

TCVN 5320-1:2016

ISO 815-1:2014

Xuất bản lần 2

**CAO SU LƯU HOÁ HOẶC NHIỆT DẸO -
XÁC ĐỊNH BIẾN DẠNG DƯ SAU KHI NÉN -
PHẦN 1: PHÉP THỬ Ở NHIỆT ĐỘ MÔI TRƯỜNG
HOẶC NHIỆT ĐỘ NÂNG CAO**

Rubber, vulcanized or thermoplastic -

Determination of compression set - Part 1: At ambient or elevated temperatures

HÀ NỘI - 2016

Mục lục

	Trang
Lời nói đầu	4
1 Phạm vi áp dụng	5
2 Tài liệu viện dẫn	6
3 Nguyên tắc	6
4 Thiết bị, dụng cụ	6
5 Hiệu chuẩn	8
6 Mẫu thử	8
6.1 Kích thước	8
6.2 Chuẩn bị	9
6.3 Số lượng các mẫu thử	9
6.4 Khoảng thời gian giữa sản xuất và thử nghiệm	9
6.5 Ổn định	10
7 Điều kiện thử nghiệm	10
7.1 Thời gian thử	10
7.2 Nhiệt độ thử nghiệm	10
8 Cách tiến hành	11
8.1 Chuẩn bị bộ dụng cụ ép	11
8.2 Đo độ dày	11
8.3 Cách ép	11
8.4 Bắt đầu thử nghiệm	11
8.5 Kết thúc thử nghiệm	11
8.6 Kiểm tra bên trong	12
9 Biểu thị kết quả	12
10 Độ chụm	13
11 Báo cáo thử nghiệm	13
Phụ lục A (tham khảo) Độ chụm	14
Phụ lục B (quy định) Kế hoạch hiệu chuẩn	16
Thư mục tài liệu tham khảo	19

Lời nói đầu

TCVN 5320-1:2016 thay thế cho TCVN 5320-1:2008.

TCVN 5320-1:2016 hoàn toàn tương đương với ISO 815-1:2014.

TCVN 5320-1:2016 do Ban kỹ thuật tiêu chuẩn quốc gia TCVN/TC45 Cao su và sản phẩm cao su biên soạn, Tổng cục Tiêu chuẩn Đo lường Chất lượng đề nghị, Bộ Khoa học và Công nghệ công bố.

Bộ TCVN 5320 (ISO 815) Cao su lưu hóa hoặc nhiệt dẻo – Xác định biến dạng dư sau khi nén, gồm các tiêu chuẩn sau:

- TCVN 5320-1:2016 (ISO 815-1:2014) Phần 1: Phép thử ở nhiệt độ môi trường hoặc nhiệt độ nâng cao;
- TCVN 5320-2:2016 (ISO 815-2:2014) Phần 2: Phép thử ở nhiệt độ thấp.

Cao su lưu hóa hoặc nhiệt dẻo -

Xác định biến dạng dư sau khi nén -

Phần 1: Phép thử ở nhiệt độ môi trường hoặc nhiệt độ nâng cao

Rubber, vulcanized or thermoplastic – Determination of compression set –

Part 1: At ambient or elevated temperatures

CẢNH BÁO 1: 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, nếu có. 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 pháp lý hiện hành.

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

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này quy định các phương pháp xác định các đặc tính biến dạng dư sau khi nén của cao su lưu hóa và cao su nhiệt dẻo ở nhiệt độ môi trường (một phương pháp) hoặc ở nhiệt độ nâng cao (ba phương pháp: A, B và C, phụ thuộc vào cách mẫu thử được lấy ra ở cuối phép thử).

Phương pháp này được dùng để đánh giá khả năng duy trì các tính chất đàn hồi của cao su có độ cứng nằm trong khoảng từ 10 IRHD đến 95 IRHD sau khi chịu nén trong thời gian dài ở trạng thái nén không đổi (thường là 25 %) dưới một trong các hệ điều kiện khác nhau được mô tả ở nhiệt độ quy định. Đối với cao su có độ cứng danh nghĩa 80 IRHD và lớn hơn, trạng thái nén thấp hơn được sử dụng: 15 % đối với độ cứng danh nghĩa từ 80 IRHD đến 89 IRHD và 10 % đối với độ cứng danh nghĩa từ 90 IRHD đến 95 IRHD.

CHÚ THÍCH 1: Khi cao su được giữ ở điều kiện nén, những biến đổi vật lý hoặc hóa học có thể xảy ra ngăn cản cao su trở về các kích thước ban đầu của nó sau khi giải phóng lực biến dạng. Kết quả là biến dạng dư, độ lớn của nó phụ thuộc vào thời gian và nhiệt độ nén cũng như vào thời gian, nhiệt độ và điều kiện phục hồi. Ở nhiệt độ nâng cao, các biến đổi hóa học trở nên càng quan trọng và dẫn đến biến dạng dư vĩnh cửu.

CHÚ THÍCH 2: Các phép thử biến dạng dư sau khi nén ở khoảng thời gian ngắn, thường trong khoảng 24 h, ở nhiệt độ cao thường được sử dụng là phương pháp đánh giá tình trạng lưu hóa, nghĩa là để phân loại vật liệu và đặc điểm kỹ thuật để đảm bảo chất lượng của hợp chất. Các phép thử ở khoảng thời gian dài hơn, thường trong khoảng 1 000 h, ở nhiệt độ nâng cao để xác định mức độ ảnh hưởng của việc già hóa

và thường được sử dụng để dự báo tính năng sử dụng, bao gồm các vật liệu trám kín. Các phép thử trong khoảng thời gian ngắn ở nhiệt độ môi trường chủ yếu cho thấy mức độ ảnh hưởng của biến đổi vật lý (tái định hướng của các mạch phân tử và các chất dẻo).

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 1592:2013 (ISO 23529:2010), *Cao su – Quy trình chung để chuẩn bị và ổn định mẫu thử cho các phép thử vật lý*.

TCVN 2229 (ISO 188), *Cao su lưu hoá hoặc nhiệt dẻo – Phép thử già hoá tăng tốc và độ bền nhiệt*.

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

3 Nguyên tắc

Phần mẫu thử có độ dày xác định được ép ở nhiệt độ phòng thử nghiệm tiêu chuẩn đến mức nén xác định và giữ không đổi trong thời gian quy định ở nhiệt độ phòng thử nghiệm tiêu chuẩn hoặc nhiệt độ nâng cao nhất định. Lực ép được giải phóng và sau khi mẫu thử được để phục hồi ở nhiệt độ phòng thử nghiệm tiêu chuẩn hoặc ở nhiệt độ nâng cao trong thời gian quy định, đo lại độ dày của phần mẫu thử.

4 Thiết bị, dụng cụ

4.1 Bộ dụng cụ ép, bao gồm các tấm ép, các thanh cữ bằng thép và dụng cụ kẹp.

Bộ dụng cụ điển hình được nêu trong Hình 1.

4.1.1 Các tấm ép, bao gồm một cặp tấm thép mạ crom, phẳng, song song, có độ bóng cao, hoặc các tấm làm bằng thép không gỉ có độ bóng cao, mẫu thử được ép giữa các bề mặt tấm.

Các tấm phải:

- đủ cứng để đảm bảo rằng, với phần mẫu thử đang chịu tải, không tấm ép nào cong trên 0,01 mm; và
- có kích cỡ đủ để đảm bảo rằng toàn bộ phần mẫu thử, khi được ép giữa các tấm, nằm hoàn toàn trong tấm.

CHÚ THÍCH: Bề mặt hoàn thiện của các tấm ép có R_a không lớn hơn 0,4 μm cho thấy là phù hợp (xem ISO 4287). Giá trị R_a như vậy có thể đạt được bằng thao tác mài hoặc đánh bóng.

4.1.2 Thanh cữ bằng thép, để tạo ra mức nén cần thiết.

Các thanh cữ phải có kích thước và hình dạng sao cho tránh được sự tiếp xúc với phần mẫu thử bị nén.

Chiều cao của các thanh cữ phải được chọn sao cho mức nén lên mẫu thử là:

- (25 ± 2) % đối với các độ cứng dưới 80 IRHD;
- (15 ± 2) % đối với các độ cứng từ 80 IRHD đến 89 IRHD;
- (10 ± 1) % đối với các độ cứng từ 90 IRHD trở lên.

4.1.3 Dụng cụ kẹp, dụng cụ vít đơn giản thích hợp (xem Hình 1).

4.2 Tủ sấy, phù hợp với các yêu cầu quy định trong TCVN 2229 (ISO 188), phương pháp A hoặc phương pháp B, và có khả năng duy trì bộ dụng cụ ép cùng phần mẫu thử ở nhiệt độ thử nghiệm theo phạm vi dung sai quy định trong 7.2.

CHÚ THÍCH Các kết quả thử nghiệm thu được với các tủ sấy cho phương pháp A có thể khác với các kết quả thu được với các tủ sấy cho phương pháp B.

Thời gian để đạt trạng thái nhiệt độ ổn định phụ thuộc vào loại tủ sấy và nhiệt dung tổng thể của bộ dụng cụ ép. Để thu được các kết quả có thể so sánh được với nhau trong trường hợp nhiệt độ thử nghiệm nâng cao và khoảng thời gian thử 24 h, cần phải đạt trạng thái nhiệt độ ổn định ở phía trong của các phần mẫu thử trong phạm vi dung sai quy định, trong thời gian không quá 3 h.

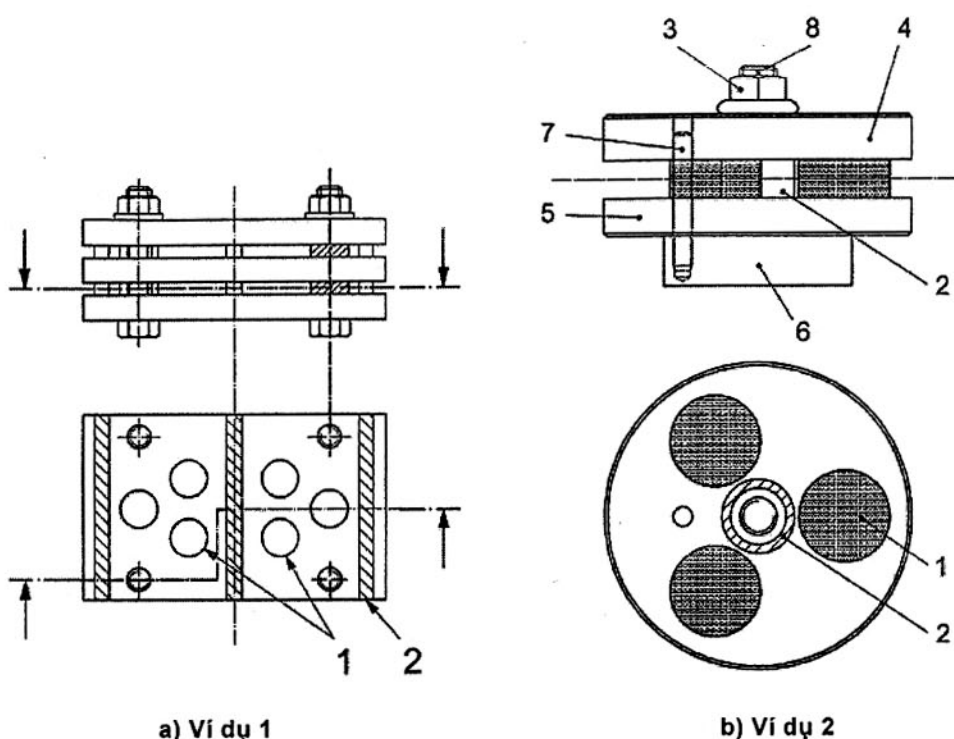
4.3 Kẹp gấp, để thao tác các mẫu thử.

4.4 Dụng cụ đo độ dày, có độ chính xác là $\pm 0,01$ mm [(xem TCVN 1592:2013 (ISO 23529:2010), 7.1)], có chân tròn phẳng với đường kính $4,0 \text{ mm} \pm 0,5 \text{ mm}$ và bàn đế rắn phẳng, dùng áp lực $22 \text{ kPa} \pm 5 \text{ kPa}$ đối với cao su rắn có độ cứng bằng hoặc lớn hơn 35 IRHD hoặc áp lực $10 \text{ kPa} \pm 2 \text{ kPa}$ nếu độ cứng thấp hơn 35 IRHD.

CHÚ THÍCH: Khi sử dụng dụng cụ đo hiện số, thiết bị cần có độ phân giải 0,001 mm để nhận được độ chính xác theo yêu cầu.

Sau khi thử nghiệm ở nhiệt độ nâng cao, đôi khi có những biến dạng không lường trước của mẫu thử. Đặc biệt hơn, hai bề mặt phẳng có thể bị biến dạng gây trở ngại cho việc đo độ dày. Trong trường hợp này, đường kính của dụng cụ đo sử dụng để đo độ dày cần được chọn một cách cẩn thận để cho phép đo chính xác.

4.5 Dụng cụ đếm thời gian, để đo thời gian phục hồi, với độ chính xác là ± 1 s.

**CHÚ DẪN**

- | | | | |
|---|-------------|---|--------------------------------------|
| 1 | các mẫu thử | 5 | tấm dưới |
| 2 | thanh cữ | 6 | phần được tạo ra để kẹp trong mỏ kẹp |
| 3 | đai ốc | 7 | chốt định vị |
| 4 | tấm trên | 8 | vít |

Hình 1 - Các ví dụ về bộ thiết bị để xác định biến dạng dư sau khi nén

5 Hiệu chuẩn

Thiết bị thử nghiệm phải được hiệu chuẩn theo kế hoạch nêu trong Phụ lục B.

6 Mẫu thử

6.1 Kích thước

Các phần mẫu thử phải có một trong hai kích thước, được ký hiệu là dạng A và dạng B:

- Dạng A: đĩa hình trụ có đường kính $29,0 \text{ mm} \pm 0,5 \text{ mm}$ và độ dày $12,5 \text{ mm} \pm 0,5 \text{ mm}$;
- Dạng B: đĩa hình trụ có đường kính $13,0 \text{ mm} \pm 0,5 \text{ mm}$ và độ dày $6,3 \text{ mm} \pm 0,3 \text{ mm}$.

Hai dạng này không nhất thiết phải cho cùng các giá trị biến dạng dư sau khi nén và khi so sánh hỗn hợp này với hỗn hợp khác nên tránh so sánh kết quả thu được của các mẫu thử có kích thước khác nhau.

Các mẫu thử dạng A được ưu tiên để thử nghiệm cao su có biến dạng dư thấp sau khi nén, do có thể đạt được độ chính xác cao hơn khi sử dụng các mẫu thử lớn hơn này.

Các mẫu thử dạng B được ưu tiên khi cần phải cắt mẫu thử từ các sản phẩm. Trong trường hợp này, các mẫu thử được lấy càng gần tâm của sản phẩm càng tốt, trừ khi có quy định khác. Khi có thể, mẫu thử được cắt sao cho trục của nó song song với hướng nén của sản phẩm khi sử dụng.

6.2 Chuẩn bị

Khi có thể, các mẫu thử phải được chuẩn bị bằng cách ép khuôn từng đĩa. Chuẩn bị bằng cách cắt tách từng đĩa hoặc bằng cách ép dính không quá ba đĩa đều được cho phép. Việc sử dụng các mẫu thử được chuẩn bị bằng cách xếp lớp vài đĩa để kiểm tra các sản phẩm cuối cùng phải được thỏa thuận giữa các bên liên quan.

Việc cắt phải được thực hiện theo TCVN 1592:2013 (ISO 23529:2010). Khi xảy ra vấn đề lõm bề mặt (sự hình thành bề mặt lõm lòng chảo), hình dạng mẫu thử được cải thiện bằng cách cắt theo hai giai đoạn: trước hết cắt mẫu thử có kích thước lớn và sau đó cắt bớt đến các kích thước chính xác bằng dao cắt thứ hai.

Các phần mẫu thử dạng lát phải phù hợp với các kích thước quy định trong 6.1 và phải được chuẩn bị bằng cách lạng mỏng các đĩa hoặc cao su cắt từ các tấm không có các chất kết dính. Các đĩa có thể được ép tới vài phần trăm trong 1 min để chúng dính với nhau. Số lượng đĩa xếp thành lớp để tạo thành mẫu thử không được vượt quá ba. Sau đó đo độ dày tổng.

Các mẫu thử được chuẩn bị bằng các phương pháp khác nhau được mô tả trên đây có thể cho các kết quả khác nhau và phải tránh việc so sánh các giá trị đó với nhau.

CHÚ THÍCH: Cần phải chú ý đến những ảnh hưởng đáng kể của tình trạng lưu hóa đến các giá trị biến dạng dư sau khi nén. Có thể cần phải điều chỉnh mức lưu hóa của các mẫu thử được đúc khuôn cho phù hợp để đại diện cho các độ dày khác nhau của các tấm hoặc các vật đúc.

6.3 Số lượng các mẫu thử

Tối thiểu ba mẫu thử phải được thử nghiệm, riêng lẻ hoặc theo bộ mẫu.

6.4 Khoảng thời gian giữa sản xuất và thử nghiệm

Đối với tất cả các mục đích thử nghiệm, thời gian tối thiểu giữa sản xuất và thử nghiệm phải là 16 h.

Đối với các phép thử mẫu không phải là thành phẩm, thời gian tối đa giữa sản xuất và thử nghiệm phải là 4 tuần, và đối với các đánh giá dự định để so sánh, các thử nghiệm, nếu có thể, phải được tiến hành cùng lúc khoảng thời gian.

Đối với các phép thử mẫu là thành phẩm, thử nghiệm ngay khi có thể, thời gian giữa sản xuất và thử nghiệm không được quá 3 tháng. Trong các trường hợp khác, các phép thử được thực hiện trong vòng 2 tháng kể từ ngày người mua nhận sản phẩm [(xem TCVN 1592:2013 (ISO 23529:2010)].

6.5 Ổn định

Mẫu và các mẫu thử phải được bảo vệ tránh ánh sáng và nhiệt càng nhiều càng tốt trong khoảng thời gian giữa sản xuất và thử nghiệm.

Các mẫu thử đã chuẩn bị phải được ổn định ngay trước khi thử nghiệm trong thời gian tối thiểu 3 h ở một trong các nhiệt độ phòng thử nghiệm tiêu chuẩn quy định trong TCVN 1592:2013 (ISO 23529:2010). Nhiệt độ này phải được duy trì trong suốt một phép thử hoặc dãy các phép thử được dự định để so sánh.

Các mẫu thử của cao su nhiệt dẻo phải được ủ trước khi thử nghiệm bằng cách làm nóng trong tủ sấy ở nhiệt độ và trong một thời gian thích hợp với vật liệu để giải phóng ứng suất nội gây ra do quá trình ép. Sau đó chúng phải được ổn định ở nhiệt độ phòng thử nghiệm tiêu chuẩn.

CHÚ THÍCH: 70 °C trong 30 min là thích hợp đối với nhiều vật liệu.

7 Điều kiện thử nghiệm

7.1 Thời gian thử

Thời gian thử phải là 24₋₂⁰ h, 72₋₂⁰ h, 168₋₂⁰ h hoặc các bội số của 168 h, được tính từ thời điểm đặt bộ dụng cụ ép trong tủ sấy (4.2).

7.2 Nhiệt độ thử nghiệm

Nhiệt độ thử nghiệm phải là một trong những nhiệt độ phòng thử nghiệm tiêu chuẩn là 23 °C ± 2 °C hoặc 27 °C ± 2 °C [(xem TCVN 1592:2013 (ISO 23529:2010)] đối với các phép thử ở nhiệt độ môi trường, và một trong các nhiệt độ sau đối với các phép thử ở nhiệt độ nâng cao: 40 °C ± 1 °C; 55 °C ± 1 °C; 70 °C ± 1 °C; 85 °C ± 1 °C; 100 °C ± 1 °C; 125 °C ± 2 °C; 150 °C ± 2 °C; 175 °C ± 2 °C; 200 °C ± 2 °C; 225 °C ± 2 °C hoặc 250 °C ± 2 °C.

CHÚ THÍCH: Khi nhiệt độ tủ sấy được tăng lên, các kết quả ngày càng phụ thuộc vào độ bền nhiệt của cao su. Ở nhiệt độ cao hơn nữa, sự oxy hóa bề mặt của mẫu thử dẫn đến biến dạng dư sau khi nén đo được là đáng kể. Không có mối tương quan đơn giản giữa biến dạng dư sau khi nén đo được ở nhiệt độ nâng cao và biến dạng dư sau khi nén đo được ở nhiệt độ phòng.

8 Cách tiến hành

8.1 Chuẩn bị bộ dụng cụ ép

Với bộ dụng cụ ép (4.1) ở nhiệt độ phòng thử nghiệm tiêu chuẩn, cẩn thận làm sạch các bề mặt làm việc. Phủ một lớp mỏng chất bôi trơn lên các mặt của các tấm ép (4.1.1) sẽ tiếp xúc với các phần mẫu thử. Chất bôi trơn được sử dụng không được có tác động lớn lên cao su trong quá trình thử nghiệm và phải nêu rõ trong báo cáo thử nghiệm (xem Điều 10).

CHÚ THÍCH: Đối với hầu hết các mục đích, silicon hoặc fluorosilicon lỏng có độ nhớt động học danh nghĩa $100 \text{ mm}^2/\text{s}$ ở nhiệt độ phòng thử nghiệm tiêu chuẩn là chất bôi trơn thích hợp.

Nếu vì lý do nào đó chất bôi trơn không được sử dụng, điều đó phải được nêu trong báo cáo thử nghiệm.

8.2 Đo độ dày

Đo độ dày ở tâm của mỗi mẫu thử chính xác đến $0,01 \text{ mm}$, ở nhiệt độ phòng thử nghiệm tiêu chuẩn.

8.3 Cách ép

Đặt mẫu thử giữa hai tấm ép cùng với thanh cữ (4.1.2), tránh tiếp xúc giữa các mẫu thử và các chốt hoặc (các) thanh cữ. Siết chặt dụng cụ kẹp (4.1.3) sao cho các đĩa cùng được kéo đều cho đến khi chúng tiếp xúc với (các) thanh cữ. Mức nén được áp dụng phải là $(25 \pm 2) \%$ độ dày ban đầu của mẫu thử, ngoại trừ đối với các mẫu có độ cứng cao hơn. Đối với những trường hợp đó mức nén được áp dụng phải là $(15 \pm 2) \%$ hoặc $(10 \pm 1) \%$ (xem 4.1.2).

8.4 Bắt đầu thử nghiệm

Nếu các phép thử được tiến hành ở nhiệt độ nâng cao, đưa nhanh bộ dụng cụ ép chứa các mẫu thử vào phần giữa của tủ sấy (4.2) vận hành ở nhiệt độ thử nghiệm (xem 7.2).

Nếu các phép thử được tiến hành ở nhiệt độ môi trường, giữ bộ dụng cụ ép chứa các mẫu thử trong phòng được ổn định nhiệt độ ở nhiệt độ phòng thử nghiệm tiêu chuẩn [(xem TCVN 1592:2013 (ISO 23529:2010)].

8.5 Kết thúc thử nghiệm

8.5.1 Phép thử ở nhiệt độ môi trường

Nếu phép thử được tiến hành ở nhiệt độ môi trường, sau khoảng thời gian thử nghiệm theo yêu cầu (xem 7.1) tháo các mẫu thử ra và chuyển sang bàn gỗ. Để các mẫu thử phục hồi trong $30 \text{ min} \pm 3 \text{ min}$ ở nhiệt độ phòng thử nghiệm tiêu chuẩn và sau đó đo độ dày.

8.5.2 Phép thử ở nhiệt độ nâng cao

Phương pháp A: Sau khoảng thời gian thử nghiệm theo yêu cầu (xem 7.1), lấy bộ dụng cụ ép ra khỏi tủ sấy, ngay lập tức tháo các mẫu thử ra và nhanh chóng chuyển các mẫu thử sang bàn gỗ, để mẫu thử phục hồi trong $30 \text{ min} \pm 3 \text{ min}$ ở nhiệt độ phòng thử nghiệm tiêu chuẩn và sau đó đo độ dày.

Phải sử dụng phương pháp A trừ khi có quy định khác.

Phương pháp B: Sau khoảng thời gian thử nghiệm theo yêu cầu, lấy bộ dụng cụ ép ra khỏi tủ sấy, để bộ dụng cụ nguội đến nhiệt độ phòng thử nghiệm tiêu chuẩn, trong thời gian tối thiểu là 30 min và tối đa là 120 min, sau đó tháo các mẫu thử ra và sau khi để thêm $30 \text{ min} \pm 3 \text{ min}$ nữa ở nhiệt độ phòng thử nghiệm tiêu chuẩn, thì đo độ dày của mẫu.

Phương pháp C: Sau khoảng thời gian thử nghiệm theo yêu cầu, không lấy bộ dụng cụ ép ra khỏi tủ sấy nhưng tháo ngay các mẫu thử ra và giữ chúng trong tủ sấy. Để các mẫu thử phục hồi ở nhiệt độ thử nghiệm trong $30 \text{ min} \pm 3 \text{ min}$ và sau khi để thêm $30 \text{ min} \pm 3 \text{ min}$ nữa ở nhiệt độ phòng thử nghiệm tiêu chuẩn, thì đo độ dày của mẫu.

CHÚ THÍCH: Nhiệt độ của mẫu thử sau khi giải phóng khỏi lực nén có thể có ảnh hưởng đến tốc độ và mức độ phục hồi và do đó ảnh hưởng đến giá trị của biến dạng dư sau khi nén. Sự phục hồi ở nhiệt độ nâng cao nói chung nhanh hơn ở nhiệt độ phòng thử nghiệm tiêu chuẩn và dẫn đến biến dạng dư sau khi nén thấp hơn.

8.6 Kiểm tra bên trong

Sau khi hoàn thành phép thử, cắt các mẫu thử thành hai miếng dọc theo đường kính. Nếu phát hiện bất cứ khuyết tật nào bên trong, như các bọt khí thì lặp lại thử nghiệm.

9 Biểu thị kết quả

Biến dạng dư sau khi nén được biểu thị theo phần trăm của mức nén ban đầu, được tính theo công thức (1):

$$\frac{h_0 - h_1}{h_0 - h_s} \times 100 \quad (1)$$

trong đó

h_0 là độ dày ban đầu của mẫu thử, tính bằng milimet;

h_1 là độ dày của mẫu thử sau khi phục hồi, tính bằng milimet;

h_s là chiều cao của thanh cữ, tính bằng milimet.

Báo cáo kết quả chính xác đến 1 %.

10 Độ chụm

Xem Phụ lục A.

11 Báo cáo thử nghiệm

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

a) chi tiết mẫu:

- 1) bản mô tả mẫu đầy đủ và xuất xứ của mẫu,
- 2) hỗn hợp và các chi tiết lưu hóa, nếu có,
- 3) phương pháp chuẩn bị mẫu thử, ví dụ được ép khuôn hay cắt;

b) phương pháp thử nghiệm:

- 1) viện dẫn đầy đủ cho phương pháp thử nghiệm được sử dụng, tức là số hiệu của tiêu chuẩn này,
- 2) loại mẫu thử được sử dụng, tức là A hoặc B, và có là tấm dạng lát hay không,
- 3) phương pháp làm nguội được sử dụng sau khi thử nghiệm, tức là A, B hoặc C, và thời gian làm nguội chính xác đối với phương pháp B,
- 4) bản chất của chất bôi trơn được sử dụng,
- 5) các mẫu thử được thử nghiệm riêng lẻ hay theo bộ;

c) các chi tiết của thử nghiệm:

- 1) nhiệt độ phòng thử nghiệm tiêu chuẩn được sử dụng,
- 2) nhiệt độ và các thời gian ổn định và phục hồi,
- 3) thời gian và nhiệt độ thử nghiệm,
- 4) mức nén được sử dụng,
- 5) các chi tiết về mọi qui trình không quy định trong tiêu chuẩn này ;

d) các kết quả thử nghiệm:

- 1) số lượng các mẫu thử được sử dụng,
- 2) độ dày ban đầu của các mẫu thử, nếu yêu cầu,
- 3) độ dày của các mẫu thử sau khi phục hồi, nếu yêu cầu,
- 4) giá trị trung bình của biến dạng dư sau khi nén và của các kết quả thử nghiệm riêng lẻ;

e) ngày thử nghiệm.

Phụ lục A

(tham khảo)

Độ chụm

A.1 Khái quát

Tính toán độ chụm để biểu diễn độ lặp lại và độ tái lập được thực hiện theo ISO/TR 9272. Tra cứu tiêu chuẩn này để biết các khái niệm và danh pháp của độ chụm.

A.2 Chi tiết độ chụm

A.2.1 Chương trình thử nghiệm liên phòng thí nghiệm (ITP) được tổ chức năm 1986 bởi Phòng thí nghiệm Nghiên cứu và Kiểm tra cao su và nhựa nhiệt dẻo - Laboratoire de Recherches et de Contrôle du Caoutchouc et des Plastiques (LRCCP). Ba vật liệu (hỗn hợp cao su lưu hóa) được sử dụng: SBR, NBR và EPDM.

Các mẫu thử được phân bổ cho tất cả các phòng thí nghiệm và được thử nghiệm ở 100 °C theo tiêu chuẩn này.

A.2.2 Các mẫu thử cả hai dạng A và dạng B được sử dụng.

A.2.3 Các phép thử được tiến hành trong 24 h ở mức nén 25 % trên ba mẫu thử. Giá trị trung bình của biến dạng dư sau khi nén được sử dụng làm "kết quả thử nghiệm". Biến dạng dư sau khi nén được đo sau thời gian phục hồi 30 min $\pm$ 3 min ở nhiệt độ phòng thử nghiệm tiêu chuẩn sau khi lấy ra khỏi bộ thiết bị nén theo phương pháp A.

A.2.4 Độ chụm dạng 1 được đo trong ITP. Thang đo cho chu kỳ thời gian đối với độ lặp lại và độ tái lập là ngày. Có tất cả 19 phòng thí nghiệm tham gia thử nghiệm.

A.3 Kết quả độ chụm

A.3.1 Các kết quả về độ chụm được nêu trong Bảng A.1 đối với biến dạng dư sau khi nén ở 100 °C.

A.3.2 Các ký hiệu r , (r) , R , (R) , như được sử dụng trong Bảng A.1, được định nghĩa như sau:

- r độ lặp lại, tính theo đơn vị đo;
- (r) độ lặp lại, tính theo phần trăm (tương đối);
- R độ tái lập, tính theo đơn vị đo;
- (R) độ tái lập, tính theo phần trăm (tương đối).

Bảng A.1 — Độ chụm loại 1 đối với biến dạng dư sau khi nén ở 100 °C

Vật liệu	Trung bình	Trong cùng phòng thử nghiệm		Giữa các phòng thử nghiệm	
		r	(r)	R	(R)
Mẫu thử dạng A					
EPDM	10,3	2,7	26	4,0	38
NBR	19,8	3,3	17	4,3	21
SBR	41,1	4,7	11	13,6	33
Các giá trị gộp lại	23,7	3,6	15	8,6	36
Mẫu thử dạng B					
EPDM	14,8	3,3	22	4,5	30
NBR	24,4	4,3	18	7,7	32
SBR	44,9	5,1	11	14,0	33
Các giá trị gộp lại	28,0	6,0	15	10,0	35

Phụ lục B

(quy định)

Kế hoạch hiệu chuẩn

B.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 bằng cách kiểm tra và ghi lại trong báo cáo hiệu chuẩn hoặc giấy chứng nhận. Phải báo cáo hiệu chuẩn có được thực hiện trong tình trạng "như đã nhận" hay không hoặc sau khi đã sửa chữa sự bất thường hoặc hư hỏng bất kỳ.

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

B.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 11019:2015 (ISO 18899:2013).

Kế hoạch hiệu chuẩn được nêu trong Bảng B.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 được quy định. 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 phụ trợ cần thiết cho thử nghiệm.

Đối với mỗi thông số, quy trình hiệu chuẩn được biểu thị bằng cách viện dẫn đến TCVN 11019:2015 (ISO 18899:2013), đến tài liệu khác hoặc đến quy trình cụ thể được chi tiết cho phương pháp thử nghiệm (khi có quy trình hiệu chuẩn mang tính đặc thù hơn hoặc chi tiết hơn quy trình trong TCVN 11019:2015 (ISO 18899:2013), thì phải ưu tiên sử dụng quy trình đó).

Tần suất kiểm tra xác nhận đối với mỗi thông số được biểu thị bằng chữ cái.

Các chữ cái được sử dụng trong kế hoạch hiệu chuẩn là:

- C yêu cầu được xác nhận nhưng không đo,
- N chỉ kiểm tra xác nhận ban đầu,
- S quãng thời gian tiêu chuẩn như được nêu trong TCVN 11019:2015 (ISO 18899:2013), và
- U đang sử dụng.

Bảng B.1 – Kế hoạch hiệu chuẩn

Thông số	Yêu cầu	Quy trình trong TCVN 11019:2015 (ISO 18899:2013)	Tần suất kiểm tra xác nhận	Ghi chú
Các tấm ép	Cặp đĩa thép song song, phẳng, được mạ crom có độ bóng cao, hoặc các đĩa làm bằng thép không gỉ có độ bóng cao.	C	N	Bề mặt hoàn thiện của các tấm ép có giá trị R_a không lớn hơn 0,4 μm cho thấy là phù hợp
	Các đĩa không bị cong trên 0,01 mm khi chịu tải	C	N	
	Các đĩa phải có kích cỡ đủ để đảm bảo rằng toàn bộ mẫu thử, khi được ép giữa các đĩa, nằm hoàn toàn trong đĩa	C	U	
Thanh cử bằng thép	Kích thước và hình dạng sao cho không tiếp xúc với mẫu thử được nén. Chiều cao của các thanh cử phải được chọn sao cho độ nén lên mẫu thử là: – (25 $\pm$ 2) % đối với các độ cứng dưới 80 IRHD, – (15 $\pm$ 2) % đối với các độ cứng từ 80 IRHD đến 89 IRHD, – (10 $\pm$ 1) % đối với các độ cứng từ 90 IRHD trở lên.	C	U	
		15.2	U	
Dụng cụ kẹp	Dụng cụ vít đơn giản hoặc bất kỳ công nghệ khác.	C	N	
Tủ sấy	Phù hợp với các yêu cầu quy định trong TCVN 2229 (ISO 188). Có khả năng duy trì bộ dụng cụ ép cùng mẫu thử ở nhiệt độ thử nghiệm theo phạm vi dung sai quy định trong 7.2. Trạng thái nhiệt độ ổn định ở phía trong của các mẫu thử trong phạm vi dung sai quy định, trong thời gian không quá 3 h.	Xem TCVN 2229 (ISO 188)	S	
Dụng cụ đo độ dày	Có độ chính xác là $\pm 0,01$ mm. Có chân tròn phẳng với đường kính $4,0 \text{ mm} \pm 0,5 \text{ mm}$ và bàn đế rắn phẳng. Dùng áp suất $22 \text{ kPa} \pm 5 \text{ kPa}$ đối với cao su rắn có độ cứng bằng hoặc lớn hơn 35 IRHD hoặc áp suất $10 \text{ kPa} \pm 2 \text{ kPa}$ nếu độ cứng thấp hơn 35 IRHD.	15.2	S	Khi sử dụng dụng cụ đo hiện số, thiết bị cần có độ phân giải 0,001 mm để nhận được độ chính xác theo yêu cầu.
		22.2	N	
Dụng cụ đếm thời gian	Độ chính xác là ± 1 s	23.1	S	

TCVN 5320-1:2016

Ngoài những hạng mục được liệt kê trong bảng, còn bao gồm việc sử dụng những dụng cụ cần phải được hiệu chuẩn theo TCVN 11019:2015 (ISO 18899:2013) sau đây:

- các dụng cụ để xác định kích thước của mẫu thử.

Thư mục tài liệu tham khảo

- [1] ISO 4287, *Geometrical Product Specifications (GPS) – Surface texture: Profile method – Terms, definitions and surface texture parameters* (Đặc tính hình học của sản phẩm (GPS) – Cấu trúc bề mặt: Phương pháp biên dạng – Thuật ngữ, định nghĩa và các thông số cấu trúc bề mặt).
 - [2] 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).
-