

TCVN

TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

**TCVN 8494:2010
ISO 2930:2009**

Xuất bản lần 4

**CAO SU THIÊN NHIÊN THÔ –
XÁC ĐỊNH CHỈ SỐ DUY TRÌ ĐỘ DẼO (PRI)**

Rubber, raw natural – Determination of plasticity retention index (PRI)

HÀ NỘI - 2010

Lời nói đầu

TCVN 8494:2010 thay thế cho TCVN 6092-1:2004.

TCVN 8494:2010 hoàn toàn tương đương với ISO 2930:2009.

TCVN 8494:2004 do Tiểu Ban kỹ thuật tiêu chuẩn quốc gia TCVN/TC45/SC2 Cao su – Phương pháp thử biên soạn, Tổng cục Tiêu chuẩn Đo lường Chất lượng đề nghị, Bộ Khoa học và Công nghệ công bố.

Cao su thiên nhiên thô – Xác định chỉ số duy trì độ dẻo (PRI)

Rubber, raw natural – Determination of plasticity retention index (PRI)

CẢNH BÁO: Những người sử dụng tiêu chuẩn này phải có kinh nghiệm làm việc trong phòng thí 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 khoẻ phù hợp với các qui định pháp lý hiện hành.

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp xác định chỉ số duy trì độ dẻo (PRI) đối với cao su thiên nhiên thô.

PRI là thước đo độ bền của cao su thô thiên nhiên đối với sự oxy hóa nhiệt. Chỉ số này cao thể hiện độ bền chịu oxy hóa nhiệt cao.

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

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

3 Nguyên tắc

Trị số độ dẻo nhanh của mẫu thử chưa già hóa và mẫu thử đã già hóa bằng gia nhiệt trong tủ sấy tại 140 °C được xác định bằng cách sử dụng máy đo độ dẻo có đĩa ép song song với đường kính đĩa 10 mm và theo cách tiến hành quy định trong TCVN 8493 (ISO 2007).

Chỉ số PRI là tỷ số của trị số độ dẻo nhanh trước và sau khi gia nhiệt nhân với 100.

4 Thiết bị, dụng cụ

4.1 Máy đo độ dẻo có đĩa ép song song, đường kính đĩa 10 mm, như quy định trong TCVN 8493 (ISO 2007).

4.2 Dụng cụ ép và cắt mẫu, có khả năng ép phần vật liệu được thử đến một độ dày khoảng 3 mm và cắt thành một đĩa tròn với đường kính xấp xỉ 13 mm để chuẩn bị mẫu thử, theo TCVN 8493 (ISO 2007).

4.3 Đồng hồ đo độ dày, có vạch chia đến 0,01 mm, được gắn với một mặt phẳng tiếp xúc đường kính 10 mm và hoạt động với một áp lực là (20 ± 3) kPa.

4.4 Máy cân luyên phòng thí nghiệm, phù hợp với yêu cầu trong ISO 2393, nhưng với các đặc tính sau:

- đường kính trục 150 mm đến 250 mm;
- tốc độ tuyến tính của trục sau (nhận) $(14,6 \pm 0,5)$ m/min;
- tỷ số tốc độ trục cân 1 : 1,4;
- nhiệt độ (27 ± 3) °C;
- chiều dài trục giữa các thanh dẫn (265 ± 15) mm.

4.5 Tủ sấy, đáp ứng các yêu cầu sau ở 140 °C:

- Nhiệt độ ở những vùng xung quanh mẫu thử có thể kiểm soát được trong khoảng $\pm 0,2$ °C trong suốt chu kỳ 30 min. (Một vài tủ sấy không thể thực hiện dung sai nhiệt độ chặt chẽ như vậy và có thể yêu cầu một dung sai nhiệt độ $\pm 0,5$ °C. Dung sai rộng hơn này có thể làm ảnh hưởng đến độ chính xác của phép thử. Nếu một tủ sấy có dung sai $\pm 0,5$ °C được sử dụng, phải được nêu rõ điều này trong báo cáo thử nghiệm).
- Khi đặt khay chứa đĩa vào trong tủ sấy, nhiệt độ của tủ sấy sẽ được phục hồi và nhiệt độ của khay có đĩa sẽ tăng lên 1 °C so với nhiệt độ định sẵn trong vòng 2 min.
- Không khí phải được thay đổi mười lần trong một giờ.

4.6 Đĩa và khay nhôm nhẹ, với nhiệt dung thấp. Tổng khối lượng của khay và đĩa không quá 35 g, thể tích của chúng không quá 5 % thể tích của buồng sấy. Đĩa có đường kính 40 mm đến 50 mm được làm từ tấm kim loại có chiều dày 0,2 mm được coi là phù hợp.

4.7 Giấy tissue, như mô tả trong TCVN 8493 (ISO 2007) hoặc giấy cuộn thuốc lá loại 22 g/m² được cắt thành hai mảnh bằng nhau (xấp xỉ 30 mm x 45 mm).

5 Cách tiến hành

5.1 Chuẩn bị mẫu thử

Đồng nhất mẫu cao su thô theo TCVN 6086 (ISO 1795). Lấy phần mẫu thử (20 ± 2) g từ mẫu đã đồng nhất và cho ép hai lần qua trục của máy cán (4.4) ở nhiệt độ (27 ± 3) °C (gấp đôi tấm mẫu giữa những lần cán) và điều chỉnh khe hở giữa hai trục cán sao cho tấm cuối cùng có chiều dày khoảng 1,7 mm.

Để nhận được một tờ cao su phẳng từ tờ cao su cũ, cần qua ba lần cán, phải ghi lại điều này trong báo cáo thử nghiệm.

Gấp đôi ngay tấm mẫu để tạo kết cấu đồng nhất và tránh tạo lỗ hổng, dùng tay ép nhẹ nhàng hai nửa tấm, tránh hình thành bọt khí.

Dùng dụng cụ ép và cắt mẫu (4.2) cắt tấm mẫu thử đã gấp đôi như quy định trong TCVN 8493 (ISO 2007) và đo chiều dày của chúng bằng đồng hồ đo (4.3) cho đến khi thu được sáu mảnh với chiều dày ($3,4 \pm 0,4$) mm. Chia một cách ngẫu nhiên những mảnh này thành hai bộ, mỗi bộ ba mẫu; một bộ để thử độ dẻo trước khi già hóa và bộ còn lại để thử độ dẻo sau khi già hóa.

Việc chuẩn bị mẫu thử như đã mô tả ở trên cần tiến hành một cách cẩn thận vì chiều dày của tấm mẫu sẽ ảnh hưởng đến chỉ số PRI. Để điều chỉnh khe hở giữa hai trục cán theo đúng yêu cầu, phải thử nghiệm sơ bộ. Khe hở này sẽ thay đổi tùy thuộc vào cao su và máy cán. Nếu không nhận được sáu mẫu thử với chiều dày yêu cầu ở trên, phải chuẩn bị một tấm gấp đôi khác.

5.2 Già hóa

Trước khi bắt đầu sự già hóa, kiểm tra nhiệt độ của tủ sấy (4.5) để đảm bảo rằng nó sẽ ổn định ít nhất trong 5 min.

Để chắc chắn rằng tất cả các mẫu thử được già hóa ở đúng nhiệt độ, tủ sấy không được chất quá tải vì điều này gây ra sự giảm đáng kể nhiệt độ và kéo dài và dẫn đến nhiệt độ không đồng đều (xem 4.5).

TCVN 8494:2010

Đặt nhanh khay (4.6) vào trong tủ sấy, đóng cửa tủ sấy và bắt đầu tính thời gian. Cần thận đặt đĩa và khay vào vùng đã hiệu chuẩn của tủ sấy. Kiểm tra rằng nhiệt độ đúng được nhanh chóng phục hồi và duy trì (xem 4.5).

Sau $(30 \pm 0,25)$ min, lấy khay ra khỏi tủ sấy và đĩa ra khỏi khay. Để nguội chúng đến nhiệt độ tiêu chuẩn phòng thí nghiệm.

5.3 Xác định độ dẻo

Tiến hành xác định nhanh độ dẻo ba lần như quy định trong TCVN 8493 (ISO 2007), sử dụng thiết bị với đĩa có đường kính 10 mm được quy định ở 4.1, trước tiên trên mẫu thử chưa già hóa và sau đó trên mẫu thử đã già hóa.

Nhiệt độ phòng thử nghiệm phải phù hợp với 3.1 trong TCVN 1592 (ISO 23529).

Thông thường, phép xác định này được tiến hành ít nhất 0,5 h và không quá 2 h sau khi già hóa, với điều kiện là mẫu thử được để nguội đến nhiệt độ phòng. Việc xác định độ dẻo trên mẫu thử đã già hóa và chưa già hóa tốt nhất nên tiến hành đồng thời và sử dụng cùng một loại giấy. Trị số độ dẻo nhanh phải được đọc chính xác đến 0,5 đơn vị (1 đơn vị tương ứng 10 μm).

6 Biểu thị kết quả

Sử dụng giá trị trung vị của trị số độ dẻo nhanh của ba mẫu thử chưa già hóa và ba mẫu thử đã già hóa để tính PRI theo công thức:

$$\text{PRI} = \frac{\text{Trị số độ dẻo nhanh đã già hóa}}{\text{Trị số độ dẻo nhanh chưa già hóa}} \times 100$$

Làm tròn kết quả đến số nguyên gần nhất.

7 Độ chụm

Xem Phụ lục A.

8 Báo cáo thử nghiệm

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

- Viện dẫn tiêu chuẩn này;
- Các thông tin cần thiết để nhận biết mẫu thử một cách đầy đủ;
- Trị số độ dẻo trung vị đối với mẫu thử chưa già hóa và mẫu thử đã già hóa từ mỗi mẫu thử;

- d) Chỉ số PRI đối với mỗi mẫu thử;
- e) Loại tủ sấy được sử dụng;
- f) Dung sai nhiệt độ của tủ sấy;
- g) Ngày thử nghiệm;
- h) Người tiến hành thử nghiệm;
- g) Các thao tác khác với quy định của tiêu chuẩn này hoặc tiêu chuẩn được viện dẫn và các thao tác được coi là tùy chọn.

Phụ lục A

(tham khảo)

Công bố độ chụm đối với chỉ số duy trì độ dẻo

A.1 Cơ sở

Chương trình thử nghiệm liên phòng (ITP) để xác định độ chụm của phương pháp quy định trong tiêu chuẩn này được tiến hành vào năm 2007, sử dụng các quy trình và hướng dẫn mô tả trong ISO/TR 9272.

ITP được tiến hành trên hai loại vật liệu có các chỉ số duy trì độ dẻo khác nhau.

Chín phòng thử nghiệm tham gia trong ITP và được đánh giá theo độ chụm loại 1. Kết quả thử nghiệm được lấy theo giá trị trung bình của năm phép xác định tái lập thực hiện trong mỗi ngày của hai ngày thử riêng biệt và độ chụm được tính sử dụng các giá trị trung bình này (mỗi độ chụm trong từng ngày thử) là các kết quả thử nghiệm. Đối với mỗi phép xác định tái lập, trị số độ dẻo trung bình được tính từ ba mẫu thử chưa già hóa và ba mẫu thử đã già hóa.

Không nên áp dụng kết quả độ chụm nhận được theo ITP này để chấp nhận hay loại bỏ kết quả thử nghiệm của nhóm vật liệu hoặc sản phẩm bất kỳ mà không có tài liệu minh chứng rằng các kết quả nhận được từ ITP thực sự áp dụng được đối với sản phẩm hoặc vật liệu được thử.

A.2 Kết quả độ chụm

A.2.1 Khái quát

Đối với mỗi vật liệu trong hai vật liệu được thử, kết quả độ chụm được nêu trong Bảng A.1. Các kết quả này nhận được bằng cách sử dụng các quy trình thay thế ngoại lai và các quy trình xóa bỏ ngoại lai mô tả trong ISO/TR 9272:2005. Công bố chung về việc sử dụng kết quả độ chụm được nêu trong A.2.2 và A.2.3. Các công bố này nêu cả độ chụm tuyệt đối r và R lẫn độ chụm tương đối (r) và (R).

A.2.2 Độ lặp lại

Độ lặp lại, hoặc độ chụm phạm vi cục bộ, đối với từng vật liệu được nêu trong Bảng A.1. Hai kết quả thử nghiệm trung bình đơn lẻ nhận được trong phòng thử nghiệm giống nhau (sử dụng thích hợp tiêu chuẩn này) khác hơn so với các giá trị r trong bảng, tính bằng đơn vị đo và (r) tính bằng phần trăm, nên được coi như là đáng ngờ, có nghĩa là xuất phát từ tập hợp khác và đề nghị kiểm tra thích hợp.