

TCVN

TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

**TCVN 6090-4:2013
ISO 289-4:2003**

Xuất bản lần 1

**CAO SU CHƯA LƯU HOÁ –
PHƯƠNG PHÁP SỬ DỤNG NHỚT KÉ ĐĨA TRƯỢT –
PHẦN 4: XÁC ĐỊNH TỐC ĐỘ HỒI PHỤC
ỨNG SUẤT MOONEY**

*Rubber, unvulcanized – Determinations using a shearing-disc viscometer –
Part 4: Determination of the Mooney stress-relaxation rate*

HÀ NỘI – 2013

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.....	8
5 Thiết bị, dụng cụ.....	8
6 Chuẩn bị mẫu thử.....	8
7 Nhiệt độ và thời gian thử nghiệm	8
8 Cách tiến hành	8
9 Tính toán và biểu thị kết quả.....	9
10 Báo cáo thử nghiệm	10
Phụ lục A (tham khảo) Công bố độ chụm.....	12
Thư mục tài liệu tham khảo	15

Lời nói đầu

TCVN 6090-4:2013 hoàn toàn tương đương ISO 289-4:2012.

TCVN 6090-4:2013 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 nhót kế đĩa trượt*, bao gồm các phần sau:

- TCVN 6090-1:2010 (ISO 289-1:2005) *Phần 1: Xác định độ nhót 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*

Lời giới thiệu

Độ nhớt Mooney, theo quy định trong TCVN 6090-1 (ISO 289-1), là một trong những thông số về đặc tính của cao su được chấp nhận rộng rãi nhất. Tuy nhiên, chỉ mỗi độ nhớt Mooney thường không đủ để bảo đảm các tính chất lưu biến khác được kiểm soát tốt [1]. Nó không cung cấp bất kỳ thông tin nào về tính đàn hồi của cao su thô và chưa lưu hoá. Độ nhớt và độ đàn hồi có thể thay đổi một cách độc lập, do đó điều quan trọng là phải có sẵn quy trình kiểm tra có thể đo cả hai tính chất một cách độc lập.

Độ nhớt Mooney được đo tại một tốc độ trượt cụ thể và cao su thể hiện độ nhớt phụ thuộc vào tốc độ trượt. Thiết bị đo độ nhớt của cao su phụ thuộc tốc độ trượt có bán sẵn trên thị trường. Nói chung, loại thiết bị này, vận hành và diễn giải các kết quả là quá phức tạp để có thể sử dụng làm một công cụ kiểm tra chất lượng theo tiêu chuẩn hiện nay.

Theo mô tả trong các tài liệu [3], hồi phục ứng suất Mooney liên quan đến hiệu ứng đàn hồi trong lưu biến cao su chưa lưu hoá. Nó có thể được đo tương đối dễ dàng và chỉ mất thêm vài giây cuối cho phép đo độ nhớt Mooney tiêu chuẩn. Thông số MSR là độc lập so với độ nhớt Mooney.

Hồi phục ứng suất Mooney, kết hợp với độ nhớt Mooney qui ước, đưa ra một mô tả tốt hơn về ứng xử đàn hồi-nhớt của cao su không hỗn luyện cũng như cao su hỗn luyện, cao su chưa lưu hóa [14]. Phép đo hồi phục ứng suất Mooney được đề xuất là công cụ kiểm soát chất lượng [4] [5].

Phương pháp với khoảng thời gian ngắn như mô tả trong tiêu chuẩn này là chọn lọc từ các quy trình đánh giá đối với các phép đo hồi phục ứng suất Mooney. Đánh giá trong khoảng thời gian ngắn dẫn đến độ tái lập cao hơn so với việc sử dụng khoảng thời gian kéo dài.

Việc sử dụng khoảng thời gian ngắn, một thông số chính liên quan tới lưu biến cao su có thể nhận được từ các thử nghiệm hồi phục ứng suất Mooney tức là tốc độ hồi phục-ứng suất Mooney (MSR), ví dụ: tốc độ suy giảm của mômen xoắn so với thời gian [16] [17] [18] [19].

Tốc độ hồi phục-ứng suất Mooney cũng được gọi là “độ dốc”, sau đây đôi khi được biểu hiện là một giá trị dương và đôi khi là một giá trị âm. Vì phương pháp mô tả trong tiêu chuẩn này sử dụng khoảng thời gian đánh giá cụ thể và các thông số luôn được quy thành một giá trị dương nên một tên khác biệt mới đã được chọn [6] [7] [8] [15].

Các dữ liệu sẵn có đã cho thấy rằng các phương pháp được mô tả phân biệt các polyme với các phân đoạn trọng lượng phân tử cao khác nhau mặc dù khoảng thời gian đánh giá ngắn.

Cao su chưa lưu hoá – Phương pháp sử dụng nhót kế đĩa trượt – Phần 4: Xác định tốc độ hồi phục ứng suất Mooney

*Rubber, unvulcanized – Determinations using a shearing-disc viscometer –
Part 4: Determination of the Mooney stress-relaxation rate*

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp sử dụng máy đo độ nhót đĩa trượt để đo tốc độ hồi phục ứng suất Mooney (MSR) của cao su chưa lưu hóa, chưa hỗn luyện hoặc đã hỗn luyện và mô tả ứng xử đàn hồi của những vật liệu này đánh giá qua ứng xử của độ nhót sau khi đo độ nhót Mooney.

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 6090-1:2004 (ISO 289-1:1994)¹⁾, *Cao su chưa lưu hóa – Phương pháp sử dụng nhót kế đĩa trượt – Phần 1: Xác định độ nhót Mooney.*

3 Thuật ngữ và định nghĩa

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

3.1

Tốc độ hồi phục ứng suất Mooney – MSR (Mooney stress-relaxation rate)

Giá trị tuyệt đối của độ dốc đường hồi quy tuyến tính của đồ thị logarit (mômen xoắn) với logarit (thời gian) trên một khoảng thời gian xác định sau khi ngừng rôto tại điểm kết thúc phép đo độ nhót Mooney.

CHÚ THÍCH: Phép đo MSR là phép đo hồi phục ứng suất bao gồm phổ thời gian hồi phục rộng và nhạy cảm với cấu trúc polyme trong khoảng thời gian hồi phục nhất định.

¹⁾ Hiện đã có TCVN 6090-1:2010 (ISO 289-1:2005).

4 Nguyên tắc

Thử nghiệm bao gồm xác định sự giảm của mômen xoắn Mooney ngay sau khi xác định độ nhớt Mooney. Sau khi đột ngột ngừng rôto tại cuối phép đo độ nhớt Mooney, sự giảm mômen xoắn được ghi lại là một hàm thời gian. Tốc độ thay đổi mômen xoắn được đánh giá trong một khoảng thời gian ngắn với giả thiết rằng luật năng lượng có hiệu lực, theo các dự đoán lý thuyết [9].

5 Thiết bị, dụng cụ

Sử dụng thiết bị được quy định và hiệu chuẩn theo TCVN 6090-1 (ISO 289-1). Ngoài ra, thiết bị phải có khả năng ngừng quay đĩa trong vòng 0,1 s, cài đặt lại điểm mômen xoắn zero về điểm zero tĩnh đối với rôto đứng yên và ghi lại mômen xoắn ít nhất mỗi 0,2 s sau khi ngừng rôto.

CHÚ THÍCH 1: Có sự khác biệt giữa mômen xoắn zero đối với rôto đứng yên và quay. Cài đặt lại điểm mômen xoắn zero cho rôto quay trước mỗi phép đo. Việc này dẫn đến tín hiệu mômen xoắn âm trong suốt thời gian tiền gia nhiệt như được thấy trong Hình 1.

CHÚ THÍCH 2: Nên sử dụng tấm màng ngăn. Loại polyme và độ dày của tấm màng có ảnh hưởng đến kết quả. Tiêu chuẩn này được xây dựng sử dụng tấm màng polypropylen có độ dày 20 μm , có nhiệt độ của pic DSC là 161 $^{\circ}\text{C}$ (đường cong nhiệt thứ hai).

6 Chuẩn bị mẫu thử

Chuẩn bị mẫu thử để xác định độ nhớt Mooney theo quy định trong TCVN 6090-1 (ISO 289-1).

7 Nhiệt độ và thời gian thử nghiệm

Sử dụng các điều kiện thử nghiệm theo quy định trong TCVN 6090-1 (ISO 289-1).

8 Cách tiến hành

Tiến hành phép thử theo quy trình quy định trong TCVN 6090-1:2004 (ISO 289-1:1994).

Nếu độ nhớt không được ghi liên tục, vẽ đồ thị các giá trị độ nhớt Mooney đã quan sát theo quy định trong TCVN 6090-1 (ISO 289-1).

CHÚ THÍCH 1: Nên sử dụng dụng cụ ghi tự động. Tốt hơn nên sử dụng phần mềm thu dữ liệu chuyên dụng để có thể tính tự động.

Tại cuối thời điểm thử nghiệm độ nhớt, ngừng quay đĩa trong vòng 0,1 s, cài đặt lại điểm mômen xoắn zero về điểm zero tính đối với rôto đứng yên và ghi lại mômen xoắn mỗi lần sau 0,2 s.

CHÚ THÍCH 2 Cần cài đặt lại mômen xoắn về điểm zero tính do điểm zero động học được sử dụng cho thử nghiệm độ nhớt sẽ cho giá trị mômen xoắn âm khi vật liệu hoàn toàn hồi phục khi đĩa đứng yên. Sự hồi phục mômen xoắn đối với hầu hết các polyme nhanh đến mức ngừng rôto, đặt lại điểm zero và ghi mômen xoắn hồi phục phải được kiểm soát tự động.

Dữ liệu hồi phục phải được thu thập bắt đầu từ 1,6 s sau khi rôto ngừng và tiếp tục cho đến 5,0 s sau khi rôto ngừng. Như vậy thường có tổng số 18 điểm dữ liệu. Biểu đồ điển hình của thử nghiệm độ nhớt Mooney theo thử nghiệm hồi phục ứng suất được thể hiện ở Hình 1.

CHÚ THÍCH 3: Việc sử dụng các khoảng thời gian đánh giá khác nhau và/hoặc kế hoạch lấy mẫu khác nhau thu được các giá trị tốc độ hồi phục ứng suất Mooney khác nhau. Các khoảng thời gian đánh giá dài hơn có thể mang lại sai số gia tăng. Điều này là do tỷ lệ tín hiệu trên nhiễu thấp hơn khi thời gian hồi phục tăng. Hầu hết công việc thực hiện để xây dựng tiêu chuẩn này được dựa trên EPDM. Có thể dự báo rằng đối với các polyme khác nhau thì các kết quả đánh giá khác nhau và/hoặc kế hoạch lấy mẫu khác nhau sẽ thích hợp hơn [10] [11]. Khác biệt với tài liệu này phải được nhà cung cấp và khách hàng thỏa thuận và phải được thể hiện trong báo cáo thử nghiệm.

9 Tính và biểu thị kết quả

Phân tích các dữ liệu tốc độ hồi phục ứng suất (dữ liệu mômen xoắn theo thời gian) bao gồm a) xây dựng đồ thị mômen xoắn (đơn vị Mooney) theo thời gian tính bằng giây trong đồ thị loga – loga như được thể hiện ở Hình 2, và b) tính hằng số mô hình định luật năng lượng của hồi phục vật liệu như được thể hiện ở phương trình (1):

$$T = k(t)^\alpha \quad (1)$$

trong đó

T là đơn vị Mooney (mômen xoắn) trong quá trình thử nghiệm hồi phục ứng suất;

k là hằng số bằng mômen xoắn tính bằng đơn vị Mooney 1 s sau khi rôto ngừng;

t là thời gian sau khi rôto ngừng, tính bằng giây;

α là số mũ xác định tỷ lệ hồi phục ứng suất.

Nếu Phương trình (1) được biến đổi bằng cách lấy loga của cả hai vế, thu được phương trình (2):

$$\log T = \alpha(\log t) + \log k \quad (2)$$

Phương trình này có dạng phương trình hồi quy tuyến tính, trong đó α là độ dốc, $\log k$ là giao điểm của đồ thị với trục tung và $\log T$ và $\log t$ tương ứng các biến phụ thuộc và không phụ thuộc. Trong đồ thị của $\log T$ so với $\log t$, như được thể hiện trong Hình 2, độ dốc của đồ thị,

TCVN 6090-4:2013

($\log T/\log t$), bằng α . Giá trị tuyệt đối của độ dốc, $|\alpha|$, được làm tròn đến ba số thập phân là tỷ lệ hồi phục ứng suất Mooney.

Báo cáo kết quả thử nghiệm điển hình theo mẫu sau:

$$\text{MSR} = 0,941 \pm 0,006$$

CHÚ THÍCH: Số 0,006 biểu thị sai số tiêu chuẩn khi được tính là phần của phép phân tích hồi quy. Đây là sự ước lượng sai số ngẫu nhiên trên giá trị MSR và được tính như sau:

$$\sqrt{\frac{\frac{1}{n-2} \sum e_i^2}{\sum (X_i - \bar{X})^2}}$$

trong đó

e_i là sự chênh lệch giữa giá trị đo được và giá trị ước tính dựa trên hồi quy tuyến tính, còn được gọi là số dư;

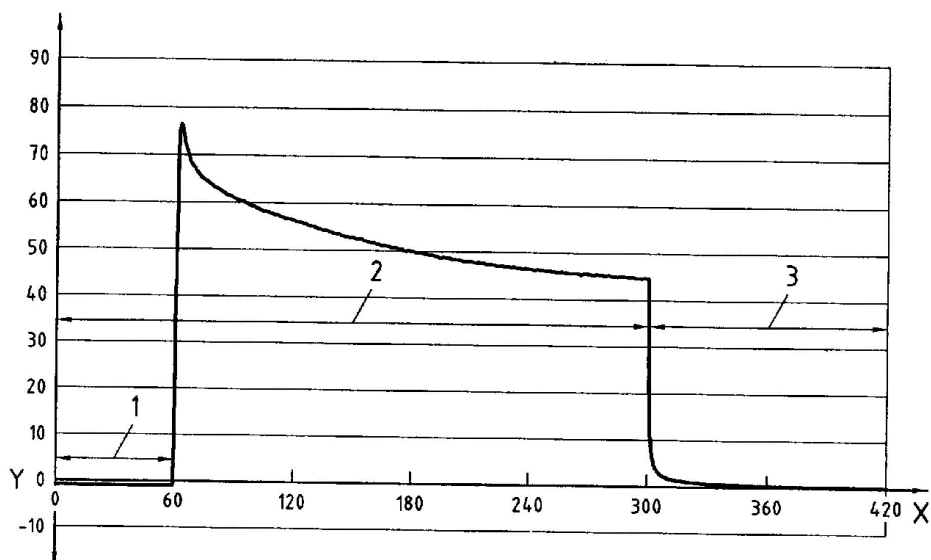
n là số lượng phép đo [12].

MSR phải luôn được báo cáo cùng với độ nhớt Mooney.

10 Báo cáo thử nghiệm

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

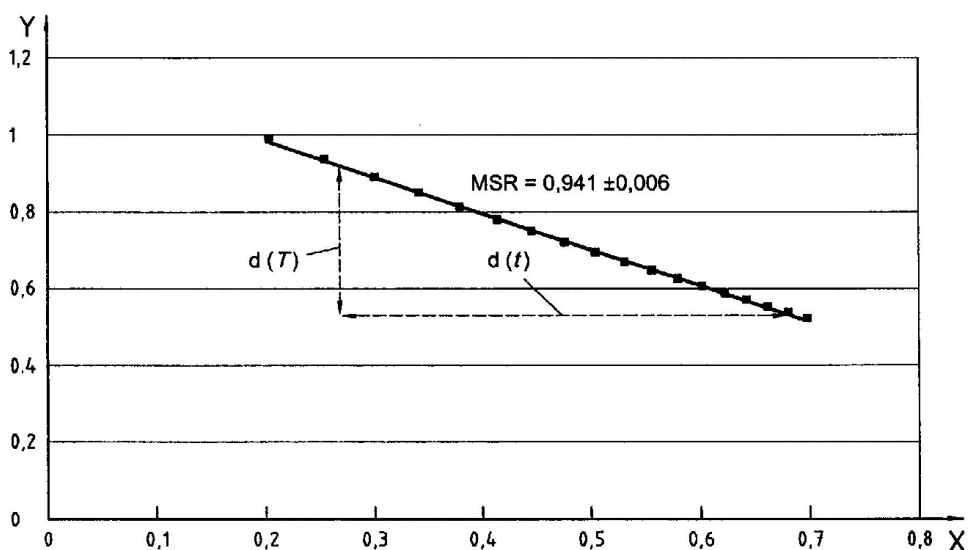
- tất cả thông tin được mô tả trong Điều 10 của TCVN 6090-1:2004 (ISO 289-1:1994);
- viện dẫn tiêu chuẩn này;
- nhà sản xuất và mã hiệu của dụng cụ đo độ nhớt được sử dụng;
- khoảng thời gian hồi phục được sử dụng nếu khoảng thời gian này khác với thời gian được đưa ra tại Điều 8;
- tốc độ hồi phục ứng suất Mooney (MSR) được làm tròn đến ba số thập phân;
- sai số tiêu chuẩn đối với MSR khi được tính là phần của phân tích hồi quy được làm tròn đến ba số thập phân;
- bất kỳ thao tác không quy định trong tiêu chuẩn này hoặc được coi là không bắt buộc.



CHÚ DẪN

- 1 thời gian tiền gia nhiệt
- 2 phần độ nhớt Mooney
- 3 phần hồi phục ứng suất
- X thời gian, t , tính bằng giây (s)
- Y mômen xoắn, T , tính bằng đơn vị Mooney

Hình 1 – Đường cong độ nhớt Mooney với phần hồi phục ứng suất Mooney



$$y = -0,9414x + 1,1724; R^2 = 0,9994; \text{ sai số tiêu chuẩn} = 0,0059$$

X $\log(t)$

Y $\log(T)$

Hình 2 – Thông số tốc độ hồi phục ứng suất Mooney

Phụ lục A

(Tham khảo)

Công bố độ chụm

A.1 Chương trình thử nghiệm

Chương trình thử nghiệm liên phòng (ITP) nhằm đánh giá độ chụm đối với tốc độ hồi phục ứng suất Mooney được thực hiện năm 2001, sử dụng quy trình và hướng dẫn như được mô tả trong ISO/TR 9272.

ITP được thực hiện với 14 polyme. Polyme 1 đến 6 là vật liệu loại EPDM và polyme 7 đến 14 là vật liệu không phải EPDM. Một số chi tiết trên những polyme này được liệt kê trong Bảng A.1. Sáu phòng thử nghiệm tham gia ITP và độ chụm loại 1 được đánh giá đối với tốc độ hồi phục ứng suất Mooney, với một phép đo trên ba ngày thử riêng biệt trong thời gian hai tuần.

Các kết quả độ chụm xác định bằng ITP có thể không được áp dụng cho phép thử chấp nhận hoặc loại bỏ đối với bất kỳ nhóm vật liệu hoặc sản phẩm nào nếu không chứng tỏ được rằng kết quả đánh giá độ chụm này thực sự áp dụng được cho các sản phẩm hoặc vật liệu được thử nghiệm.

A.2 Kết quả

A.2.1 Tổng quát

Các kết quả độ chụm được đưa ra trong Bảng A.1, đối với mỗi polyme trong số 14 polyme, ở đó các giá trị độ chụm được phân ra theo từng loại bởi tốc độ hồi phục ứng suất trung bình. Báo cáo độ lặp lại và độ tái lập được đưa ra trong A.2.2 và A.2.3.

A.2.2 Độ lặp lại

Độ lặp lại, hoặc độ chụm phạm vi cục bộ, của phương pháp thử này đã được thiết lập bằng các giá trị được thể hiện trong Bảng A.1, đối với từng polyme được liệt kê. Hai kết quả thử đơn lẻ (đạt được bằng việc sử dụng thích hợp tiêu chuẩn này) nếu khác nhiều hơn so với giá trị lặp bằng đối với r , tính bằng đơn vị Mooney và (r), tính bằng phần trăm, thì cần phải được xem xét, nghĩa là tính đến các tập hợp khác. Quyết định như vậy hàm ý rằng cần thực hiện một số hành động điều tra thích hợp.

Tổng quát, độ lặp lại (r) trong khoảng 1 % đến 6 %. Ở giá trị trung bình, các vật liệu không phải EPDM có độ lặp lại tốt hơn các vật liệu EPDM.

A.2.3 Độ tái lập

Độ tái lập, hoặc độ chụm phạm vi toàn thể, của phương pháp thử này đã được thiết lập bằng các giá trị được thể hiện trong Bảng A.1, đối với từng polyme được liệt kê. Hai kết quả thử nghiệm đơn lẻ đạt được tại các phòng thử nghiệm khác nhau (sử dụng thích hợp tiêu chuẩn này) nếu khác nhiều hơn so với giá trị lập bằng đối với R , tính bằng đơn vị Mooney và (R), tính bằng phần trăm, cần phải được xem xét, nghĩa là tính đến các tập hợp khác. Quyết định như vậy hàm ý rằng cần thực hiện một số hành động điều tra thích hợp.

Độ tái lập (R), trong khoảng 3 % đến 8 %, với một ngoại trừ - EPDM-5, có giá trị 16 %. Đường như không có sự khác biệt về độ tái lập tổng thể đối với hai loại polyme.

A.3 Thỏa thuận liên phòng thử nghiệm

Mặc dù tất cả các phòng thử nghiệm có sự nhất trí đối với giá trị độ dốc trung bình cho tất cả 14 polyme (chỉ có một trường hợp ngoại lệ), hai phòng thử nghiệm đưa ra các giá trị nằm ngoài (tại mức đáng kể 5 %) đối với độ lệch chuẩn trong phòng thử nghiệm cho một số polyme. Những giá trị nằm ngoài này được thay thế bằng các giá trị thay thế đặc biệt theo quy trình được nêu trong ISO/TR 9272. Đối với ITP có số lượng tối thiểu phòng thử nghiệm tham gia (nghĩa là 6 phòng thử nghiệm) xử lý các giá trị nằm ngoài bằng cách xóa bỏ, giảm bậc tự do đối với giá trị độ chụm và vì vậy ảnh hưởng nghiêm trọng đến độ chụm cuối cùng. Do vậy, đối với bất kỳ ITP nào có số lượng phòng thử nghiệm tham gia tối thiểu, phải thay thế giá trị nằm ngoài. Lựa chọn này thay thế các giá trị nằm ngoài bằng các giá trị thấp hơn, đối với các giá trị trung bình hoặc độ lệch chuẩn như khi đạt được bằng quy trình đặc biệt mà duy trì đặc tính phân bố cơ sở dữ liệu như chương trình thực hiện.

A.4 Độ chệch

Độ chệch là sự chênh lệch giữa giá trị thử nghiệm với giá trị chuẩn hoặc giá trị thực. Các giá trị chuẩn không tồn tại đối với phương pháp thử nghiệm này, do vậy không thể xác định độ chệch.

Bảng A.1 – Loại 1: Độ chụm đối với tốc độ hồi phục ứng suất Mooney

Polyme	ML	MSR							Số phòng thử nghiệm
	Mức trung bình	Mức trung bình	Trong cùng phòng thử nghiệm			Giữa các phòng thử nghiệm			
			s_r	r	(r)	s_R	R	(R)	
EPDM-1	76,9	0,393	0,001 3	0,003 7	0,95	0,004 9	0,013 7	3,49	6
EPDM-2	72,8	0,447	0,001 5	0,004 1	0,91	0,005 1	0,014 2	3,18	6
EPDM-3	80,2	0,538	0,002 4	0,006 8	1,26	0,006 4	0,017 6	3,31	6
EPDM-4	55,5	0,750	0,010 7	0,030 1	4,01	0,016 1	0,045 1	6,01	6
EPDM-5	24,5	0,750	0,012 6	0,035 2	4,69	0,042 5	0,119 1	15,88	6
EPDM-6	46,7	0,931	0,018 8	0,052 7	5,66	0,024 9	0,069 6	7,48	6
IIR-1	78,2	0,234	0,002 2	0,006 2	2,64	0,003 3	0,009 2	3,95	5
IIR-2	51,7	0,623	0,004 7	0,013 2	2,12	0,007 1	0,020 0	3,21	5
SBR 1712	54,2	0,334	0,002 1	0,005 9	1,77	0,004 1	0,011 5	3,45	6
SBR 1500	49,6	0,415	0,002 7	0,007 7	1,86	0,006 9	0,019 2	4,64	6
NBR-1	77,9	0,343	0,002 4	0,006 7	1,95	0,005 1	0,014 2	4,13	6
NBR-2	81,6	0,373	0,001 1	0,003 1	0,84	0,005 2	0,014 5	3,88	6
NBR-3	30,7	0,424	0,004 8	0,013 5	3,18	0,011 9	0,033 2	7,84	6
NBR-4	32,3	0,571	0,003 7	0,010 5	1,83	0,016 0	0,044 9	7,87	6

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

r là độ lặp lại (tính bằng đơn vị Mooney)

(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 giữa dao động phòng thử nghiệm tính bằng đơn vị Mooney)

R là độ tái lập (tính bằng đơn vị Mooney)

(R) là độ tái lập (tính bằng phần trăm mức trung bình)

Thư mục tài liệu tham khảo

- [1] HEYRMAN, J., *Quality requirements, increasing pressure on raw materials suppliers*, Proceedings of the international conference – Various aspects of ethylene propylene based polymers, Leuven, April 16 – 17, 1991, pp. XXIV/6
- [2] BREEMHAAR, W., KOOPMANN, R., MARKERT, J. and NOORDERMEER, J., *Comparative Evaluation of Various Processability Test Methods on Four Classes of Raw Rubber*, Kautschuk + Gummi – Kunststoffe, **46** (1993) pp. 957 – 967
- [3] STRUIK, L.C.E., *On Mooney Viscosity and Mooney Stress Relaxation I*, Journal of Applied Polymer Science, **74** (1999) pp. 1207 – 1219
- [4] FRIEDERSDORF, C.B. and DUVDEVANI, I., *The Application of Mooney Stress Relaxation to Quality Control of Elastomers*, Rubber World, **211 – 4** (1995) pp. 30 – 34
- [5] VISSER, G.W. and AMERICA, R.J.H., *Advances in Product Consistency. Mooney Stress Relaxation as a Quality Control Tool*, 8th international seminar on elastomers, Le Mans, May 11th, 2001
- [6] KOOPMAN, R. and KRAMER, H., *Improvement of Standard Rheological Test for Better Material Characterization*, Journal of Testing and Evaluation, **12** (1984) pp. 407 – 414
- [7] BURHIN, H.G. and SPREUTELS, W., *MV2000 Mooney Viscometer: Mooney Relaxation Measurements on Raw Polymers and Compounded Rubber Stocks*, Kautschuk + Gummi – Kunststoffe, **43** (1990) pp. 431 – 436
- [8] DI MAURO, A., DE RUDDER, P.J. and ETIENNE, J.P., *New rheometer and Mooney technology*, Rubber World, January, **201 – 4** (1990) pp. 25 – 31 and 57
- [9] MOGHE, S.R., *Dynamic Stress Relaxometer, a new Processability Instrument*, Rubber Chemistry and Technology, **49** (1976) pp. 247 – 257
- [10] VENNEMANN, N. and LÜPFERT, S., *Mooney – relaxationsprüfung mit FFT – Analyse*, Kautschuk + Gummi – Kunststoffe, **44** (1991) pp. 270 – 282
- [11] For IIR see DUVDEVANI, I., *Processability by Mooney Relaxation for Isobutylene Elastomers*, Rubber World, **217 – 4** (1998) pp. 18 – 21
- [12] DRAPER, N.R and SMITH, H., *Applied regression analysis*, second edition, ISBN 0 – 471 – 02995 – 5, John Wiley & Sons, New York, 1981, pp. 8 – 23
- [13] ISO/TR 9272:1986, *Rubber and rubber products – Determination of precision for test method standards*

- [14] LEBLANC, J.L., *Stress relaxation related to rubber processability*, European Rubber Journal, February, 1980, pp. 20 – 28
- [15] MALE, F.J., *Mooney stress testing for SBR processability*, Rubber World, **215 – 2** (1996) pp. 39 – 42
- [16] MEIJERS, P.W.L.J., MAAG, L.R., BEELEN, H.J.H. and VAN DE VEN, P.M., *Advances in EPDM Production Technology: Controlled long chain Branching as the key to improved product performance and consistency*, Kautschuk + Gummi – Kunststoffe, **52** (1999) pp. 663 – 669
- [17] BEELEN, H.J.H., MAAG, L.R. and NOORDERMEER, J.W.M., *Understanding the Influence of Polymer and Compounding Variations on the Extrusion Behaviour of EPDM Compounds*, ACS Rubber Division Autumn Meeting, 1997 Cleveland, OH paper 61
- [18] BEELEN, H.J.H., *High Performance EPDM Polymers Based on Controlled Long Chain Branching* *High Performance EPDM Polymers Based on Controlled Long Chain Branching*, Kautschuk + Gummi – Kunststoffe, **52** (1999), pp. 406 – 412
- [19] STELLA, G. and WOUTERS, G., *The influence of EP polymer structure on production efficiency*, IRC 2000 Helsinki
-