này có thể lắp vào khoang như thể hiện trong Hình 4. Các đầu dò đo này cũng được sử dụng để kiểm tra nhiệt độ của mẫu thử như mô tả trong 7.2.

4.5.2 Để kiểm soát sự cấp nhiệt cho khuôn, trong mỗi khuôn phải có một cảm biến nhiệt để đo nhiệt độ của khuôn. Cảm biến được đặt ở chỗ nhiệt có thể tiếp xúc với khuôn tốt nhất, nghĩa là sự gián đoạn nhiệt và sức cản nhiệt khác sẽ bị loại trừ. Trục của cảm biến phải ở khoảng cách 3 mm đến 5 mm tính từ bề mặt làm việc của khuôn và từ 15 mm đến 20 mm tính từ trục quay của rôto (xem Hình 1).

4.5.3 Cả đầu dò đo của cặp nhiệt điện và cảm biến nhiệt phải có khả năng chỉ thị nhiệt chính xác đến $\pm 0,25$ °C.

**CHÚ DẪN**

- 1 Đầu dò đo, được rút ra
- 2 Đầu dò đo, được thay thế
- 3 Nút nối thiết bị
- 4 Nút nối với đầu dò đo của thiết bị

Hình 4 – Bản vẽ thiết kế đầu dò đo của thiết bị

4.6 Hệ thống đóng kín khuôn

Khuôn có thể được đóng và giữ kín bằng phương tiện thủy lực, khí nén hoặc cơ học. Trong suốt quá trình thử, một lực $11,5 \text{ kN} \pm 0,5 \text{ kN}$ được duy trì trên khuôn.

Có thể cần một lực lớn hơn để đóng kín khuôn khi thử cao su có độ nhớt cao; ít nhất 10 s trước khi khởi động nhớt kế, phải giảm lực xuống $11,5 \text{ kN} \pm 0,5 \text{ kN}$ và duy trì tại mức độ này trong suốt quá trình thử.

Đối với tất cả các loại thiết bị đóng kín, khi đặt một mảnh giấy tissue không dày hơn 0,04 mm giữa hai bề mặt khuôn đóng kín sẽ thấy vết hàn liên tục với độ đậm như nhau. Vết hàn không đều chỉ thị sự điều chỉnh đóng kín khuôn không đúng, bề mặt đệm mòn hoặc lỗi hoặc khuôn bị méo. Những điều kiện trên sẽ dẫn đến sự rò rỉ và kết quả sai.

4.7 Thiết bị đo mômen xoắn và hiệu chuẩn thiết bị

Mômen xoắn cần thiết để quay rôto được ghi hoặc biểu thị trên một thang chia độ tuyến tính bằng đơn vị Mooney. Chỉ số là 0 khi máy chạy không tải và là $100 \pm 0,5$ khi trục rôto được tác động một mômen xoắn là $8,30 \text{ N.m} \pm 0,02 \text{ N.m}$. Do vậy một mômen xoắn 0,083 N.m tương đương với 1 đơn vị Mooney. Thang đo phải có khả năng đọc đến 0,5 đơn vị Mooney. Dao động từ điểm 0 phải ít hơn $\pm 0,5$ đơn vị Mooney khi máy đang chạy với rôto trong khoang và các khuôn kín và rỗng.

Nếu nhớt kế có bộ phận lò xo ép phun vào rôto, hiệu chuẩn điểm 0 phải được thực hiện khi khuôn mở sao cho rôto không bị ép đập vào khuôn phía trên.

Nhớt kế phải được hiệu chuẩn trong khi máy đang hoạt động ở nhiệt độ thử. Phương pháp thích hợp để hiệu chuẩn hầu hết các máy như sau:

Thang đo được hiệu chuẩn đến số đọc 100 bằng cách dùng sợi kim loại mềm dẻo buộc những quả cân xác định vào rôto thích hợp. Trong khi hiệu chuẩn, rôto quay ở $0,209 \text{ rad/s}$ và các tấm ép ở nhiệt độ thử quy định.

CHÚ THÍCH: Để kiểm tra độ tuyến tính, những quả cân trung gian có thể được sử dụng để cho thang đo đọc 25, 50 và 75 đơn vị Mooney tương ứng. Ngoài ra, mẫu cao su butyl có độ nhớt Mooney đã xác định có thể được sử dụng để kiểm tra xem máy có làm việc đúng hay không. Phép đo có thể tiến hành ở 100°C hoặc 125°C trong 8 min.

5 Chuẩn bị mẫu thử

Đối với cao su chưa hỗn luyện, mẫu thử được chuẩn bị theo TCVN 6086 (ISO 1795) và tiêu chuẩn nguyên liệu có liên quan tới cao su. Đối với cao su hỗn luyện cần thử nghiệm với mục đích trọng tải, mẫu thử phải được lấy từ một mẫu hỗn hợp được chuẩn bị phù hợp với TCVN 11021 (ISO 2393) và tiêu chuẩn nguyên liệu có liên quan tới cao su.

Mẫu thử phải được giữ yên tại nhiệt độ tiêu chuẩn phòng thử nghiệm [xem TCVN 1592 (ISO 23529)] ít nhất 30 min trước khi thực hiện phép thử. Phép thử được bắt đầu không muộn hơn 24 h sau khi đồng nhất hoá.

TCVN 6090-1:2015

Độ nhớt Mooney bị ảnh hưởng bởi cách chuẩn bị cao su và điều kiện bảo quản. Do đó, quy trình được mô tả trong phương pháp đánh giá cao su cụ thể phải tuân thủ nghiêm ngặt.

Mẫu thử bao gồm hai đĩa cao su với đường kính khoảng 50 mm và dày xấp xỉ 6 mm, đủ để lấp kín hoàn toàn khoang khuôn của nhớt kế. Các đĩa cao su phải càng không có không khí và không có các hốc càng tốt vì các hốc có thể giữ không khí tại bề mặt rôto và khuôn. Đục hoặc cắt một lỗ qua tâm của một đĩa cao su để lắp vào trục của rôto.

6 Nhiệt độ và khoảng thời gian thử nghiệm

Tiến hành thử nghiệm ở nhiệt độ $100\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 0,5\text{ }^{\circ}\text{C}$ trong 4 min, trừ khi có quy định khác trong tiêu chuẩn vật liệu thích hợp.

7 Cách tiến hành

7.1 Làm nóng khuôn và rôto đến nhiệt độ thử nghiệm và để chúng đạt trạng thái ổn định. Mở khuôn, lắp trục rôto vào lỗ đục trong đĩa cao su của mẫu thử và cho rôto vào nhớt kế. Đặt đĩa cao su chưa đục lỗ của mẫu thử vào giữa rôto và đóng khuôn càng nhanh càng tốt.

CHÚ THÍCH: Một màng chịu nhiệt, ví dụ polyeste, có chiều dày từ 0,02 mm đến 0,03 mm có thể lót vào giữa cao su và bề mặt khuôn để dễ tháo ra sau khi thử nguyên liệu có độ nhớt thấp hay dính. Việc sử dụng màng như vậy có thể ảnh hưởng đến kết quả. Xem Phụ lục B.

7.2 Ghi lại thời điểm khuôn được đóng kín để làm nóng cao su trong 1 min. Khởi động rôto; thời gian chạy như được chỉ ra trong Điều 6. Nếu độ nhớt không ghi được liên tục, quan sát thang đo trong khoảng thời gian 30 s trước khi đọc và ghi lại giá trị độ nhớt nhỏ nhất, chính xác đến 0,5 đơn vị. Đối với mục đích trọng tài, lấy các số đọc ở mỗi 5 s kể từ 1 min trước đến 1 min sau thời gian quy định. Vẽ một đường cong liên tục qua các điểm tối thiểu của giá trị dao động tuần hoàn hoặc qua tất cả các điểm nếu không có sự dao động. Lấy độ nhớt tại điểm mà đường cong đi qua thời gian quy định. Nếu sử dụng máy ghi, lấy độ nhớt từ đường cong cùng dạng như quy định đối với đường cong đã đánh dấu.

Để kiểm tra xem nhiệt độ của mẫu thử có đúng là nhiệt độ thử nghiệm tại thời điểm thử nghiệm hay không, có thể đặt hai đầu dò đo của cặp nhiệt điện vào trong mẫu thử như thể hiện trong Hình 4. Trong phép thử sơ bộ với mẫu thử, dừng rôto lại sau một thời gian chạy là 3,5 min, ngay sau khi kết quả dừng ổn định, hai đầu dò đo được cắm vào, sau 4 min, đọc hai nhiệt độ trung bình của mẫu thử. Dung sai nhiệt độ phải ở từ $+1,0\text{ }^{\circ}\text{C}$ đến $-1,0\text{ }^{\circ}\text{C}$.

Gradient nhiệt độ trong mẫu thử và tốc độ truyền nhiệt của các nhớt kế là khác nhau, đặc biệt nếu áp dụng những hình thức gia nhiệt khác nhau. Do vậy, giá trị nhận được từ các nhớt kế khác nhau có thể kỳ vọng là có khả năng so sánh được cao hơn sau khi cao su đạt được nhiệt độ thử nghiệm. Thông thường, điều kiện này đạt trong vòng 10 min sau khi khoang khuôn được đóng kín.

8 Biểu thị kết quả

Báo cáo kết quả của phép thử điển hình được ghi như sau:

50 ML (1 + 4) 100 °C

trong đó:

- 50 M là độ nhớt, tính bằng đơn vị Mooney;
- L chỉ ra rôto sử dụng là rôto lớn (S là sử dụng rôto nhỏ);
- 1 là thời gian gia nhiệt trước khi khởi động rôto, tính bằng min;
- 4 là thời gian chạy sau khi khởi động rôto, tại đó số đọc cuối cùng được lấy, tính bằng min;
- 100 °C là nhiệt độ thử nghiệm.

9 Độ chụm

Tiến hành tính độ chụm biểu thị độ lặp lại và độ tái lập theo ISO/TR 9272. Các kết quả của ba chương trình thử nghiệm liên phòng (ITPs) được nêu trong Phụ lục A.

10 Báo cáo thử nghiệm

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

a) chi tiết mẫu thử:

- 1) mô tả đầy đủ mẫu thử và nguồn gốc của mẫu thử;
- 2) các phương pháp chuẩn bị mẫu thử từ mẫu, ví dụ: cắt hoặc cán trộn;

b) phương pháp thử:

- 1) viện dẫn tiêu chuẩn này [nghĩa là: TCVN 6092-1 (ISO 289-1)];
- 2) quy trình thử nghiệm đã sử dụng;
- 3) loại mẫu thử đã sử dụng;

c) chi tiết thử nghiệm:

- 1) thời gian và nhiệt độ ổn định trước khi thử nghiệm;
- 2) kích cỡ rôto (lớn hoặc nhỏ);
- 3) nhiệt độ của phép thử và độ ẩm tương đối nếu cần;
- 4) thời gian gia nhiệt trước, nếu khác hơn 1 min;
- 5) thời gian chạy;
- 6) lực đóng khuôn, nếu khác hơn 11,5 kN;

TCVN 6090-1:2015

- 7) màng chịu nhiệt đã sử dụng, bao gồm cả độ dày của màng;
- 8) các chi tiết của quy trình bất kỳ không quy định trong tiêu chuẩn này;

d) kết quả thử:

- 1) giá trị độ nhớt Mooney (xem Điều 8);
- 2) nếu thử nghiệm nhiều hơn một mẫu thử:
 - i) số mẫu thử đã sử dụng;
 - ii) các kết quả thử riêng lẻ;
 - iii) các giá trị trung bình (nếu thử nghiệm nhiều hơn một mẫu thử);

e) ngày thử nghiệm.

Phụ lục A

(tham khảo)

Công bố độ chụm

A.1 Khái quát

Các tính toán độ chụm để cung cấp các giá trị độ lặp lại và độ tái lập được thực hiện theo ISO/TR 9272, tài liệu hướng dẫn đối với phương pháp thử của Ban kỹ thuật tiêu chuẩn quốc tế ISO/TC45. Đây là các kết quả về khái niệm và thuật ngữ độ chụm.

A.2 Chi tiết chương trình

A.2.1 Một chương trình thử nghiệm liên phòng thí nghiệm (ITP) được tổ chức năm 1987. Các mẫu thử cao su thô giống hệt nhau sau đây được gửi đến các phòng thí nghiệm thành viên: butyl (IIR), cloropren (CR), EPDM, cao su florocarbon (FKM) và SBR 1500.

Các phép thử độ nhớt Mooney (phép đo đơn lẻ) được làm trong hai ngày riêng biệt (cách nhau một tuần) vào tháng 6 năm 1987. Tổng cộng có 24 phòng thí nghiệm thành viên.

ITP này tương đương với đánh giá độ chụm loại 1, không có sự chuẩn bị hay các bước tiến hành trong các phòng thí nghiệm thành viên.

A.2.2 ITP khác được tiến hành vào năm 1988 để xác định sự ảnh hưởng của cán khối lên độ nhớt Mooney. Ba loại cao su được sử dụng: cloropren (CR), SBR 1507 và SBR 1712. NIST butyl (IIR) cũng được sử dụng nhưng nó được thử chỉ ở dạng không cán khối (bình thường).

Mẫu thử của mỗi loại cao su được gửi đến tất cả các phòng thí nghiệm thành viên. Mẫu thử nghiệm của vật liệu cán khối và không cán khối được chuẩn bị bởi mỗi phòng thí nghiệm theo TCVN 6086 (ISO 1795).

Các phép thử độ nhớt Mooney (phép đo đơn lẻ) được làm trong hai ngày riêng biệt (cách nhau một tuần) vào tháng 5 năm 1988. Tất cả các phép thử được làm trong 4 min tại 100 °C. Tổng cộng có 15 phòng thí nghiệm thành viên.

ITP này tương đương với đánh giá độ chụm loại 2.

A.2.3 ITP thứ ba được tiến hành vào năm 2012. Các phép thử độ nhớt Mooney (phép đo đơn lẻ) được làm trong hai ngày riêng biệt (cách nhau một tuần) vào tháng 5 năm 2012.

TCVN 6090-1:2015

ITP này tương đương với đánh giá độ chụm loại 1, không có sự chuẩn bị hay các bước tiến hành trong các phòng thí nghiệm thành viên. Tất cả các phép thử được làm trong 4 min tại 125 °C. Tổng cộng có 18 phòng thí nghiệm thành viên.

A.3 Kết quả độ chụm

A.3.1 Kết quả độ chụm của ITP thứ nhất được nêu trong Bảng A.1, của ITP thứ hai trong Bảng A.2 và của ITP thứ ba trong Bảng A.3.

A.3.2 Các ký hiệu sử dụng trong Bảng A.1, A.2 và A.3 được định nghĩa như sau:

s_r là độ lệch chuẩn trong phòng thử nghiệm (tính bằng đơn vị đo);

r là độ lặp lại (tính bằng đơn vị đo);

(r) là độ lặp lại, (tính bằng phần trăm của mức trung bình);

s_R là độ lệch chuẩn liên phòng thử nghiệm (đối với tổng thay đổi liên phòng thử nghiệm, tính bằng đơn vị đo);

R là độ tái lặp (tính bằng đơn vị đo);

(R) là độ tái lặp, (tính bằng phần trăm mức trung bình).

Bảng A.1 – Độ chụm của phép xác định độ nhớt Mooney (1987)

Vật liệu cao su	Trung bình	Trong một phòng thử nghiệm		Liên phòng thử nghiệm	
		r	(r)	R	(R)
SBR 1500 ^a	48,0	2,25	4,67	4,43	9,23
CR ^a	48,5	1,82	3,75	4,39	9,06
FKM ^b	56,5	5,00	8,85	8,77	15,50
IIR ^a	69,7	2,15	3,08	3,81	5,47
EPDM ^c	73,1	2,18	2,98	6,61	9,05
Giá trị chung phần	58,9	2,93	4,98	5,85	9,93

^a tại nhiệt độ 100 °C, 4 min;
^b tại nhiệt độ 100 °C, 10 min;
^c tại nhiệt độ 120 °C, 4 min.

**Bảng A.2 – Độ chụm của phép xác định độ nhớt Mooney –
Ảnh hưởng của cân khối (1988)**

Vật liệu cao su	Trung bình	Trong một phòng thử nghiệm		Liên phòng thử nghiệm	
		r	(r)	R	(R)
Mẫu cân khối					
SBR 1507	33,3	1,66	4,98	2,26	6,80
SBR 1712	51,7	2,37	4,59	5,86	11,30
CR	80,5	2,56	3,19	6,21	7,71
Giá trị chung phần	55,2	2,23	4,04	5,10	9,24
Mẫu không cân khối					
SBR 1507	33,0	1,53	4,63	2,35	7,12
SBR 1712	52,3	1,79	3,42	3,18	6,08
CR	75,3	2,30	3,06	3,72	4,94
Giá trị chung phần	53,5	1,90	3,55	3,13	5,86
NIST IIR (cao su đối chứng)	71,3	1,77	2,49	2,91	4,09

Bảng A.3 – Độ chụm của phép xác định độ nhớt Mooney (2012)

Vật liệu cao su	Trung bình	Trong một phòng thử nghiệm			Liên phòng thử nghiệm			Số phòng thí nghiệm ^a
		s_r	r	(r)	S_R	R	(R)	
Vật liệu 1 = EPDM 1	22,1	0,28	0,81	3,67	0,43	1,22	5,50	15
Vật liệu 2 = EPDM 2	33,9	0,27	0,79	2,33	0,37	1,04	3,06	15
Vật liệu 3 = IIR 1	55,5	0,54	1,55	2,80	0,87	2,43	4,37	15
Vật liệu 4 = IIR 2	52,1	0,50	1,48	2,84	0,70	1,95	3,74	16
Vật liệu 5 = EPDM 3	64,5	0,33	0,95	1,48	0,49	1,37	2,12	14
Vật liệu 6 = EPDM 4	62,8	0,33	0,95	1,51	0,41	1,15	1,83	14
Vật liệu 7 = EPDM 5	80,2	0,34	0,98	1,22	0,60	1,69	2,11	14
Vật liệu 8 = EPDM 6	74,8	0,65	1,87	2,50	1,27	3,55	4,75	16

^a Số phòng thí nghiệm cuối cùng trong cơ sở dữ liệu đã sửa lại sau khi loại bỏ các giá trị ngoại lệ (tùy chọn 1 của ISO/TR 9272).

Phụ lục B

(tham khảo)

Màng chịu nhiệt đối với phép đo độ nhớt Mooney

Thông thường người ta lồng một màng chịu nhiệt vào giữa cao su và bề mặt khuôn để dễ tháo ra sau khi thử các vật liệu có độ nhớt thấp hay dính. Việc sử dụng màng như vậy có thể ảnh hưởng đến kết quả thử. Trong nghiên cứu này, các phép đo độ nhớt Mooney được thực hiện trên các mẫu thử không có tấm màng chịu nhiệt và có ba tấm màng chịu nhiệt khác nhau. Các tấm polyme và màng chịu nhiệt đã sử dụng được liệt kê trong Bảng B.1. Các phép đo được thực hiện trên máy MV2000E.

Bảng B.1 - Các tấm polyme và màng chịu nhiệt đã sử dụng

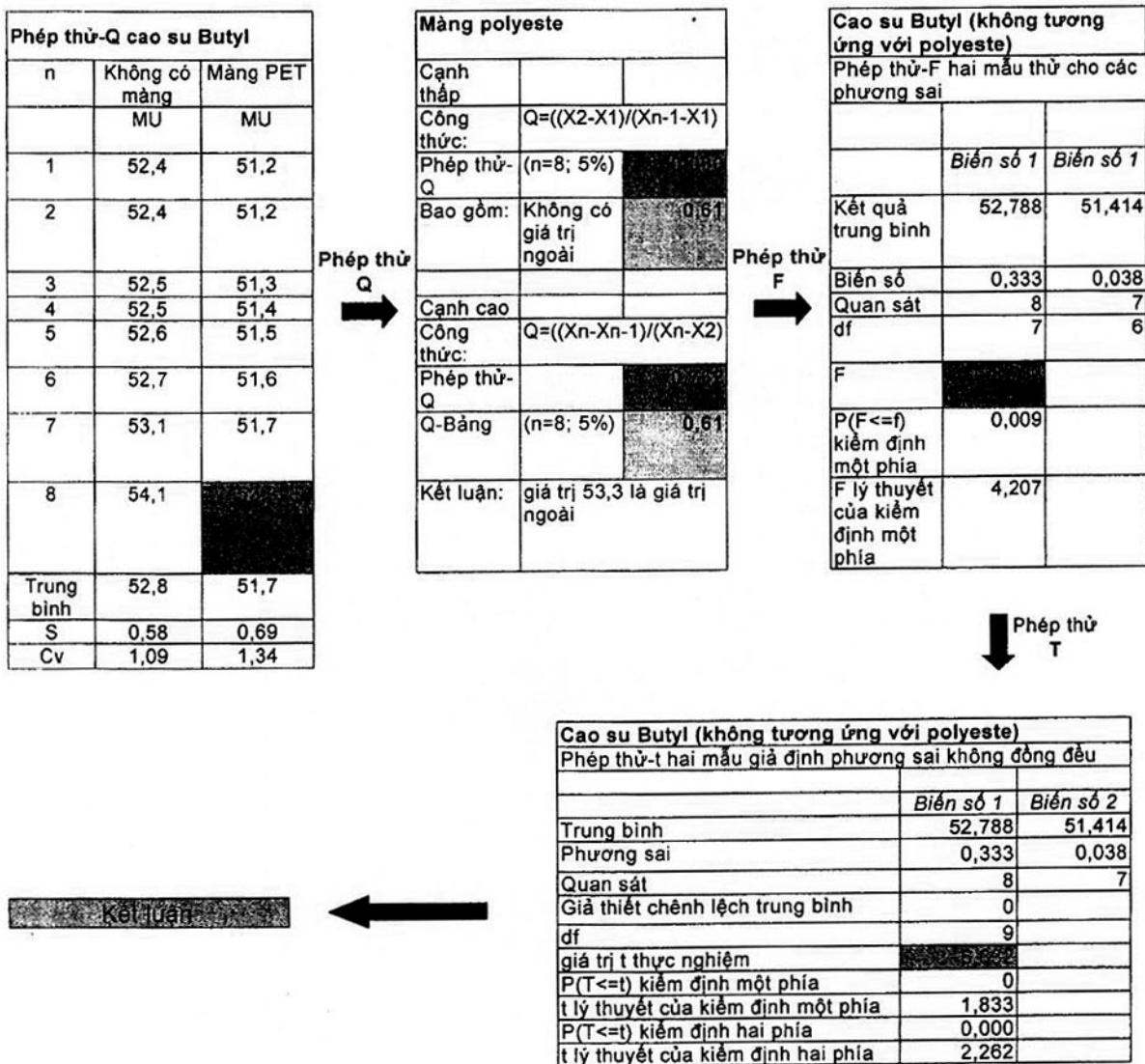
Polyme				
Cao su thiên nhiên (NR):		SMR CV 60	EPDM:	vật liệu EDRM 1
Cao su butyl (BR):		IRM 241	EPDM:	vật liệu EDRM 2
Màng chịu nhiệt				
Polypropylen (PP)		Polyeste (PET)		Cellophan
d = 0,020 mm	T _m = 165 °C	d = 0,025 mm	T _m = 250 °C	d = 0,028

Độ nhớt Mooney của mẫu thử có hoặc không có màng chịu nhiệt được xác định lặp lại trong bốn ngày khác nhau trong vòng một tuần bởi cùng một thí nghiệm viên và cùng thiết bị. Điều kiện ổn định và các giá trị đo ban đầu nêu trong Bảng B.2. Các giá trị đo được đánh giá bằng phép thử-Q đối với các giá trị ngoài và phép thử-F đối với lựa chọn phép thử-t và phép thử-t cuối cùng.

Ví dụ về đánh giá nêu trong Hình B.1 và kết quả tổng quan trong Bảng B.3. Nói chung, các giá trị trung bình thấp hơn khi sử dụng màng chịu nhiệt so với mẫu thử không có màng và trong một vài trường hợp sự khác nhau là đáng kể. Cũng trong ba trường hợp, các phép đo với mẫu thử có hai màng chịu nhiệt khác nhau có sự khác biệt đáng kể. Điều này cho thấy rõ ràng việc sử dụng màng chịu nhiệt có thể dẫn đến các giá trị khác nhau, có thể dẫn đến sự tranh chấp đối với các giá trị biên.

Bảng B.2 - Giá trị đo ban đầu đối với các polyme và màng chịu nhiệt khác nhau

Ngày 1		Không có màng			Màng P.P			Màng PET			Màng Celophan		
		No.1	No.2	Trung bình	No.1	No.2	Trung bình	No.1	No.2	Trung bình	No.1	No.2	Trung bình
Cao su Butyl	ML(1+4)125 °C	54,1	53,1	53,60	52,2	53,0	52,60	53,3	52,2	52,25	52,4	52,8	52,60
Vật liệu EDPM 1	ML(1+4)125 °C	34,2	34,2	34,20	34,7	34,2	34,45	33,9	33,6	33,75	34,0	34,1	34,05
Vật liệu EDPM 2	ML(1+4)125 °C	79,2	78,2	78,70	79,1	79,8	79,45	79,0	78,8	78,90	78,3	78,8	78,55
Cao su thiên nhiên	ML(1+4)100 °C	70,1	68,4	69,25	69,6	69,4	69,50	69,2	69,1	69,15	68,7	60,8	64,75
Ngày 2		No.1	No.2	Trung bình	No.1	No.2	Trung bình	No.1	No.2	Trung bình	No.1	No.2	Trung bình
Cao su Butyl	ML(1+4)125 °C	52,7	52,6	52,65	52,7	52,6	52,65	51,3	51,7	51,50	51,5	51,9	51,70
Vật liệu EDPM 1	ML(1+4)125 °C	34,1	34,3	34,20	34,1	34,3	34,20	33,8	34,1	33,95	33,9	34,2	34,05
Vật liệu EDPM 2	ML(1+4)125 °C	79,2	79,3	79,25	79,2	79,3	79,25	78,7	79,2	78,95	79,3	79,0	79,15
Cao su thiên nhiên	ML(1+4)100 °C	70,4	70,1	70,25	69,0	69,7	69,35	70,2	69,2	69,70	68,9	69,1	69,00
Ngày 3		No.1	No.2	Trung bình	No.1	No.2	Trung bình	No.1	No.2	Trung bình	No.1	No.2	Trung bình
Cao su Butyl	ML(1+4)125 °C	52,5	52,5	52,50	52,2	52,5	52,35	51,2	51,6	51,40	51,6	51,5	51,55
Vật liệu EDPM 1	ML(1+4)125 °C	34,0	34,1	34,05	33,8	34,4	34,10	33,4	33,5	33,45	33,4	33,6	33,50
Vật liệu EDPM 2	ML(1+4)125 °C	79,2	79,2	79,20	78,5	79,3	78,90	77,2	78,7	77,95	78,2	78,9	78,55
Cao su thiên nhiên	ML(1+4)100 °C	69,1	68,1	68,60	68,3	68,8	68,55	69,6	68,8	69,20	69,2	68,0	68,60
Ngày 4		No.1	No.2	Trung bình	No.1	No.2	Trung bình	No.1	No.2	Trung bình	No.1	No.2	Trung bình
Cao su Butyl	ML(1+4)125 °C	52,4	52,4	52,40	52,3	52,3	52,30	51,4	51,5	51,45	51,7	51,9	51,80
Vật liệu EDPM 1	ML(1+4)125 °C	34,1	33,9	34,00	33,9	34,2	34,05	33,6	33,7	33,65	33,6	33,8	33,70
Vật liệu EDPM 2	ML(1+4)125 °C	78,6	79,5	79,05	79,1	79,0	79,05	79,0	78,3	78,65	78,2	78,1	78,15
Cao su thiên nhiên	ML(1+4)100 °C	69,8	69,0	69,40	70,5	69,2	69,85	69,3	69,0	69,15	69,6	69,0	69,30



Hình B.1 - Ví dụ về đánh giá các giá trị đo

Bảng B.3 - Chênh lệch giữa các giá trị độ nhớt Mooney trung bình của mẫu thử khác nhau, không có hoặc có màng chịu nhiệt

	Cao su thiên nhiên	Vật liệu EDPM 1	Vật liệu EDPM 2	Cao su butyl
Không có màng và có màng polypropylen	0,06 ^a	-0,10 ^a	-0,05 ^a	0,31 ^a
Không có màng và có màng polyeste	0,08 ^a	0,41 ^b	0,13 ^a	1,37 ^b
Không có màng và có màng cellophan	0,36 ^a	0,31 ^b	0,51 ^b	0,88 ^b
Polypropylen tương ứng với polyeste	0,01 ^a	0,51 ^b	0,18 ^a	1,06 ^b
Polypropylen tương ứng với cellophan	0,30 ^a	0,41 ^b	0,57 ^b	0,56 ^b
Polyeste tương ứng với cellophan	0,29 ^a	-0,10 ^a	0,39 ^a	-0,50 ^b
^a Không có thay đổi đáng kể. ^b Có chênh lệch đáng kể.				

Phụ lục C

(Quy định)

Kế hoạch hiệu chuẩn

C.1 Kiểm tra

Trước khi thực hiện bất kỳ hiệu chuẩn nào, tình trạng của các hạng mục cần phải 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 hiệu chuẩn có được thực hiện trong tình trạng "nguyên trạng" hay không hoặc sau khi sửa có bất kỳ sự bất thường hoặc hư hỏng nào không.

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

C.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 được đưa ra trong Bảng C.1 đã được biên soạn bằng cách liệt kê tất cả các thông số được quy định trong phương pháp thử, cùng với yêu cầu cụ thể. Thông số và yêu cầu có thể liên quan đến thiết bị thử nghiệm chính, bộ phận của thiết bị đó hoặc đến thiết bị, dụng cụ bổ sung cần thiết cho thử nghiệm.

Đối với mỗi thông số, quy trình hiệu chuẩn được biểu thị bằng cách viện dẫn đến TCVN 11019 (ISO 18899), viện dẫn tài liệu khác hoặc đến quy trình cụ thể đối với phương pháp thử được quy định chi tiết (bất kỳ khi nào có quy trình hiệu chuẩn mà cụ thể hoặc chi tiết hơn quy trình trong TCVN 11019 (ISO 18899), thì sẽ được ưu tiên sử dụng).

Tần suất kiểm tra xác nhận đối với từng thông số được đưa ra bằng ký hiệu chữ cái. Ký hiệu chữ cái được sử dụng trong kế hoạch hiệu chuẩn như sau:

- N chỉ kiểm tra ban đầu;
- S khoảng tiêu chuẩn như được đưa ra trong TCVN 11019 (ISO 18899);
- U đang sử dụng.

Bảng C.1 – Kế hoạch tần suất hiệu chuẩn

Thông số	Yêu cầu	Điều trong TCVN 11019 (ISO 18899)	Tần suất kiểm tra xác nhận	Ghi chú
Độ cứng bề mặt của khuôn	≥ 60 HRC	15.5	N	
Kích thước khuôn	Xem 4.2	15.2	N	
Rãnh khuôn	Xem 4.2	15.2	N	
Độ cứng bề mặt rôto	≥ 60 HRC	15.5	N	
Kích thước rôto	Xem 4.3	15.2	N	
Rãnh rôto	Xem 4.3	15.2	N	
Vận tốc góc	0,209 rad/s ± 0,002 rad/s	23.2	S	
Độ chính xác nhiệt độ	± 0,25 °C	18	S	
Ổn định nhiệt độ ở trạng thái ổn định	± 0,5 °C	18	S	
Lực đóng kín khuôn	11,5 kN ± 0,5 kN	21.3	S	
Mômen xoắn	Xem 4.7	21.4	S	

Ngoài những hạng mục được liệt kê trong Bảng C.1, sử dụng những dụng cụ sau, tất cả dụng cụ cần phải được hiệu chuẩn theo TCVN 11019 (ISO 18899):

- Các dụng cụ để xác định kích thước các khuôn.
- Cột tải để kiểm tra đóng kín khuôn;
- Nhiệt kế nhằm kiểm soát nhiệt độ ổn định và thử nghiệm.