

**TCVN 10527:2014**

**ISO 1658:2009**

Xuất bản lần 1

**CAO SU THIÊN NHIÊN (NR) – QUY TRÌNH ĐÁNH GIÁ**

*Natural rubber (NR) – Evaluation procedure*



**Mục lục**

Trang

Lời nói đầu .....	4
1 Phạm vi áp dụng .....	5
2 Tài liệu viện dẫn .....	5
3 Lấy mẫu và quy trình chuẩn bị tiếp theo .....	6
4 Thử nghiệm vật lý và hóa học trên cao su thô .....	6
4.1 Độ nhớt Mooney .....	6
4.2 Hàm lượng chất bay hơi .....	6
4.3 Đặc tính kỹ thuật khác theo yêu cầu .....	6
5 Chuẩn bị hỗn hợp thử .....	6
5.1 Yêu cầu chung .....	6
5.2 Hỗn liệu thử tiêu chuẩn .....	7
5.3 Cách tiến hành .....	8
6 Đánh giá đặc tính lưu hóa bằng thử nghiệm trên máy đo lưu hóa .....	14
6.1 Sử dụng máy đo lưu hóa đĩa dao động .....	14
6.2 Sử dụng máy đo lưu hóa không rotor .....	14
7 Đánh giá đặc tính ứng suất-giãn dài khi kéo của hỗn hợp thử đã lưu hóa .....	15
8 Báo cáo thử nghiệm .....	15
Phụ lục A (Quy định) Quy trình chuẩn bị hỗn hợp cao su thông qua việc sử dụng các cao su chủ liệu .....	16
Phụ lục B (Tham khảo) Công bố về độ chụm đối với cả hai máy cán và máy luyện kín .....	19
Thư mục tài liệu tham khảo .....	25

**Lời nói đầu**

**TCVN 10527:2014** hoàn toàn tương đương ISO 1658:2009.

**TCVN 10527:2014** 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.

## Cao su thiên nhiên (NR) – Quy trình đánh giá

*Natural rubber (NR) – Evaluation procedure*

**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 qui định:

- các thử nghiệm vật lý và hóa học trên cao su thiên nhiên thô;
- các vật liệu tiêu chuẩn, đơn phối liệu thử tiêu chuẩn, thiết bị và các phương pháp gia công để đánh giá các đặc tính lưu hóa của cao su thiên nhiên (NR).

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

TCVN 4509 (ISO 37), *Cao su lưu hoá hoặc nhiệt dẻo – Xác định các tính chất ứng suất-giãn dài khi kéo.*

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

TCVN 6088-1 (ISO 248-1), *Cao su thô – Xác định hàm lượng chất bay hơi – Phần 1: Phương pháp cán nóng và phương pháp tủ sấy.*

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 10527:2014**

TCVN 6094 (ISO 3417), *Cao su – Xác định đặc tính lưu hoá bằng máy đo lưu hoá đĩa dao động.*

TCVN 8493 (ISO 2007), *Cao su chưa lưu hoá – Xác định độ dẻo – Phương pháp máy đo độ dẻo nhanh.*

ISO 2000:2003, *Rubber, raw natural – Guidelines for the specification of technically specified rubber (TSR)*(*Cao su thiên nhiên thô – Hướng dẫn yêu cầu kỹ thuật của cao su đã xác định về mặt kỹ thuật (TSR)*).

ISO 2393, *Rubber test mixes – Preparation, mixing and vulcanization – Equipment and procedures* (*Hỗn hợp cao su thử nghiệm – Chuẩn bị, trộn và lưu hóa – Thiết bị và cách tiến hành*).

ISO 6502, *Rubber – Guide to the use of curemeters* (*Cao su – Hướng dẫn sử dụng máy đo lưu hóa*).

### **3 Lấy mẫu và quy trình chuẩn bị tiếp theo**

**3.1** Mẫu phòng thử nghiệm có khối lượng khoảng 1,5 kg phải được chuẩn bị bằng phương pháp qui định trong TCVN 6086 (ISO 1795).

**3.2** Cao su phải được đồng nhất theo TCVN 6086 (ISO 1795).

**3.3** Việc chuẩn bị các mẫu thử phải theo TCVN 6086 (ISO 1795).

### **4 Thử nghiệm vật lý và hóa học trên cao su thô**

#### **4.1 Độ nhớt Mooney**

Xác định độ nhớt Mooney theo TCVN 6090-1 (ISO 289-1) trên mẫu thử được chuẩn bị theo quy định trong 3.3. Ghi lại kết quả là ML(1+4) tại 100 °C.

#### **4.2 Hàm lượng chất bay hơi**

Xác định hàm lượng chất bay hơi bằng phương pháp tử sáy theo qui định trong TCVN 6088-1 (ISO 248-1) trên mẫu thử được chuẩn bị theo quy định trong 3.3.

#### **4.3 Đặc tính kỹ thuật khác theo yêu cầu**

Các giá trị cụ thể bất kỳ đối với các đặc tính vật lý và hóa học khác với các giá trị nêu ở trên (4.1 và 4.2) phải trên cơ sở phân loại nêu trong Bảng 2 của ISO 2000:2003.

### **5 Chuẩn bị hỗn hợp thử**

#### **5.1 Yêu cầu chung**

Đơn phối liệu tiêu chuẩn và các quy trình cán trộn sau đây được khuyến dùng:

- a) hai đơn phối liệu cao su gốc dùng cho thử nghiệm so sánh các đặc tính lưu hóa của cao su thiên nhiên để sử dụng trong các hỗn hợp không có chất độn than đen;
- b) đơn phối liệu có chất độn than đen dùng cho thử nghiệm so sánh với cao su thiên nhiên để sử dụng trong các hỗn hợp có chất độn than đen;
- c) quy trình hỗn luyện với cao su chủ liệu trên máy cán luyện dùng cho hai đơn phối liệu cao su gốc;
- d) quy trình hỗn luyện bằng máy cán luyện và quy trình hỗn luyện bằng máy luyện kín dùng trong phòng thử nghiệm (LIM) dùng cho đơn phối liệu có chất độn than đen.

CHÚ THÍCH: Đơn phối liệu có chất độn than đen (đơn phối liệu 3 trong Bảng 1) cũng có thể được sử dụng đối với thử nghiệm so sánh của các cao su isopren (IRs).

## 5.2 Đơn phối liệu thử tiêu chuẩn

Đơn phối liệu thử tiêu chuẩn được nêu ở Bảng 1.

Các vật liệu phải là các vật liệu đối chứng tiêu chuẩn quốc gia hoặc quốc tế.

**Bảng 1 – Đơn phối liệu thử tiêu chuẩn**

Vật liệu	Số phần theo khối lượng		
	Đơn phối liệu 1 ACS 1	Đơn phối liệu 2 TBBS 1	Đơn phối liệu 3 Có chất độn than đen
Cao su thiên nhiên	100,00	100,00	100,00
Kẽm oxit	6,00	6,00	5,00
Lưu huỳnh	3,50	3,50	2,25
Axit stearic	0,50	0,50	2,00
Than đen chuẩn công nghiệp <sup>a</sup>	–	–	35,00
MBT <sup>b</sup>	0,50	–	–
TBBS <sup>c</sup>	–	0,70	0,70
<b>Tổng cộng</b>	<b>110,50</b>	<b>110,70</b>	<b>144,95</b>

<sup>a</sup> Phải sử dụng than đen chuẩn công nghiệp (IRB).

<sup>b</sup> 2-Mercaptobenzothiazol.

<sup>c</sup> N-tert-butyl-2-benzothiazol-sulfenamid. Chất này phải ở dạng bột có chứa hàm lượng chất ban đầu không tan trong ete hoặc không tan trong etanol, nhỏ hơn 0,3 % (theo khối lượng). Vật liệu phải được lưu giữ ở nhiệt độ phòng trong thùng chứa kín và chất không tan trong ete hoặc không tan trong etanol phải được kiểm tra 6 tháng một lần. Nếu chất không tan này được phát hiện vượt quá 0,75 % (theo khối lượng), vật liệu phải được loại bỏ hoặc được kết tinh lại.

### 5.3 Cách tiến hành

#### 5.3.1 Thiết bị và quy trình

Thiết bị và quy trình cho việc chuẩn bị, trộn và lưu hóa phải theo ISO 2393.

#### 5.3.2 Quy trình hỗn luyện đối với đơn phối liệu 1 và 2 (hỗn hợp cao su)

Khối lượng mẻ cán tiêu chuẩn phòng thử nghiệm, tính bằng gam, phải gấp 4 lần khối lượng đơn phối liệu (có nghĩa là 110,5 g x 4, = 442 g, đối với đơn phối liệu 1). Duy trì nhiệt độ bề mặt của các trục cán ở 70 °C ± 5 °C, và tạo phôi cuộn tốt dọc khe hở của các trục cán trong suốt quá trình hỗn luyện. Nếu không thực hiện được việc cài đặt khe hở trục cán như qui định dưới đây, có thể cần những điều chỉnh nhỏ đối với các khe hở của máy cán luyện.

	Thời gian (min)
a) Cán cao su qua hai lần giữa các trục cán mà không để cao su bám lên trục cán, với khe hở máy cán luyện được cài đặt ở 0,2 mm.	–
b) Tạo dải cao su với khe hở máy cán luyện được cài đặt ở 1,4 mm. Khi đạt được dải mượt, điều chỉnh khe hở máy cán luyện đến 1,8 mm.	4
c) Bổ sung kẽm oxit, axit stearic, lưu huỳnh và MBT hoặc TBBS.	4
d) Tạo 3 nhát cắt 3/4 từ mỗi phía.	3
e) Cắt mẻ cán khỏi máy cán luyện. Cài đặt khe hở máy cán luyện đến 0,8 mm, chập đầu mẻ cán vào nhau và cho qua các trục cán sáu lần.	2

**Tổng thời gian      13**

- f) Kiểm tra khối lượng của mẻ (xem ISO 2393). Nếu khối lượng của mẻ chênh lệch so với theo lý thuyết giá trị lớn hơn + 0,5 % hoặc - 1,5 %, loại bỏ mẻ và trộn lại.
- g) Cắt từ mẻ cán lượng vật liệu đủ để thử nghiệm trên máy đo lưu hóa và, nếu được yêu cầu, để xác định độ nhớt Mooney của mẻ chưa lưu hóa theo TCVN 6090-1 (ISO 289-1). Tạo mẻ cán thành tấm dày khoảng 2,2 mm để chuẩn bị các tấm thử nghiệm hoặc đến độ dày thích hợp để chuẩn bị các mẫu thử hình vòng xuyên ISO.
- h) Ổn định mẻ cán trong khoảng thời gian từ 2 h đến 24 h sau khi trộn và trước khi lưu hóa, nếu có thể ở nhiệt độ và độ ẩm tiêu chuẩn theo quy định trong TCVN 1592 (ISO 23529).

#### 5.3.3 Quy trình hỗn luyện đối với đơn phối liệu 1 và 2 (các hỗn hợp cao su) sử dụng các cao su chủ liệu

Các vật liệu tạo hỗn hợp như các chất xúc tiến, lưu huỳnh hoặc các chất độn có thể được đưa vào cao su thành các chủ liệu. Kỹ thuật này cải thiện độ chính xác của việc hợp nhất các vật liệu tạo hỗn hợp và cũng tiện lợi hơn.

Quy trình để chuẩn bị các khối gốc và các hỗn hợp thử cho các hỗn hợp cao su được nêu trong Phụ lục A.

### 5.3.4 Các quy trình hỗn luyện đối với đơn phối liệu 3 (hỗn hợp có chất độn than đen)

#### 5.3.4.1 Hỗn luyện sử dụng máy cán luyện

##### 5.3.4.1.1 Phép đo trị số độ dẻo nhanh

Nạp cao su lên máy cán luyện với khe hở máy cán luyện được cài đặt ở 0,5 mm. Làm nhuyễn cao su cho đến khi tạo được độ bám mượt lên trục cán và phôi cuốn dọc khe trục cán.

Sau khi làm nhuyễn cao su, xác định trị số độ dẻo nhanh theo TCVN 8493 (ISO 2007). Trị số độ dẻo nhanh không lớn hơn 45, trị số này tương đương với độ nhớt khoảng 70 đơn vị Mooney, được xác định theo TCVN 6090-1 (ISO 289-1).

##### 5.3.4.1.2 Quy trình hỗn luyện

Khối lượng mẻ cán tiêu chuẩn phòng thử nghiệm, tính theo gam, phải gấp 4 lần khối lượng đơn phối liệu (có nghĩa là  $144,95 \text{ g} \times 4 = 579,8 \text{ g}$ , đối với đơn phối liệu 3). Duy trì nhiệt độ bề mặt của các trục cán ở  $70 \text{ }^\circ\text{C} \pm 5 \text{ }^\circ\text{C}$ , và tạo phôi cuốn tốt dọc khe hở của các trục cán trong suốt quá trình hỗn luyện. Nếu không thực hiện được việc cài đặt khe hở trục cán như qui định dưới đây, có thể cần những điều chỉnh nhỏ đối với các khe hở của máy cán luyện.

	Thời gian (min)
a) Tạo dải cao su với khe hở máy cán luyện được cài đặt ở 1,4 mm	1
b) Thêm axit stearic. Tạo một nhát cắt 3/4 từ mỗi phía.	1
c) Thêm kẽm oxit và lưu huỳnh. Tạo một nhát cắt 3/4 từ mỗi phía.	2
d) Bổ sung than đen đều khắp máy cán luyện ở tốc độ đồng đều. Khi có khoảng một nửa lượng than đen đã được đưa vào, mở khe máy cán luyện đến 1,9 mm và tạo một nhát cắt 3/4 từ mỗi phía. Sau đó thêm lượng than đen còn lại. Khi toàn bộ than đen đã được đưa vào, tạo một nhát cắt 3/4 từ mỗi phía. Phải lưu ý bổ sung cả số than đen đã rơi vào máng của máy cán luyện.	10
e) Bổ sung TBBS. Tạo ba nhát cắt 3/4 từ mỗi phía.	3
f) Cắt mẻ cán khỏi máy cán luyện. Cài đặt khe hở máy cán luyện đến 0,8 mm và cho mẻ đã cán đi qua máy cán luyện sáu lần theo chiều dài.	3
<b>Tổng thời gian</b>	<b>20</b>

- g) Kiểm tra khối lượng của mẻ. Nếu khối lượng của mẻ chênh lệch so với lý thuyết giá trị lớn hơn + 0,5 % hoặc - 1,5 %, loại bỏ mẻ và trộn lại.
- h) Cắt từ mẻ cán lượng vật liệu đủ để thử nghiệm trên máy đo lưu hóa và, nếu được yêu cầu, để xác định độ nhớt Mooney của mẻ chưa lưu hóa theo TCVN 6090-1 (ISO 289-1). Tạo mẻ cán thành tấm dày khoảng 2,2 mm để chuẩn bị các tấm thử nghiệm hoặc đến độ dày thích hợp để chuẩn bị các mẫu thử hình vòng xuyên ISO.
- i) Ổn định mẻ cán trong khoảng thời gian từ 2 h đến 24 h sau khi cán trộn và trước khi lưu hóa, nếu có thể ở nhiệt độ và độ ẩm tiêu chuẩn theo quy định trong TCVN 1592 (ISO 23529).

#### **5.3.4.2 Hỗn luyện sử dụng máy luyện kín dùng trong phòng thử nghiệm (LIM)**

##### **5.3.4.2.1 Yêu cầu chung**

Đối với các máy luyện kín dùng trong phòng thử nghiệm có dung tích danh nghĩa từ 65 cm<sup>3</sup> đến khoảng 2 000 cm<sup>3</sup>, khối lượng của mẻ phải bằng với dung tích danh nghĩa của máy luyện, tính theo centimet khối, nhân với khối lượng riêng của hỗn hợp, tính theo gam trên centimet khối. Điều này có nghĩa là, nếu máy luyện kín dùng trong phòng thử nghiệm có dung tích danh nghĩa là 750 cm<sup>3</sup>, khối lượng của mẻ đối với đơn phối liệu 3 là 750 x 1,103 g (= 827,25 g).

Đối với mỗi mẻ được hỗn luyện khi chuẩn bị một dãy các hỗn hợp cùng loại, các điều kiện của máy luyện kín dùng trong phòng thử nghiệm phải giống nhau. Khi bắt đầu mỗi dãy hỗn hợp thử, mẻ hỗn luyện bằng máy phải được trộn bằng cách sử dụng đơn phối liệu giống như các hỗn hợp đang thử. Máy luyện kín dùng trong phòng thử nghiệm phải được để nguội xuống đến 60 °C từ khi kết thúc mẻ thử nghiệm này đến khi bắt đầu mẻ tiếp theo. Không được thay đổi nhiệt độ cài đặt khi thực hiện một dãy các mẻ thử.

##### **5.3.4.2.2 Hỗn luyện một giai đoạn**

Kỹ thuật hỗn luyện phải sao cho thu được sự phân tán tốt của tất cả các thành phần.

Nhiệt độ cuối cùng của mẻ cán được lấy ra sau khi hỗn luyện không được lớn hơn 120 °C. Nếu cần, điều chỉnh khối lượng của mẻ hoặc nhiệt độ của đầu trộn sao cho điều kiện này được đáp ứng.

**CHÚ THÍCH 1:** Các điều kiện hỗn luyện được nêu trong Bảng B.5 có thể hữu ích đối với mỗi kích cỡ của máy luyện kín dùng trong phòng thử nghiệm.

**CHÚ THÍCH 2:** Các vật liệu tạo hỗn hợp khác ngoài cao su, than đen và dầu có thể được bổ sung vào các mẻ hỗn luyện của máy luyện kín dùng trong phòng thử nghiệm một cách chính xác hơn và dễ dàng hơn nếu chúng được pha trộn với nhau từ trước theo các tỷ lệ được xác định bởi đơn phối liệu. Sự pha trộn như vậy có thể được thực hiện bằng cách sử dụng cối và chày, bằng cách trộn trong máy trộn hình nón kép với thanh quay tăng cường trong khoảng 10 min, hoặc bằng cách trộn trong máy trộn cho năm chu kỳ 3 s và vét bên trong của máy trộn để làm bong các vật liệu dính vào các mặt sau mỗi 3 s trộn. Máy trộn Waring cho thấy là thích hợp đối với phương pháp này. Chú ý: nếu trộn lâu hơn 3 s, axit stearic có thể bị chảy và cản trở sự phân tán tốt.

Ví dụ về quy trình hỗn luyện cho máy luyện kín dùng trong phòng thử nghiệm được nêu từ a) đến h) dưới đây.

	Thời gian (min)	Thời gian lũy tích (min)
a) Nạp cao su, hạ thanh nén và để cho cao su được làm nguội.	1,0	1,0
b) Nâng thanh nén và bổ sung hỗn hợp đã được trộn sơ bộ gồm kẽm oxit, lưu huỳnh, axit stearic và TBBS, cẩn thận tránh mọi sự thất thoát. Sau đó thêm than đen, quét các lỗ và hạ thanh nén.	1,0	2,0
c) Trộn mẻ.	7,0	9,0
d) Tắt mô-tơ, nâng thanh nén, dịch chuyển buồng hỗn luyện và dỡ mẻ cán ra. Ghi lại nhiệt độ lớn nhất của mẻ cán.		
e) Sau khi dỡ mẻ cán ra, cán mẻ qua máy cán luyện được cài đặt ở nhiệt độ $70\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$ một lần với khe hở máy cán luyện là 0,5 mm và sau đó hai lần với khe hở máy cán luyện là 3,0 mm.		
f) Xác định khối lượng của mẻ và ghi lại. Nếu khối lượng chênh lệch so với lý thuyết một giá trị lớn hơn + 0,5 % hoặc - 1,5 %, loại bỏ mẻ và trộn lại.		
g) Cắt mẫu thử để xác định các đặc tính lưu hóa theo ISO 6502 hoặc TCVN 6094 (ISO 3417), nếu được yêu cầu. Ổn định mẫu thử trong khoảng thời gian từ 2 h đến 24 h, nếu có thể ở nhiệt độ và độ ẩm tiêu chuẩn được quy định trong TCVN 1592 (ISO 23529), trước khi thử nghiệm.  Nếu được yêu cầu, cán mẻ thành tấm tới khoảng 2,2 mm để chuẩn bị các tấm thử hoặc đến độ dày thích hợp để chuẩn bị các mẫu thử hình vòng xuyên ISO theo TCVN 4509 (ISO 37). Để thu được những ảnh hưởng của hướng cán, gấp mẻ cán lại và cho đi qua 4 lần giữa các trục của máy cán luyện được cài đặt nhiệt độ tại $70\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$ và khe hở máy cán luyện thích hợp. Làm nguội trên bề mặt phẳng, khô.		
h) Ổn định mẻ cán trong khoảng thời gian từ 2 h đến 24 h sau khi trộn và trước khi lưu hóa, nếu có thể ở nhiệt độ và độ ẩm tiêu chuẩn được quy định trong TCVN 1592 (ISO 23529).		

#### 5.3.4.2.3 Hỗn luyện hai giai đoạn kể cả bước cán cho lần hỗn luyện cuối cùng

##### 5.3.4.2.3.1 Yêu cầu chung

Máy luyện kín dùng trong phòng thử nghiệm phải được để nguội xuống đến  $60\text{ }^{\circ}\text{C}$  từ khi kết thúc mẻ cán thử nghiệm này đến khi bắt đầu mẻ cán tiếp theo.

##### 5.3.4.2.3.2 Giai đoạn 1 — Giai đoạn hỗn luyện ban đầu

Kỹ thuật hỗn luyện phải sao cho thu được sự phân tán tốt của tất cả các thành phần.

Nhiệt độ cuối cùng của mẻ cán được lấy ra sau khi hỗn luyện phải từ  $150\text{ }^{\circ}\text{C}$  đến  $170\text{ }^{\circ}\text{C}$ . Nếu cần thiết, điều chỉnh khối lượng của mẻ hoặc nhiệt độ của đầu trộn sao cho điều kiện này được đáp ứng.

## TCVN 10527:2014

Ví dụ về quy trình hỗn luyện cho bước hỗn luyện ban đầu được nêu từ a) đến k) dưới đây.

	Thời gian (min)	Thời gian lũy tích (min)
a) Điều chỉnh nhiệt độ của máy luyện kín dùng trong phòng thử nghiệm đến nhiệt độ ban đầu là $50\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 3\text{ }^{\circ}\text{C}$ . Đóng cửa xả, cài đặt rotor và nâng thanh nén.	–	–
b) Nạp cao su, hạ thanh nén và để cho cao su được làm nguội.	0,5	0,5
c) Nâng thanh nén và nạp kẽm oxit, axit stearic và cacbon đen. Hạ thanh nén.	0,5	1,0
d) Trộn mẻ.	2,0	3,0
e) Nâng thanh nén và làm sạch cổ máy cán luyện và đầu thanh nén. Hạ thanh nén.	0,5	3,5
f) Trộn mẻ.	1,5	5,0
g) Dỡ mẻ cán ra.		
h) Sau khi dỡ mẻ cán ra, kiểm tra ngay nhiệt độ của mẻ bằng dụng cụ đo thích hợp. Nếu nhiệt độ đo được nằm ngoài dải nhiệt độ từ $150\text{ }^{\circ}\text{C}$ đến $170\text{ }^{\circ}\text{C}$ , loại bỏ mẻ.		
i) Cho mẻ đi qua máy cán ba lần với khe hở của máy cán luyện là 2,5 mm và tại nhiệt độ của trục cán là $70\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$ .		
j) Tạo thành tấm mẻ cán tới độ dày khoảng 10 mm và xác định khối lượng của mẻ. Nếu khối lượng chênh lệch so với lý thuyết một giá trị lớn hơn + 0,5 % hoặc - 1,5 %, loại bỏ mẻ và trộn lại.		
k) Để yên mẻ trong khoảng thời gian ít nhất là 30 min và nhiều nhất là 24 h, nếu có thể tại nhiệt độ và độ ẩm tiêu chuẩn được quy định trong TCVN 1592 (ISO 23529).		

Các máy luyện kín dùng trong phòng thử nghiệm nhỏ hơn không cung cấp lượng hỗn hợp đủ cho bước hỗn luyện cuối cùng vì cần phải có khối lượng mẻ cán nhiều gấp ba lần khối lượng hỗn liệu. Trong những trường hợp này, máy luyện kín dùng trong phòng thử nghiệm có thể được sử dụng cho lần hỗn luyện cuối cùng. Nhiệt độ của dầu trộn hoặc khối lượng của mẻ có thể được điều chỉnh sao cho nhiệt độ cuối cùng của mẻ cán được lấy ra không vượt quá  $120\text{ }^{\circ}\text{C}$ .

### 5.3.4.2.3.3 Giai đoạn 2 — Giai đoạn hỗn luyện cuối cùng

Kỹ thuật hỗn luyện phải sao cho thu được sự phân tán tốt của tất cả các thành phần. Nhiệt độ cuối cùng mẻ được lấy ra sau khi hỗn luyện không được vượt quá  $120\text{ }^{\circ}\text{C}$ .

Khi sử dụng máy luyện kín dùng trong phòng thử nghiệm (LIM), điều chỉnh, nếu cần, khối lượng của mẻ hoặc nhiệt độ của dầu trộn sao cho điều kiện này được đáp ứng.

Khi sử dụng máy cán luyện, cài đặt nhiệt độ bề mặt các trục cán tại  $70\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$  và duy trì ở giá trị này trong khi hỗn luyện. Khối lượng mẻ cán tiêu chuẩn phòng thử nghiệm, tính bằng gam, phải trên cơ sở ba lần khối lượng đơn phối liệu nếu không có quy định khác trong quy trình đánh giá cao su thích hợp.

Ví dụ về **quy trình hỗn luyện LIM cho lần hỗn luyện cuối cùng** được nêu từ a) đến h) dưới đây.

	Thời gian (min)	Thời gian lũy tích (min)
a) Đóng cửa xả, cài đặt rotor và nâng thanh nén.		
b) Nạp cao su, lưu huỳnh và chất xúc tiến. Hạ thanh nén và để cho cao su được làm nhuyễn.	0,5	0,5
c) Trộn mẻ.	1,5	2,0
d) Nâng thanh nén, mở buồng hỗn luyện và dỡ mẻ cán ra. Ghi lại nhiệt độ lớn nhất của mẻ cán.		
e) Sau khi dỡ mẻ cán ra, cán qua máy cán luyện 4 lần ở nhiệt độ của trục cán là $70\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$ và với khe hở của máy cán luyện là 0,8 mm.		
f) Xác định khối lượng của mẻ và ghi lại. Nếu khối lượng chênh lệch so với lý thuyết một giá trị lớn hơn + 0,5 % hoặc - 1,5 %, loại bỏ mẻ và trộn lại.		
g) Cán mẻ thành tấm tới khoảng 2,2 mm để chuẩn bị các thanh thử hoặc đến độ dày thích hợp để chuẩn bị các mẫu thử hình vòng xuyên ISO theo TCVN 4509 (ISO 37).		
h) Ổn định mẻ cán trong khoảng thời gian từ 2 h đến 24 h sau khi trộn và trước khi lưu hóa, nếu có thể ở nhiệt độ và độ ẩm tiêu chuẩn được quy định trong TCVN 1592 (ISO 23529).		

Ví dụ về **quy trình hỗn luyện bằng máy cán luyện cho lần hỗn luyện cuối cùng** được nêu từ a) đến g) như sau.

	Thời gian (min)	Thời gian lũy tích (min)
a) Cài đặt khe hở máy cán đến 1,5 mm.	-	-
b) Tạo dải cao su.	1,0	1,0
c) Bổ sung lưu huỳnh và chất xúc tiến. Không cắt dải cho đến khi lưu huỳnh và chất xúc tiến được phân tán hoàn toàn.	1,5	2,5
d) Thực hiện ba nhát cắt 3/4 từ mỗi phía, mỗi nhát cách nhau 15 s.	2,5	5,0
e) Cắt mẻ khỏi máy cán luyện. Cài đặt khe hở máy cán luyện ở 0,8 mm, chập đầu mẻ cán vào nhau và cho qua các trục cán sáu lần, đưa mẻ cán vào từ mỗi đầu luân phiên nhau.	2,0	7,0

- f) Cán mẻ thành tấm tới khoảng 2,2 mm để chuẩn bị các thanh thử hoặc đến độ dày thích hợp để chuẩn bị các mẫu thử hình vòng xuyên ISO theo TCVN 4509 (ISO 37). Xác định khối lượng của mẻ và ghi lại. Nếu khối lượng chênh lệch so với lý thuyết một giá trị lớn hơn + 0,5 % hoặc - 1,5 %, loại bỏ mẻ và trộn lại.
- g) Ổn định mẻ cán trong khoảng thời gian từ 2 h đến 24 h sau khi trộn và trước khi lưu hóa, nếu có thể ở nhiệt độ và độ ẩm tiêu chuẩn được quy định trong TCVN 1592 (ISO 23529).

## **6 Đánh giá đặc tính lưu hóa bằng thử nghiệm trên máy đo lưu hóa**

### **6.1 Sử dụng máy đo lưu hóa đĩa dao động**

Đo các thông số thử nghiệm tiêu chuẩn sau đây:

$M_L$ ,  $M_H$  tại thời điểm xác định,  $t_{s1}$ ,  $t'_c(50)$ ,  $t'_c(90)$

theo TCVN 6094 (ISO 3417), sử dụng các điều kiện thử nghiệm sau đây:

- tần số dao động: 1,7 Hz (100 chu trình trên phút);
- biên độ dao động: cung  $1^\circ$  (có thể chọn cung  $3^\circ$ );
- độ chọn lọc: được chọn để cho ít nhất là 75 % độ lệch của toàn thang đo tại giá trị  $M_H$  (lưu ý rằng, với một số cao su, có thể không đạt được 75 %);
- nhiệt độ khuôn:  $160\text{ }^\circ\text{C} \pm 0,3\text{ }^\circ\text{C}$ ;
- thời gian tiền gia nhiệt: không.

### **6.2 Sử dụng máy đo lưu hóa không rotor**

Đo các thông số thử nghiệm tiêu chuẩn sau đây:

$F_L$ ,  $F_H$  tại thời điểm xác định,  $t_{s1}$ ,  $t'_c(50)$ ,  $t'_c(90)$

theo ISO 6502, sử dụng các điều kiện thử nghiệm sau đây:

- tần số dao động: 1,7 Hz (100 chu trình trên phút);
- biên độ dao động: cung  $0,5^\circ$  (có thể chọn cung  $1^\circ$ );
- độ chọn lọc: được chọn để cho ít nhất là 75 % độ lệch của toàn thang đo tại giá trị  $F_H$  (lưu ý rằng, với một số cao su, có thể không đạt được 75 %);
- nhiệt độ khuôn:  $160\text{ }^\circ\text{C} \pm 0,3\text{ }^\circ\text{C}$ ;
- thời gian tiền gia nhiệt: không.

## 7 Đánh giá đặc tính ứng suất-giãn dài khi kéo của hỗn hợp thử đã lưu hóa

Lưu hóa các tấm ở nhiệt độ 140 °C trong các khoảng thời gian 20 min, 30 min, 40 min và 60 min. Ổn định các tấm đã lưu hóa trong khoảng thời gian từ 16 h đến 96 h, nếu có thể ở nhiệt độ và độ ẩm tiêu chuẩn được quy định trong TCVN 1592 (ISO 23529). Đo các đặc tính ứng suất-giãn dài theo TCVN 4509 (ISO 37).

## 8 Báo cáo thử nghiệm

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

- a) viện dẫn tiêu chuẩn này;
- b) tất cả các chi tiết cần thiết để nhận dạng mẫu;
- c) đơn phối liệu thử tiêu chuẩn và quy trình hỗn luyện được sử dụng;
- d) các vật liệu chuẩn được sử dụng;
- e) thử nghiệm trên máy đo lưu hóa được sử dụng trong Điều 6 (TCVN 6094 (ISO 3417) hoặc ISO 6502);
- f) bất kỳ đặc điểm bất thường được ghi nhận trong khi xác định;
- g) bất kỳ thao tác nào không được nêu trong tiêu chuẩn này hoặc ở trong các tiêu chuẩn được viện dẫn, cũng như mọi thao tác được coi là tùy chọn, ví dụ các khối gốc có được sử dụng hay không;
- h) biểu thị các kết quả và đơn vị đo;
- i) ngày thử nghiệm.

**Phụ lục A**

(Qui định)

**Quy trình chuẩn bị hỗn hợp cao su thông qua việc sử dụng các cao su chủ liệu****A.1 Đơn phối liệu cao su chủ liệu**

Cao su để chuẩn bị các chủ liệu phải có chất lượng tương tự với cao su được thử nghiệm. Các tỷ lệ theo khối lượng của vật liệu tạo hỗn hợp sử dụng được nêu ở Bảng A.1.

**Bảng A.1 – Đơn phối liệu cao su chủ liệu**

Vật liệu	Số phần theo khối lượng		
	MBT	Lưu huỳnh	TBBS
Cao su thiên nhiên	100	100	100
Kẽm oxit	120	120	120
Axit stearic	10	10	10
MBT	20	–	–
TBBS	–	–	28
Lưu huỳnh	–	140	–
<b>Tổng cộng</b>	250	370	258

**A.2 Đơn phối liệu hỗn hợp thử**

Các hỗn hợp thử được cấu thành như nêu trong Bảng A.2.

**Bảng A.2 — Đơn phối liệu hỗn hợp thử**

Vật liệu	Số phần theo khối lượng	
	ACS 1	TBBS
Cao su thử nghiệm	95,00	95,00
Các khối gốc MBT	6,25	–
Các khối gốc TBBS	–	6,45
Các khối gốc Lưu huỳnh	9,25	9,25
<b>Tổng cộng</b>	110,50	110,70

### A.3 Chuẩn bị cao su chủ liệu bằng quy trình hỗn luyện trên máy cán luyện

Các trục của máy cán luyện được duy trì việc làm nguội bằng cách cho nước chạy qua suốt quá trình hỗn luyện.

	<b>Thời gian (min)</b>
a) Tạo dải cao su với khe hở của máy cán được cài đặt ở 0,6 mm.	1
b) Bổ sung kẽm oxit, axit stearic và MBT hoặc TBBS hoặc lưu huỳnh. Mở rộng từ khe hở của máy cán luyện để duy trì dải đang cán. Khi khoảng 80 % của vật liệu đã được đưa vào (khe hở của máy cán luyện vào khoảng 1,0 mm), tạo một nhát cắt 3/4 từ mỗi phía.	2
c) Hợp nhất phần vật liệu còn lại và, khi không còn thấy bột tự do, thực hiện các nhát cắt 3/4 từ mỗi phía cho đến khi phân tán biểu hiện đồng nhất hoàn toàn.	5
<b>Tổng thời gian</b>	
	<b>8</b>
d) Cắt cao su chủ liệu khỏi máy cán luyện và kiểm tra khối lượng. Nếu khối lượng chênh lệch so với lý thuyết một giá trị lớn hơn + 0,5 % hoặc - 1,5 %, loại bỏ mẻ và trộn lại.	
e) Làm nguội các trục cán đến 27 °C ± 5 °C sử dụng nước máy ở nhiệt độ thường.	
f) Khóa các trục của máy cán luyện vào kẹp giữ và ép thông cao su chủ liệu ba lần qua các trục, mỗi lần ép thông quay cuộn cao su thành khối tròn.	
g) Tạo thành tấm cao su chủ liệu qua khe hở của máy cán là 1,4 mm.	
h) Bảo quản các cao su chủ liệu trong các thùng chứa kín khí ở nhiệt độ thường là 23 °C ± 2 °C. Thời gian bảo quản không được quá ba tháng.	

### A.4 Chuẩn bị hỗn hợp thử

Nhiệt độ bề mặt các trục của máy cán luyện phải được duy trì tại 70 °C ± 5 °C trong suốt quá trình hỗn luyện.

	<b>Thời gian (min)</b>
a) Tạo dải cao su với khe hở của máy cán luyện được cài đặt ở 0,8 mm. Thực hiện hai nhát cắt 3/4 từ mỗi phía.	0,75
b) Bổ sung MBT hoặc TBBS và lưu huỳnh các chủ liệu. Thực hiện sáu nhát cắt 3/4 từ mỗi phía.	2,00
c) Cắt mẻ cán khỏi máy cán luyện, chập đầu mẻ cán vào nhau và cho qua các trục cán hai lần.	0,25
<b>Tổng thời gian</b>	
	<b>3,00</b>

## TCVN 10527:2014

- d) Kiểm tra khối lượng của mẻ. Nếu khối lượng chênh lệch so với lý thuyết một giá trị lớn hơn + 0,5 % hoặc - 1,5 %, loại bỏ mẻ và trộn lại.
- e) Tạo mẻ cán thành tấm qua khe hở của máy cán luyện là 1,4 mm.
- f) Ổn định mẻ cán trong khoảng thời gian từ 2 h đến 24 h sau khi trộn và trước khi lưu hóa, nếu có thể ở nhiệt độ và độ ẩm tiêu chuẩn được quy định trong TCVN 1592 (ISO 23529).

## Phụ lục B

(Tham khảo)

### Công bố về độ chụm đối với cả hai máy cán luyện và máy luyện kín

#### B.1 Tổng quan

Phụ lục này công bố về độ chụm đã đạt được bởi chương trình thử nghiệm liên phòng thử nghiệm (ITP) được tiến hành năm 2005 trên các hỗn hợp cao su thiên nhiên (STR 20 CV 60), được cán trộn bằng máy cán luyện phòng thử nghiệm và bằng các máy luyện kín dùng trong phòng thử nghiệm (LIM) với các kích thước khác nhau. Cacbon đen được sử dụng là IRB7.

CHÚ THÍCH 1: Các LIM được sử dụng đã bao hàm các dạng máy trộn thường được mô tả như “cỡ nhỏ”, “cỡ trung bình” và “phòng thử nghiệm”.

ITP đã tiến hành sử dụng các Quy trình và Hướng dẫn về độ chụm như qui định trong ISO/TR 9272. Nên viện dẫn tiêu chuẩn này đối với các chi tiết và thuật ngữ khác về sự xác định độ tin cậy.

Hai phương pháp đo được đánh giá đối với mỗi kiểu quy trình trộn: thử nghiệm ứng suất-giãn dài và thử nghiệm trên máy đo lưu hóa. Độ chụm của đặc tính ứng suất-giãn dài được đánh giá đối với ứng suất (môđun) ở độ giãn dài 100 %, 200 % và 300 %, độ giãn dài khi đứt và độ bền kéo. Độ chụm của máy đo lưu hóa được đánh giá đối với  $m_h$  (moment xoắn cực đại),  $M_L$  (v cực tiểu),  $t_{s1}$  (thời gian lưu hóa sớm hoặc thời gian để tăng 1 dN.m),  $t'_c(50)$  (thời gian đạt 50 % moment xoắn toàn phần) và  $t'_c(90)$  (thời gian đạt 90 % moment xoắn toàn phần).

Độ chụm kiểu 2 được đánh giá. Vào mỗi ngày trong số 2 ngày thử nghiệm, mỗi hỗn hợp được trộn và được chuẩn bị hai lần và được thử nghiệm riêng biệt ở ngày thử nghiệm 1 và ngày thử nghiệm 2 cách nhau 1 tuần.

Kết quả thử nghiệm đối với mỗi đặc tính được lấy là trung bình của hai giá trị thử nghiệm lặp lại thu được trên hai các hỗn hợp được chuẩn bị ở ngày thử nghiệm và độ chụm được biểu thị bằng các đơn vị đo các kết quả thử nghiệm.

Đối với thử nghiệm LIM, có 9 phòng thử nghiệm tham gia trong chương trình thử nghiệm. Tuy nhiên, mỗi phòng thử nghiệm không có máy trộn giống nhau về chủng loại hoặc kích cỡ. Kích cỡ của các máy trộn được sử dụng ở trong ITP là 80 cm<sup>3</sup>, 85 cm<sup>3</sup>, 242 cm<sup>3</sup>, 270 cm<sup>3</sup>, 588 cm<sup>3</sup>, 1 200 cm<sup>3</sup>, 1 500 cm<sup>3</sup>, 1 530 cm<sup>3</sup>, 1 600 cm<sup>3</sup> và 3 000 cm<sup>3</sup>.

CHÚ THÍCH 2: Hai trong số các phòng thử nghiệm đã sử dụng than đen FEF thay cho IRB7 và một phòng thử nghiệm đã sử dụng lưu biến kế đĩa dao động thay cho lưu biến kế khuôn chuyển động. Các kết quả từ các phòng thử nghiệm này không được nêu ở trong phân tích.

Ngoài việc được sử dụng để xác định độ chụm, các dữ liệu từ ITP được phân tích để xác định nếu kiểu của máy trộn (kích cỡ và các điều kiện vận hành khác) ảnh hưởng đến các kết quả thử nghiệm như thế nào. Một số phòng thử nghiệm đã đệ trình các dữ liệu từ vài cỡ máy trộn và các dữ liệu từ các máy trộn riêng rẽ này được hợp nhất vào ITP như là các dữ liệu từ các phòng thử nghiệm riêng lẻ. Điều này đã cung cấp cơ sở dữ liệu tương đương với 12 phòng thử nghiệm. Mỗi sự kết hợp máy trộn-phòng thử nghiệm được gọi là phòng thử nghiệm giả định.

Kết quả độ chụm theo xác định từ ITP này không được sử dụng cho thử nghiệm chấp nhận hoặc loại bỏ bất kỳ nhóm vật liệu hoặc sản phẩm nào mà không có tài liệu chứng minh rằng các kết quả đánh giá độ chụm này thực tế áp dụng cho sản phẩm hoặc vật liệu đã thử nghiệm.

## **B.2 Kết quả độ chụm**

### **B.2.1 Khái quát**

Kết quả độ chụm đối với cả hai dạng máy trộn và đối với các thử nghiệm ứng suất-giãn dài cũng như thử nghiệm trên máy đo lưu hóa được nêu ở các Bảng B.1, B.2, B.3 và B.4. Các kết quả này đã thu được bằng cách sử dụng các bước loại bỏ giá trị ngoại biên qui định trong ISO/TR 9272:2005. Các báo cáo tổng quát đối với việc sử dụng các kết quả độ chụm được nêu dưới đây. Những báo cáo này đề cập đến các thông số độ chụm tuyệt đối,  $r$  và  $R$ , cũng như độ chụm tương đối,  $(r)$  và  $(R)$ .

### **B.2.2 Độ lặp lại**

Độ lặp lại, hay độ chụm phạm vi cục bộ, đối với mỗi phương pháp thử nghiệm đã được thiết lập bởi các giá trị được thấy trong các Bảng B.1, B.2, B.3 và B.4 đối với mỗi phép đo thông số được liệt kê ở trong các bảng. Hai kết quả thử nghiệm riêng lẻ thu được ở trong phòng thử nghiệm (do việc sử dụng đúng cách tiêu chuẩn này) mà khác với ghi trong bảng ở trên đối với  $r$ , tính bằng đơn vị phép đo hoặc  $(r)$  tính theo phần trăm, sẽ được coi là đáng ngờ, ví dụ bị lẫn từ tập hợp khác. Quyết định như vậy hàm ý rằng cần thực hiện một số hành động điều tra thích hợp.

### **B.2.3 Độ tái lập**

Độ tái lập, hay độ chụm phạm vi toàn cục, đối với mỗi phương pháp thử nghiệm đã được thiết lập bởi các giá trị có trong các Bảng B.1, B.2, B.3 và B.4 đối với mỗi phép đo thông số được liệt kê ở trong các bảng. Hai kết quả thử nghiệm riêng lẻ thu được trong các phòng thử nghiệm khác nhau (với việc sử dụng đúng cách tiêu chuẩn này) mà khác với bản ghi trong bảng ở trên đối với  $R$ , tính bằng đơn vị phép đo, hoặc  $(R)$ , tính theo phần trăm, sẽ được coi là đáng ngờ, ví dụ bị lẫn từ tập hợp khác. Quyết định như vậy hàm ý rằng cần thực hiện một số hành động điều tra thích hợp.

### B.3 Các điều kiện trộn

Bảng B.5 đưa ra các điều kiện trộn đối với mỗi máy trộn được sử dụng ở trong ITP, ví dụ nhiệt độ của dầu trộn, tốc độ của rotor, kiểu rotor, v.v...

### B.4 So sánh độ chụm tương đối

Điểm chung là, những so sánh về ( $r$ ) và ( $R$ ) là loại so sánh có hiệu lực duy nhất, vì những khác biệt về các giá trị đặc tính tuyệt đối. Các kết quả độ chụm từ cao su hỗn luyện trên máy cán luyện và máy luyện kín dùng trong phòng thử nghiệm (LIM) trộn có thể được tóm tắt như sau.

Đối với thử nghiệm ứng suất-giãn dài (xem Bảng B.1 và Bảng B.3), các giá trị trung bình tổng thể của độ lặp lại ( $r$ ) đối với việc trộn trên máy cán và LIM tương ứng là 6,98 % và 4,76 %. Các giá trị của độ tái lập trung bình tổng thể ( $R$ ) tương ứng là 20,7 % và 20,9 %.

Đối với thử nghiệm trên máy đo lưu hóa (xem Bảng B.2 và Bảng B.4), các giá trị trung bình tổng thể của ( $r$ ) đối với việc trộn trên máy cán luyện và LIM tương ứng là 8,82 % và 5,92 %. Đối với độ tái lập ( $R$ ), các giá trị trung bình tương ứng là 38,1 % và 29,5 %.

Những khác biệt nhỏ về trị số ở ( $r$ ) và ở ( $R$ ) thường (và không thực sự có ý nghĩa) thuộc về các so sánh thuộc loại này, đem lại các biến thiên cố hữu trong các kết quả của thử nghiệm ITP.

Như vậy, có thể kết luận rằng ITP này chứng tỏ rằng không có sự khác biệt đáng kể giữa quy trình hỗn luyện bằng máy cán luyện và bằng LIM.

Bảng B.1 – Độ chụm (kiểu 2) – Hỗn luyện bằng máy cán luyện – Ứng suất-giãn dài

Thông số được đo	Mức trung bình	Trong phòng thử nghiệm			Liên phòng thử nghiệm			Số phòng thử nghiệm <sup>a</sup>
		$s_r$	$r$	$(r)$	$s_R$	$R$	$(R)$	
$S_{100}$ , MPa	2,70	0,029	0,080	3,00	0,092	0,26	9,70	5
$S_{200}$ , MPa	7,10	0,12	0,33	4,60	0,40	1,13	21,90	5
$S_{300}$ , MPa	13,50	0,16	0,45	3,30	0,93	2,60	19,30	5
Độ giãn dài khi đứt, %	527	11,2	31,5	20,2	38,0	106	20,20	6
Độ bền kéo, MPa	28,7	0,39	1,09	3,80	3,31	9,30	32,30	6
Trung bình		–	–	6,98	–	–	20,70	

$s_r$  là độ lệch chuẩn trong phòng thử nghiệm (tính bằng đơn vị phép đo)  
 $r$  là độ lặp lại (tính bằng đơn vị phép đo)  
 $(r)$  là độ lặp lại (tính bằng phần trăm mức trung bình)  
 $s_R$  là độ lệch chuẩn liên phòng thử nghiệm (đối với tổng phương sai liên phòng thử nghiệm tính bằng đơn vị phép đo)  
 $R$  là độ tái lập (tính bằng đơn vị phép đo)  
 $(R)$  là độ tái lập (tính bằng phần trăm mức trung bình)

<sup>a</sup> Số phòng thử nghiệm cuối cùng còn lại trong ITP sau khi bỏ đi các giá trị ngoại biên (sử dụng sự lựa chọn 1).

Bảng B.2 – Độ chụm (kiểu 2) – Hỗn luyện bằng máy cán luyện – Các đặc tính của máy đo lưu hóa

Thông số được đo	Mức trung bình	Trong phòng thử nghiệm			Liên phòng thử nghiệm			Số phòng thử nghiệm <sup>a</sup>
		$s_r$	$r$	$(r)$	$s_R$	$R$	$(R)$	
$M_H$ , dN.m	14,70	0,22	0,62	4,20	1,96	5,50	37,30	4
$M_L$ , dN.m	1,62	0,09	0,25	15,4	0,29	0,82	50,6	5
$t_{s1}$ , min	1,58	0,04	0,12	7,60	0,39	1,09	69,1	5
$t_c(50)$ , min	3,17	0,12	0,34	10,60	0,27	0,75	23,5	6
$t_c(90)$ , min	5,40	0,12	0,34	6,30	0,19	0,53	9,90	5
Độ nhớt Mooney ML(1+4) tại 100 °C	51,8	2,35	6,57	12,7	3,85	10,8	20,8	5
Trung bình <sup>b</sup>		–	–	8,82	–	–	38,1	

$s_r$  là độ lệch chuẩn trong phòng thử nghiệm (tính bằng đơn vị phép đo)  
 $r$  là độ lặp lại (tính bằng đơn vị phép đo)  
 $(r)$  là độ lặp lại (tính bằng phần trăm mức trung bình)  
 $s_R$  là độ lệch chuẩn liên phòng thử nghiệm (đối với tổng phương sai liên phòng thử nghiệm tính bằng đơn vị phép đo)  
 $R$  là độ tái lập (tính bằng đơn vị phép đo)  
 $(R)$  là độ tái lập (tính bằng phần trăm mức trung bình)

<sup>a</sup> Số phòng thử nghiệm cuối cùng còn lại trong ITP sau khi bỏ đi các giá trị ngoại biên (sử dụng sự lựa chọn 1).  
<sup>b</sup> Ngoại trừ độ nhớt Mooney.

**Bảng B.3 – Độ chụm (kiểu 2) – Hỗn luyện bằng LIM – Ứng suất-giãn dài**

Thông số được đo	Mức trung bình	Trong phòng thử nghiệm			Liên phòng thử nghiệm			Số phòng thử nghiệm <sup>a, b</sup>
		$S_r$	$r$	$(r)$	$S_R$	$R$	$(R)$	
$S_{100}$ , MPa	2,55	0,05	0,13	5,10	0,23	0,64	25,2	8
$S_{200}$ , MPa	6,69	0,15	0,43	6,40	0,61	1,70	25,4	8
$S_{300}$ , MPa	13,0	0,20	0,56	4,30	0,83	2,33	18,0	8
Độ giãn dài khi đứt, %	518	7,10	19,9	3,80	19,6	54,9	10,6	6
Độ bền kéo, MPa	29,2	0,44	1,24	4,20	2,66	7,46	25,5	8
Trung bình		–	–	4,76	–	–	20,9	
<p><math>s_r</math> là độ lệch chuẩn trong phòng thử nghiệm (tính bằng đơn vị phép đo)</p> <p><math>r</math> là độ lặp lại (tính bằng đơn vị phép đo)</p> <p><math>(r)</math> là độ lặp lại (tính bằng phần trăm mức trung bình)</p> <p><math>s_R</math> là độ lệch chuẩn liên phòng thử nghiệm (đối với tổng phương sai liên phòng thử nghiệm tính bằng đơn vị phép đo)</p> <p><math>R</math> là độ tái lập (tính bằng đơn vị phép đo)</p> <p><math>(R)</math> là độ tái lập (tính bằng phần trăm mức trung bình)</p>								
<p><sup>a</sup> Số phòng thử nghiệm cuối cùng còn lại trong ITP sau khi bỏ đi các giá trị ngoại biên (sử dụng sự lựa chọn 1).</p> <p><sup>b</sup> Đối với các thử nghiệm với máy trộn kín, số lượng các phòng thử nghiệm bao gồm cả các phòng thử nghiệm giả định.</p>								

**Bảng B.4 – Độ chụm (kiểu 2) – Hỗn luyện bằng LIM – Các đặc tính của máy đo lưu hóa**

Thông số được đo	Mức trung bình	Trong phòng thử nghiệm			Liên phòng thử nghiệm			Số phòng thử nghiệm <sup>a, b</sup>
		$S_r$	$r$	$(r)$	$S_R$	$R$	$(R)$	
$M_H$ , dN.m	14,9	0,15	0,41	2,80	0,81	2,26	15,2	7
$M_L$ , dN.m	1,94	0,06	0,17	8,80	0,18	0,49	25,2	8
$t_{s1}$ , min	1,57	0,04	0,12	7,40	0,33	0,91	58,2	9
$t'_c(50)$ , min	3,00	0,06	0,17	5,70	0,34	0,95	31,7	7
$t'_c(90)$ , min	5,40	0,09	0,26	4,90	0,33	0,93	17,3	6
Độ nhớt Mooney ML(1+4) tại 100 °C	55,8	1,42	3,97	7,10	2,19	6,12	11,0	8
Trung bình <sup>c</sup>		–	–	5,92	–	–	29,5	
<p><math>s_r</math> là độ lệch chuẩn trong phòng thử nghiệm (tính bằng đơn vị phép đo)</p> <p><math>r</math> là độ lặp lại (tính bằng đơn vị phép đo)</p> <p><math>(r)</math> là độ lặp lại (tính bằng phần trăm mức trung bình)</p> <p><math>s_R</math> là độ lệch chuẩn liên phòng thử nghiệm (đối với tổng phương sai liên phòng thử nghiệm tính bằng đơn vị phép đo)</p> <p><math>R</math> là độ tái lập (tính bằng đơn vị phép đo)</p> <p><math>(R)</math> là độ tái lập (tính bằng phần trăm mức trung bình)</p>								
<p><sup>a</sup> Số phòng thử nghiệm cuối cùng còn lại trong ITP sau khi bỏ đi các giá trị ngoại biên (sử dụng sự lựa chọn 1).</p> <p><sup>b</sup> Đối với các thử nghiệm với máy trộn kín, số phòng thử nghiệm bao gồm cả phòng thử nghiệm giả định.</p> <p><sup>c</sup> Ngoại trừ độ nhớt Mooney.</p>								

**Bảng B.5 — Các chi tiết tóm tắt về điều kiện hỗn luyện được sử dụng ở trong ITP**

Nhiệt độ của dầu trộn, °C	70	50	70	70
Tốc độ của rotor, rpm	77	60	30	60
Kiểu rotor	2 cánh	Bánh cam	Banbury	Banbury
Thể tích trống, cm <sup>3</sup>	1 530	85	3 000	588
Lượng nạp, %	75	75	80	60
Chu trình	1 giai đoạn	1 giai đoạn	1 giai đoạn	1 giai đoạn

Nhiệt độ của dầu trộn, °C	70	70	70	70	70	75
Tốc độ của rotor, rpm	60	60	77	100	60+30	30
Kiểu rotor	Banbury	Banbury	Banbury	2 cánh	2 cánh	4 cánh
Thể tích trống, cm <sup>3</sup>	588	270	1 200	2 145	1 500	80
Lượng nạp, %	60	60	70	70	83	94
Chu trình	1 giai đoạn	1 giai đoạn	2 giai đoạn	1 giai đoạn	2 giai đoạn	1 giai đoạn

Nhiệt độ của dầu trộn, °C	70	70
Tốc độ của rotor, rpm	110	150
Kiểu rotor	Tiếp tuyến	Tiếp tuyến
Thể tích trống, cm <sup>3</sup>	1 600	242
Lượng nạp, %	70	70
Chu trình	1 giai đoạn	2 giai đoạn

## B.5 Độ chệch

Độ chệch là sự chênh lệch giữa kết quả thử nghiệm trung bình đo được với giá trị chuẩn hoặc giá trị thực đối với phép đo đang tiến hành. Các giá trị chuẩn không tồn tại đối với phương pháp thử nghiệm này, do vậy không thể xác định độ chệch.

**Thư mục tài liệu tham khảo**

- [1] ISO/TR 9272:2005, *Rubber and rubber products – Determination of precision for test method standards* (Cao su và sản phẩm cao su – Xác định độ chụm đối với các tiêu chuẩn phương pháp thử).
-