

TCVN 2752:2017

ISO 1817:2015

Xuất bản lần 4

**CAO SU LƯU HOÁ HOẶC NHIỆT DẸO -
XÁC ĐỊNH SỰ TÁC ĐỘNG CỦA CHẤT LỎNG**

Rubber, vulcanized or thermoplastic - Determination of the effect of liquids

HÀ NỘI - 2017

Mục lục

	Trang
Lời nói đầu	4
Lời giới thiệu.....	5
1 Phạm vi áp dụng	7
2 Tài liệu viện dẫn	7
3 Thiết bị và dụng cụ	8
4 Hiệu chuẩn	9
5 Chất lỏng thử nghiệm	10
6 Mẫu thử	10
7 Ngâm trong chất lỏng thử nghiệm	12
8 Cách tiến hành	13
9 Độ chụm.....	19
10 Báo cáo thử nghiệm	19
Phụ lục A (quy định) Các chất lỏng chuẩn	21
Phụ lục B (quy định) Kế hoạch hiệu chuẩn	25
Phụ lục C (tham khảo) Kết quả độ chụm từ chương trình thử nghiệm liên phòng	28
Thư mục tài liệu tham khảo	36

Lời nói đầu

TCVN 2752:2017 thay thế TCVN 2752:2013.

TCVN 2752:2017 hoàn toàn tương đương ISO 1817:2015.

TCVN 2752:2017 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.

Lời giới thiệu

Nhìn chung, tác động của chất lỏng lên cao su đã lưu hóa hoặc nhiệt dẻo có thể dẫn đến:

- a) cao su hấp thụ chất lỏng;
- b) các thành phần hòa tan bị chiết ra khỏi cao su;
- c) phản ứng hóa học với cao su.

Lượng hấp thụ [a]] luôn luôn lớn hơn lượng chiết [b]] do đó dẫn đến gia tăng về thể tích, thường được gọi là "trương nở". Sự hấp thụ của chất lỏng có thể thay đổi cơ bản các tính chất lý học và hóa học và do vậy thay đổi độ bền kéo căng, khả năng kéo giãn và độ cứng của cao su, vì vậy xác định các tính chất này sau khi xử lý cao su là rất quan trọng. Việc các thành phần hòa tan bị chiết ra, đặc biệt chất làm mềm và chất chống lão hoá, cũng có thể làm biến đổi tính chất lý học và độ bền hóa học sau khi làm khô (do chất lỏng bị bay hơi). Do đó, cần phải kiểm tra các tính chất này theo cách ngâm hoặc làm khô cao su. Tiêu chuẩn này mô tả các phương pháp cần thiết để xác định sự thay đổi các tính chất sau:

- thay đổi về khối lượng, thể tích và kích thước;
- chất có thể chiết;
- thay đổi về độ cứng, các tính chất ứng suất-giãn dài khi kéo sau khi ngâm, sau khi ngâm và làm khô.

Mặc dù ở một số khía cạnh các phép thử này có thể mô phỏng các điều kiện sử dụng, không có sự liên quan trực tiếp đến hoạt động sử dụng. Do vậy cao su có thay đổi nhỏ nhất về thể tích không có nghĩa là loại tốt nhất trong sử dụng. Phải tính đến độ dày của cao su vì tốc độ thấm của chất lỏng phụ thuộc vào thời gian và khối sản phẩm cao su rất dày có thể vẫn không bị tác động trong suốt vòng đời sử dụng, đặc biệt với các chất lỏng nhớt. Hơn nữa, tác động của chất lỏng lên cao su, đặc biệt ở nhiệt độ cao, có thể bị ảnh hưởng bởi sự có mặt của oxy khí quyển. Các phép thử mô tả trong tiêu chuẩn này có thể cung cấp thông tin có giá trị về sự thích ứng của cao su khi sử dụng với chất lỏng nhất định và nhất là đưa ra sự kiểm soát hữu ích khi sử dụng để tạo ra cao su bền với dầu, nhiên liệu hoặc các chất lỏng khác.

Tác động của chất lỏng có thể phụ thuộc vào bản chất và cường độ của ứng suất bất kỳ trong cao su. Trong tiêu chuẩn này, mẫu thử được thử trong điều kiện không ứng suất.

Cao su lưu hoá hoặc nhiệt dẻo – Xác định sự tác động của chất lỏng

Rubber, vulcanized or thermoplastic – Determination of the effect of liquids

CẢNH BÁO: Những 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 hiện hành.

QUAN TRỌNG: Các quy trình được quy định trong tiêu chuẩn này có thể liên quan đến việc sử dụng hoặc tạo ra các chất, hoặc sinh ra chất thải có thể làm hại môi trường địa phương. Cần tham khảo các tài liệu thích hợp về cách xử lý an toàn và rác thải sau khi sử dụng.

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này quy định các phương pháp đánh giá độ bền của các loại cao su đã lưu hóa hoặc nhiệt dẻo khi có sự tác động của các chất lỏng bằng phép đo các tính chất của cao su trước và sau khi ngâm trong chất lỏng thử nghiệm. Các chất lỏng có liên quan bao gồm các chất lỏng sử dụng hiện nay, như các dẫn xuất dầu mỏ, dung môi hữu cơ và tác nhân hóa học, cũng như các chất lỏng chuẩn thử nghiệm.

2 Tài liệu viện dẫn

Các tài liệu viện dẫn sau đây là rất cần thiết khi 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 bản mới nhất, bao gồm cả các bản sửa đổi (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 1595-1 (ISO 7619-1), *Cao su lưu hoá hoặc nhiệt dẻo – Xác định độ cứng ấn lõm – Phần 1: Phương pháp sử dụng thiết bị đo độ cứng (Độ cứng Shore)*

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

TCVN 9810 (ISO 48), *Cao su lưu hoá hoặc nhiệt dẻo – Xác định độ cứng (độ cứng từ 10 IRHD đến 100 IRHD)*

TCVN 9847 (ISO 175), *Chất dẻo – Xác định ảnh hưởng khi ngâm trong hóa chất lỏng*

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

ASTM D 5964, *Standard Practice for Rubber IRM 901, IRM 902, and IRM 903 Replacement Oils for ASTM No. 1, ASTM No. 2, and ASTM No. 3 Oils (Tiêu chuẩn thực hành đối với cao su IRM 901, IRM 902 và IRM 903 các dầu thay thế cho các dầu ASTM Số 1, ASTM Số 2, và ASTM Số 3)*

3 Thiết bị và dụng cụ

3.1 Thiết bị ngâm toàn bộ mẫu, được thiết kế có tính đến tính bay hơi của chất lỏng thử và nhiệt độ ngâm để ngăn ngừa và giảm thiểu sự bay hơi của chất lỏng thử và sự xâm nhập của không khí.

Đối với các phép thử ở nhiệt độ thấp hơn điểm sôi của chất lỏng thử nghiệm một cách đáng kể, phải sử dụng chai hoặc ống thủy tinh có nút. Đối với các phép thử ở nhiệt độ gần điểm sôi của chất lỏng thử nghiệm, chai hoặc ống phải được lắp thiết bị ngưng tụ hồi lưu hoặc phương pháp thích hợp khác để giảm thiểu sự bay hơi của chất lỏng.

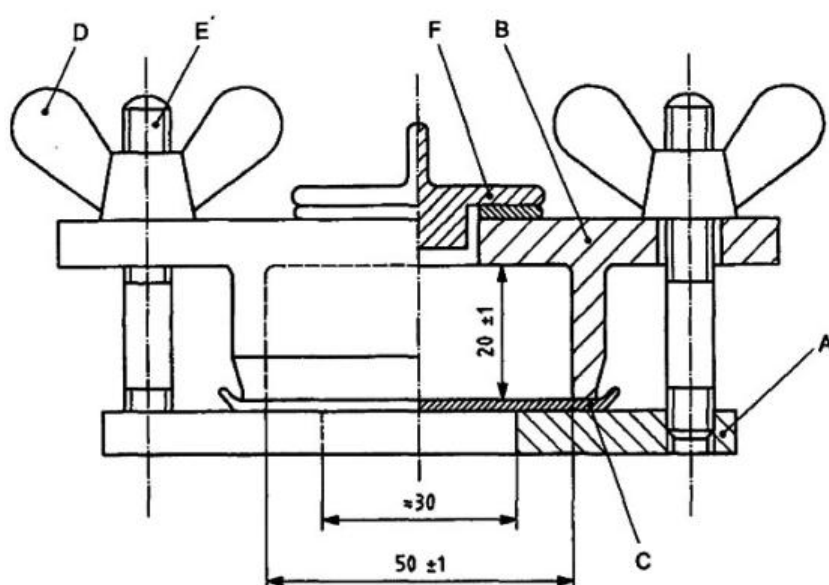
Chai hoặc ống phải có kích thước sao cho các mẫu thử luôn được ngâm ngập hoàn toàn và tất cả các bề mặt được tiếp xúc hoàn toàn với chất lỏng. Thể tích của chất lỏng phải gấp ít nhất 15 lần tổng thể tích của các mẫu thử, và thể tích của không khí trên chất lỏng phải được giữ ở mức tối thiểu.

Các mẫu thử phải được bắt vào các đồ gá, tốt nhất là treo trên tay đòn hoặc dây thép, và được tách biệt với mọi mẫu thử liền bên, ví dụ bằng các vòng thủy tinh hoặc bằng các thanh ngăn khác không gây ra phản ứng.

Các vật liệu để chế tạo thiết bị phải trơ với chất lỏng thử nghiệm và với cao su; ví dụ, không được sử dụng các vật liệu chứa đồng.

3.2 Thiết bị để thử nghiệm một bề mặt mẫu, thiết bị này giữ mẫu để chất lỏng chỉ tiếp xúc với một trong số các bề mặt của mẫu.

Thiết bị thích hợp được minh họa trong Hình 1. Thiết bị này bao gồm tấm đế (A) và buồng hình trụ có một đầu hở (B), buồng này được áp chặt vào mẫu thử (C) bởi các đai ốc cánh (D) được lắp trên các chốt (E). Ở mặt đáy có một lỗ với đường kính xấp xỉ 30 mm để kiểm tra bề mặt không tiếp xúc với chất lỏng. Trong quá trình thử nghiệm, lỗ mở ở mặt trên của buồng phải được đóng lại bởi một nút vừa khít (F).



Hình 1 – Thiết bị để thử nghiệm một bề mặt mẫu

3.3 Cân, chính xác đến 1 mg.

3.4 Dụng cụ để đo độ dày của mẫu thử, bao gồm đồng hồ có thang đo micromet, có độ chính xác thích hợp, được giữ chặt trong giá cứng ở trên một mặt đế phẳng. Dụng cụ phải phù hợp với các yêu cầu được quy định đối với thiết bị dụng cụ như vậy trong phương pháp A của TCVN 1592:2013 (ISO 23529:2010).

3.5 Dụng cụ để đo chiều dài và chiều rộng của mẫu thử, có thang đo được chia thành các vạch chia 0,01 mm và tốt nhất là loại khi vận hành không tiếp xúc với mẫu thử, ví dụ sử dụng hệ quang học phù hợp với các yêu cầu được quy định đối với thiết bị dụng cụ như vậy trong phương pháp D của TCVN 1592:2013 (ISO 23529:2010).

3.6 Dụng cụ để đo sự thay đổi diện tích bề mặt, có khả năng đo độ dài các đường chéo của các mẫu thử. Dụng cụ này phải có thang đo được chia thành các vạch chia 0,01 mm và tốt nhất là loại khi vận hành không tiếp xúc với mẫu thử, ví dụ sử dụng hệ quang học phù hợp với các yêu cầu được quy định đối với thiết bị dụng cụ như vậy trong phương pháp D của TCVN 1592:2013 (ISO 23529:2010).

4 Hiệu chuẩn

Các yêu cầu hiệu chuẩn thiết bị, dụng cụ thử được nêu trong Phụ lục B.

5 Chất lỏng thử nghiệm

Việc lựa chọn chất lỏng thử nghiệm phụ thuộc vào mục đích của thử nghiệm.

Khi cần thông tin về sự thay đổi của cao su lưu hóa hoặc nhiệt dẻo tiếp xúc với chất lỏng cụ thể, thì chất lỏng này sẽ có thể được chọn để thử nghiệm. Chất lỏng thương phẩm thường là hỗn hợp có thành phần không ổn định và phép thử phải có vật liệu chuẩn đã biết trước các đặc tính. Các kết quả bất thường ngoài mong đợi do sự thay đổi thành phần của các chất lỏng thương phẩm do vậy sẽ trở nên rõ ràng. Cần phải để riêng chất lỏng được cấp theo lô lớn để thực hiện các dãy thử nghiệm riêng biệt.

Các loại dầu khoáng và nhiên liệu có thành phần hóa học khác nhau đáng kể ngay cả khi chúng được cung cấp theo quy định kỹ thuật được thừa nhận. Điểm anilin của dầu khoáng cho biết một vài biểu hiện về hàm lượng chất thơm và giúp mô tả tác động của dầu lên cao su, nhưng một mình điểm anilin chưa đủ đặc trưng cho dầu khoáng; các đặc trưng khác tương đương, điểm anilin càng thấp, tác động càng rõ ràng. Nếu dầu khoáng được dùng làm chất lỏng thử nghiệm, báo cáo thử nghiệm phải bao gồm khối lượng riêng, chỉ số khúc xạ, độ nhớt và điểm anilin hoặc hàm lượng chất thơm của dầu.

Dầu vận hành có đặc tính lỏng tương tự với các chất lỏng chuẩn (xem các Điều A.1 đến A.3) không nhất thiết có cùng ảnh hưởng lên vật liệu như các chất lỏng chuẩn. Một số nhiên liệu, đặc biệt là xăng, thay đổi nhiều về thành phần, đối với một số thành phần dù có những khác biệt nhỏ có thể ảnh hưởng lớn đến mức độ tác động tới cao su. Các thông tin chi tiết về thành phần của nhiên liệu sử dụng phải được nêu trong báo cáo thử nghiệm.

Do các chất lỏng thương phẩm thường không có thành phần ổn định nên phải sử dụng chất lỏng chuẩn chứa các hợp chất hóa học hoặc hỗn hợp của các hợp chất đã được xác định rõ làm chất lỏng chuẩn cho mục đích phân loại hoặc kiểm soát chất lượng cao su lưu hóa hoặc nhiệt dẻo. Một số chất lỏng thích hợp được nêu trong Phụ lục A.

Khi thử nghiệm để xác định mức độ tác động của các dung dịch hóa học, nồng độ của dung dịch phải phù hợp với mục đích sử dụng.

Đảm bảo rằng thành phần của chất lỏng thử nghiệm không được thay đổi trong suốt quá trình ngâm. Sự già hóa của chất lỏng thử nghiệm và mọi tương tác với các mẫu thử phải được xem xét. Nếu có các chất phụ gia có hoạt tính hóa học trong chất lỏng, hoặc nếu có thay đổi đáng kể về thành phần do sự chiết, do hấp thụ hoặc phản ứng với cao su, thì phải tăng lượng thể tích chất lỏng hoặc phải thay bằng chất lỏng mới ở các khoảng thời gian nhất định.

6 Mẫu thử

6.1 Chuẩn bị

Các mẫu thử phải được chuẩn bị theo TCVN 1592 (ISO 23529).

6.2 Kích thước

Dữ liệu thu được trên các mẫu thử có các độ dày ban đầu khác nhau có thể không so sánh được với nhau. Do đó, nếu có thể, các mẫu thử phải có độ dày đều nhau là $(2 \pm 0,2)$ mm.

Cũng có thể sử dụng các mẫu thử cắt từ các vật phẩm thương mại. Đối với các sản phẩm mỏng hơn 1,8 mm, sử dụng độ dày nguyên bản. Nếu vật liệu dày hơn 2,2 mm, giảm độ dày xuống còn $(2 \pm 0,2)$ mm.

Các mẫu thử để xác định sự thay đổi về thể tích và khối lượng phải có thể tích từ 1 cm^3 đến 25 cm^3 .

Các mẫu thử để xác định sự thay đổi về độ cứng phải có các kích thước bề ngang không nhỏ hơn 8 mm.

Các mẫu thử để xác định sự thay đổi về các kích thước phải là hình tứ giác với độ dài các cạnh bên từ 25 mm đến 50 mm, hoặc hình tròn có đường kính là 44,6 mm [đường kính trong của mẫu thử kiểu B trong TCVN 4509 (ISO 37)]. Mẫu thử loại này cũng có thể được sử dụng để xác định khối lượng và thể tích.

Các mẫu thử để xác định sự thay đổi về diện tích bề mặt phải là hình thoi với các mặt bên được cắt gọn, sạch và vuông góc với các mặt đỉnh và mặt đáy. Hình thoi được chuẩn bị bằng cách dùng dao cắt có hai lưỡi song song cắt hai nhát liên tiếp ở các góc gần vuông góc với nhau có khoảng cách thích hợp. Độ dài danh nghĩa của các cạnh phải là 8 mm.

CHÚ THÍCH: Để xác định sự thay đổi diện tích bề mặt, có thể thích hợp khi sử dụng các mẫu thử nhỏ hơn hoặc mỏng hơn, ví dụ khi cần cắt mẫu từ sản phẩm hoặc khi cần mẫu đạt được trạng thái cân bằng nhanh. Tuy nhiên, các kết quả không thể so sánh được với các kết quả thu được khi sử dụng độ dày định trước. Các mẫu thử nhỏ hơn sẽ làm giảm độ chụm của các kết quả.

Các mẫu thử để xác định các tính chất kéo giãn phải theo TCVN 4509 (ISO 37). Tốt nhất là hình quả tạ kiểu 2 vì kích cỡ kiểu này thuận tiện để ngâm vào chất lỏng hơn kiểu 1. Mẫu thử kiểu 2 cũng có thể được sử dụng khi xác định sự thay đổi về khối lượng, thể tích hoặc độ cứng.

Đối với các phép thử mà chất lỏng chỉ tiếp xúc trên một bề mặt, mẫu thử phải là hình đĩa tròn có đường kính khoảng 60 mm.

6.3 Khoảng thời gian giữa lưu hóa và thử nghiệm

Trừ khi có quy định khác vì các lý do kỹ thuật, phải tuân thủ các yêu cầu sau, các khoảng thời gian theo TCVN 1592:2013 (ISO 23529:2010).

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

Đối với các phép thử mẫu không phải là sản phẩm, thời gian tối đa giữa lưu hóa và thử nghiệm phải là 4 tuần và đối với các đánh giá dùng để so sánh, các phép thử phải được tiến hành ở khoảng thời gian như nhau, nếu có thể.

Đối với các phép thử mẫu là sản phẩm, bất kỳ lúc nào có thể, thời gian giữa lưu hóa và thử nghiệm không được vượt 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.

6.4 Ổn định

Các mẫu thử đối với phép thử ở trạng thái “nguyên trạng” phải được ổn định trong thời gian không ít hơn 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 sử dụng trong tất cả các phép thử hoặc tất cả dãy các phép thử dùng để so sánh.

7 Ngâm trong chất lỏng thử nghiệm

7.1 Nhiệt độ

Trừ khi có quy định khác, việc ngâm tốt nhất là được tiến hành ở một hoặc nhiều nhiệt độ nêu trong 8.2.2 của TCVN 1592:2013 (ISO 23529:2010).

Do nhiệt độ cao có thể làm tăng đáng kể sự oxy hóa cao su, sự bay hơi hoặc sự phân hủy của chất lỏng ngâm và làm tăng tác động của bất kỳ chất phụ gia có hoạt tính hóa học trong chất lỏng (ví dụ: trong chất lỏng vận hành) nên việc chọn nhiệt độ thử nghiệm thích hợp là rất quan trọng.

Trong các phép thử mô phỏng các điều kiện sử dụng, dùng chất lỏng thực tế mà cao su sẽ được sử dụng với chất lỏng đó, các điều kiện thử nghiệm gần giống với các điều kiện thực khi sử dụng, sử dụng nhiệt độ chuẩn tương đương hoặc cao hơn nhiệt độ vận hành.

7.2 Khoảng thời gian thử

Vi tốc độ thẩm thấu của các chất lỏng vào cao su phụ thuộc vào nhiệt độ, loại vật liệu cao su và loại chất lỏng nên không sử dụng chỉ một khoảng thời gian chuẩn để ngâm. Đối với mục đích chấp nhận, nên tiến hành lặp lại các phép xác định và ghi lại sau các khoảng thời gian ngâm liên tiếp để chỉ ra sự thay đổi các tính chất theo thời gian ngâm. Tổng thời gian ngâm phải kéo dài vượt quá thời điểm hấp thụ tối đa, nếu có thể.

Với các mục đích kiểm tra, chỉ cần một khoảng thời gian ngâm nhưng tốt nhất là đạt được hấp thụ tối đa. Đối với các mục đích như vậy phải sử dụng một trong các khoảng thời gian sau:

24_{-2}^{+0} h; 72_{-2}^{+0} h; 7 ngày $\pm$ 2 h; các bội số của 7 ngày $\pm$ 2 h.

CHÚ THÍCH 1: Do lượng chất lỏng được hấp thụ lúc ban đầu tỷ lệ với căn bậc hai của thời gian, điều này rất hữu ích để đánh giá “thời gian hấp thụ tối đa” bằng cách vẽ đồ thị lượng được hấp thụ theo căn bậc hai của thời gian.

CHÚ THÍCH 2: Tỷ lệ phần trăm thay đổi trong suốt giai đoạn đầu của quá trình ngâm tỷ lệ nghịch với độ dày của mẫu thử. Do đó, nên sử dụng các độ dày có dung sai thấp để thu được các kết quả nhất quán khi không đạt được hấp thụ tối đa.

8 Cách tiến hành

8.1 Quy định chung

Sử dụng ba mẫu thử cho mỗi phép đo và cần đánh dấu nhận biết trước khi ngâm.

Ngâm các mẫu thử trong thiết bị thích hợp được mô tả trong 3.1 hoặc 3.2, sử dụng chất lỏng được chọn (xem Điều 5) và nhiệt độ được chọn (xem 7.1).

Để ngâm toàn bộ, đặt các mẫu thử cách các thành của thùng chứa ít nhất 5 mm và cách mặt trên và mặt đáy ít nhất 10 mm. Nếu khối lượng riêng cao su nhỏ hơn khối lượng riêng của chất lỏng, phải có cách để giữ các mẫu thử hoàn toàn nằm dưới bề mặt của chất lỏng.

Phải tránh sự xâm nhập của không khí. Nếu đối tượng thử nghiệm là sự tác động của không khí, thì có thể xác định mức độ xâm nhập của không khí theo thỏa thuận giữa các bên có liên quan.

Vào thời điểm kết thúc thời gian ngâm, nếu cần, đưa các mẫu thử về nhiệt độ phòng thử nghiệm tiêu chuẩn trong khoảng 30 min. Điều đó có thể được thực hiện bằng cách chuyển nhanh các mẫu thử vào phần mới của chất lỏng thử nghiệm ở nhiệt độ này và để yên trong khoảng từ 10 min đến 30 min.

Loại bỏ chất lỏng thử nghiệm dư khỏi bề mặt. Với các chất lỏng dễ bay hơi, dùng giấy lọc hoặc miếng vải không có xơ lau nhanh các mẫu thử. Với các chất lỏng không bay hơi có độ nhớt cao, thấm bằng giấy lọc và, nếu cần, bằng cách ngâm nhanh các mẫu thử trong chất lỏng dễ bay hơi, như metanol hoặc ete dầu mỏ, sau đó nhanh chóng lau chúng.

Sau khi lấy các mẫu thử ra khỏi các chất lỏng thử nghiệm dễ bay hơi, cần thực hiện các thao tác tiếp theo càng sớm càng tốt. Tiến hành các phép thử ngay sau khi loại bỏ chất lỏng dư hoặc, đối với sự thay đổi về khối lượng hoặc thể tích, đặt ngay mẫu thử vào chén cân.

Sau khi đo khối lượng hoặc các kích thước, nếu các mẫu thử này còn được sử dụng để đo các tính chất khác thì ngâm lại các mẫu thử trong chất lỏng dễ bay hơi. Tổng thời gian ngâm phải theo 7.2. Thời gian tối đa giữa thời điểm lấy khỏi chất lỏng thử nghiệm và thời điểm kết thúc phép đo phải:

- thay đổi về các kích thước: 1 min;
- thay đổi về độ cứng: 1 min;
- thử nghiệm kéo giãn: 2 min.

Nếu còn phải ngâm tiếp, đặt các mẫu thử trở lại trong chất lỏng ngay lập tức và đưa các mẫu vào tủ sấy hoặc bể điều nhiệt.

Các biến đổi tính chất cũng có thể được xác định sau khi làm khô. Để thực hiện mục đích này, sấy các mẫu thử dưới áp suất không khí tuyệt đối xấp xỉ 20 kPa ở khoảng 40 °C cho đến khi khối lượng không đổi, nghĩa là cho đến khi độ chênh lệch giữa các lần cân liên tiếp cách nhau 30 min không được vượt quá 1 mg. Làm nguội đến nhiệt độ phòng và ổn định bằng cách giữ ở nhiệt độ phòng thử nghiệm tiêu chuẩn trong thời gian không dưới 3 h.

8.2 Thay đổi về khối lượng

Cân từng mẫu thử với độ chính xác đến miligam ở nhiệt độ phòng thử nghiệm tiêu chuẩn trước và sau khi ngâm.

Tính phần trăm thay đổi về khối lượng Δm_{100} theo công thức (1):

$$\Delta m_{100} = \frac{m_i - m_o}{m_o} \times 100 \quad (1)$$

trong đó:

m_o là khối lượng ban đầu của mẫu thử;

m_i là khối lượng của mẫu thử sau khi ngâm.

Báo cáo kết quả theo giá trị trung bình của ba mẫu thử.

8.3 Thay đổi về thể tích

Phương pháp nước chiếm chỗ được sử dụng đối với các chất lỏng thử nghiệm không trộn lẫn với nước.

Cân từng mẫu thử trong không khí, chính xác đến miligam (khối lượng m_o), và sau đó cân lại từng mẫu thử trong nước cất ở nhiệt độ phòng thử nghiệm tiêu chuẩn (khối lượng $m_{o,w}$), cần chú ý để đảm bảo rằng tất cả các bọt không khí được loại bỏ (có thể sử dụng chất tẩy rửa). Nếu khối lượng riêng của vật liệu nhỏ hơn 1 g/cm³, cần phải sử dụng vật làm chìm khi cân trong nước để đảm bảo rằng các mẫu thử được ngập hoàn toàn. Nếu sử dụng vật làm chìm, xác định khối lượng của riêng vật làm chìm trong nước cất một cách độc lập (khối lượng $m_{s,w}$). Thấm khô các mẫu thử bằng giấy lọc hoặc vải không có xơ.

Ngâm từng mẫu thử trong chất lỏng thử nghiệm. Vào thời điểm kết thúc thời gian ngâm, cân từng mẫu thử trong không khí (khối lượng m_i), chính xác đến miligam, và sau đó cân lại từng mẫu thử trong nước cất (khối lượng $m_{i,w}$), cũng ở nhiệt độ phòng thử nghiệm tiêu chuẩn.

Tính phần trăm thay đổi về thể tích ΔV_{100} theo công thức (2):

$$\Delta V_{100} = \left(\frac{m_i - m_{i,w} + m_{s,w}}{m_o - m_{o,w} + m_{s,w}} - 1 \right) \times 100 \quad (2)$$

trong đó

m_0 là khối lượng ban đầu của mẫu thử;

m_i là khối lượng của mẫu thử sau khi ngâm;

$m_{0,w}$ là khối lượng ban đầu của mẫu thử (cộng với vật làm chìm nếu dùng) trong nước;

$m_{i,w}$ là khối lượng của mẫu thử (cộng với vật làm chìm nếu dùng) sau khi ngâm trong nước;

$m_{s,w}$ là khối lượng của vật làm chìm trong nước, nếu sử dụng.

Báo cáo kết quả theo giá trị trung bình của ba mẫu thử.

Nếu chất lỏng thử nghiệm dễ trộn lẫn với nước hoặc phản ứng với nước, thì sau khi ngâm không được sử dụng nước. Nếu chất lỏng thử nghiệm không quá nhớt hoặc không quá dễ bay hơi ở nhiệt độ phòng, có thể sử dụng lượng chất lỏng thử nghiệm mới. Nếu chất lỏng thử nghiệm không thích hợp, sử dụng chất lỏng khác sau khi ngâm và tính theo công thức (3):

$$\Delta V_{100} = \left[\frac{1}{\rho} \left(\frac{m_i - m_{i,liq} + m_{s,liq}}{m_0 - m_{0,w} + m_{s,w}} \right) - 1 \right] \times 100 \quad (3)$$

trong đó

ρ là khối lượng riêng chất lỏng;

$m_{i,liq}$ là khối lượng của mẫu thử (cộng với vật làm chìm, nếu sử dụng) trong chất lỏng;

$m_{s,liq}$ là khối lượng của vật làm chìm trong chất lỏng, nếu sử dụng;

các ký hiệu khác như được định nghĩa trong công thức (2).

8.4 Thay đổi về kích thước

Đo độ dài ban đầu của từng mẫu thử dọc theo đường thẳng qua tâm của nó, chính xác đến 0,5 mm ở nhiệt độ phòng thử nghiệm tiêu chuẩn (thực hiện phép đo dọc theo các bề mặt đỉnh và đáy rồi lấy trung bình hai kết quả). Tương tự, đo chiều rộng ban đầu bằng cách thực hiện bốn phép đo ở các điểm gần với mỗi đầu của mẫu thử (đỉnh và đáy, cả hai bên).

Đo độ dày ban đầu bằng dụng cụ đo độ dày ở bốn điểm khác nhau dọc theo mẫu thử và tính giá trị trung bình của các kết quả.

Sau khi ngâm, đo lại độ dài, chiều rộng và độ dày của mỗi mẫu thử như được mô tả ở trên.

Thực hiện tất cả các phép đo với mẫu thử ở nhiệt độ phòng thử nghiệm tiêu chuẩn.

Tính phần trăm thay đổi về độ dài Δl_{100} theo công thức (4):

$$\Delta l_{100} = \frac{l_i - l_0}{l_0} \times 100 \quad (4)$$

trong đó

l_0 là độ dài ban đầu;

l_i là độ dài sau khi ngâm.

Tương tự, tính phần trăm các biến đổi về chiều rộng và độ dày.

Báo cáo các kết quả theo trung bình các giá trị của ba mẫu thử. Sự thay đổi về diện tích bề mặt có thể được tính toán từ các giá trị thu được về độ dài và chiều rộng.

8.5 Thay đổi về diện tích bề mặt

Đo độ dài ban đầu của các đường chéo của mỗi mẫu thử, chính xác đến 0,01 mm ở nhiệt độ phòng thử nghiệm tiêu chuẩn.

Sau khi ngâm, đo lại độ dài các đường chéo như được mô tả ở trên. Nếu sử dụng hệ đo quang học thì thực hiện đo trong bình thủy tinh là thích hợp mà không phải bỏ các mẫu thử ra khỏi chất lỏng thử nghiệm.

Tính phần trăm thay đổi diện tích ΔA_{100} theo công thức (5):

$$\Delta A_{100} = \left(\frac{l_a l_b}{l_a' l_b'} - 1 \right) \times 100 \quad (5)$$

trong đó

l_a và l_b là độ dài các đường chéo trước khi ngâm;

l_a' và l_b' là độ dài các đường chéo sau khi ngâm.

Nếu có yêu cầu, phần trăm thể tích thay đổi ΔV_{100} có thể được tính theo công thức (6):

$$\Delta V_{100} = \left[\left(\frac{l_a l_b}{l_a' l_b'} \right)^{3/2} - 1 \right] \times 100 \quad (6)$$

Công thức cho phần trăm thay đổi thể tích giả thiết sự trương nở là đẳng hướng. Nếu có bất kỳ sự nghi ngờ nào, xác định phần trăm thay đổi thể tích theo quy định trong 8.3, đó là phương pháp được ưu tiên.

Báo cáo kết quả theo giá trị trung bình của ba mẫu thử.

8.6 Thay đổi về độ cứng

Sử dụng phép thử micro được quy định trong TCVN 9810 (ISO 48) để đo độ cứng IRHD trên mỗi mẫu thử trước và sau khi ngâm.

Theo cách khác, việc đo độ cứng IRHD thông thường có thể sử dụng với ba mẫu thử chồng lớp, nhưng trong trường hợp này kết quả thể hiện là độ cứng biểu kiến.

Tính sự thay đổi về độ cứng IRHD ΔH , trước và sau khi ngâm, theo công thức (7):

$$\Delta H = H_i - H_0 \quad (7)$$

trong đó

H_0 là độ cứng ban đầu;

H_i là độ cứng sau khi ngâm.

Báo cáo kết quả theo giá trị trung bình của ba mẫu thử.

Ngoài ra có thể sử dụng phương pháp quy định trong TCVN 1595-1 (ISO 7619-1).

8.7 Thay đổi về các tính chất ứng suất-giãn dài khi kéo

Tính các tính chất ứng suất-giãn dài khi kéo trước và sau khi ngâm theo TCVN 4509 (ISO 37).

Tính các tính chất khi kéo đã chọn sử dụng tiết diện ban đầu của mẫu thử để tính ứng suất. Tính sự thay đổi tính chất ΔX_{100} theo phần trăm của giá trị cho vật liệu không ngâm theo công thức (8):

$$\Delta X_{100} = \frac{X_i - X_0}{X_0} \times 100 \quad (8)$$

trong đó

X_0 là giá trị ban đầu của tính chất;

X_i là giá trị của tính chất sau khi ngâm.

Báo cáo kết quả theo giá trị trung bình của ba mẫu thử.

8.8 Thử nghiệm với chất lỏng chỉ tiếp xúc với một bề mặt

Phép thử này có thể áp dụng cho các tấm vật liệu tương đối mỏng, ví dụ các màng chắn bằng cao su, màng này được tiếp xúc với chất lỏng chỉ trên một bề mặt trong suốt quá trình sử dụng.

Đo độ dày danh nghĩa của mẫu thử và sau đó cân mẫu trong không khí với độ chính xác đến miligam (khối lượng m_0).

Sau đó đặt mẫu thử trong thiết bị như nêu trong Hình 1. Đổ chất lỏng thử nghiệm đầy buồng của thiết bị đến độ sâu xấp xỉ 15 mm và cài chốt (F). Giữ thiết bị ở nhiệt độ cần thiết trong suốt thời gian thử nghiệm.

Tại thời điểm cuối của khoảng thời gian tiếp xúc, nếu cần thì đưa thiết bị đến nhiệt độ phòng thử nghiệm tiêu chuẩn.

Loại bỏ chất lỏng và lấy mẫu thử ra. Thấm hết chất lỏng dư ra khỏi bề mặt của mẫu thử bằng cách lau bằng giấy lọc hoặc vải không có xơ. Sau đó cân mẫu thử chính xác đến miligam (khối lượng m_i) và đo độ dày ở nhiệt độ phòng thử nghiệm tiêu chuẩn.

Nếu chất lỏng thử nghiệm là chất dễ bay hơi ở nhiệt độ phòng, thực hiện phép đo trong vòng 2 min sau khi lấy mẫu ra khỏi chất lỏng.

Biểu diễn sự thay đổi về khối lượng theo đơn vị diện tích bề mặt Δm_A , tính theo gam trên mét vuông, theo công thức (9):

$$\Delta m_A = \frac{m_i - m_0}{A} \quad (9)$$

trong đó:

- m_0 là khối lượng ban đầu của mẫu thử, tính theo gam;
- m_i là khối lượng cuối cùng của mẫu thử, tính theo gam;
- A là diện tích bề mặt hình tròn của mẫu thử tiếp xúc với chất lỏng thử nghiệm, tính theo mét vuông.

Báo cáo kết quả theo giá trị trung bình của ba mẫu thử.

Tính sự thay đổi về độ dày theo quy định trong 8.4.

8.9 Xác định các chất chiết ra

8.9.1 Khái quát

Nếu chất lỏng thử nghiệm là chất dễ bay hơi, lượng chất chiết ra từ mẫu thử có thể được xác định bằng một trong các cách sau:

- a) làm khô mẫu thử đã xử lý và so sánh khối lượng của nó với khối lượng trước khi ngâm;
- b) hoặc làm bay hơi chất lỏng thử nghiệm tới khô và cân phần cặn không bay hơi.

Cả hai phương pháp đều dễ có sai số. Ở phương pháp cân mẫu thử khô, mẫu có thể bị oxy hóa nếu không khí có mặt trong suốt quá trình ngâm, nhất là ở nhiệt độ cao. Ở phương pháp làm bay hơi chất lỏng thử nghiệm, có thể có sự thất thoát nào đó của chất được chiết dễ bay hơi, nhất là các chất làm mềm. Cả hai phương pháp được mô tả trong tiêu chuẩn này và việc lựa chọn phương pháp nào là tùy thuộc vào bản chất của vật liệu và các điều kiện của phép thử.

Rất khó định nghĩa một cách chính xác thể nào là chất lỏng "dễ bay hơi", nhưng người ta gợi ý rằng các quy trình được mô tả không thích hợp đối với các chất lỏng bay hơi kém hơn các chất lỏng chuẩn A, B, C, D và E trong Phụ lục A, nghĩa là đối với các chất lỏng sôi ở nhiệt độ trên 110 °C.

Xác định các vật chất chiết được thực hiện sau khi đã xác định sự thay đổi về khối lượng (xem 8.2), sự thay đổi về thể tích (xem 8.3) và sự thay đổi về các kích thước (xem 8.4).

Báo cáo kết quả theo giá trị trung bình của ba mẫu thử.

8.9.2 Phương pháp cân mẫu thử khô

Sấy mẫu thử, sau khi ngâm, dưới áp suất không khí tuyệt đối xấp xỉ 20 kPa ở khoảng 40 °C cho đến khi khối lượng không đổi, nghĩa là cho đến khi độ chênh lệch giữa các lần cân liên tiếp cách nhau 30 min không vượt quá 1 mg.

Hàm lượng của chất chiết là độ chênh lệch giữa khối lượng ban đầu của mẫu thử và khối lượng mẫu thử sau khi ngâm và sấy khô, được biểu thị theo phần trăm so với khối lượng ban đầu của mẫu thử.

8.9.3 Phương pháp làm bay hơi chất lỏng thử nghiệm

Chuyển chất lỏng mà mẫu thử đã được ngâm trong đó sang bình thích hợp và rửa mẫu thử bằng 25 ml chất lỏng mới, gom các dịch rửa vào cùng bình. Cho bay hơi chất lỏng và sấy phần cặn cho đến khi khối lượng không đổi dưới áp suất không khí tuyệt đối xấp xỉ 20 kPa ở khoảng 40 °C.

Tiến hành phép thử trắng để đánh giá hàm lượng chất rắn trong thể tích của chất lỏng thử nghiệm, bao gồm thể tích đã được sử dụng để ngâm cộng với thể tích chất lỏng đã được sử dụng để rửa.

Hàm lượng của chất chiết được là khối lượng của phần cặn khô, đã hiệu chỉnh với kết quả của phép thử trắng, biểu thị theo phần trăm của khối lượng ban đầu của mẫu thử.

9 Độ chụm

Kết quả độ chụm của chương trình thử nghiệm liên phòng (ITP) được nêu trong Phụ lục C.

10 Báo cáo thử nghiệm

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

a) Chi tiết mẫu:

- 1) mô tả đầy đủ mẫu và nguồn gốc của mẫu,
- 2) phương pháp chuẩn bị các mẫu thử từ mẫu, ví dụ được ép khuôn hay cắt;

b) viện dẫn tiêu chuẩn này;

c) phương pháp thử và các chi tiết của phép thử:

- 1) phương pháp được sử dụng,
- 2) loại mẫu thử được sử dụng (các kích thước),

- 3) nhiệt độ phòng thử nghiệm tiêu chuẩn được sử dụng,
 - 4) các chi tiết về điều kiện ổn định,
 - 5) khoảng thời gian và nhiệt độ ngâm,
 - 6) sai khác bất kỳ với quy trình quy định;
- d) các kết quả thử nghiệm:
- 1) kết quả, biểu thị theo mẫu đã nêu trong các điều liên quan,
 - 2) ngoại quan của mẫu thử (ví dụ rạn nứt, bị tách tấm), nếu có,
 - 3) ngoại quan của chất lỏng thử nghiệm (ví dụ: biến màu, lắng cặn), nếu có;
- e) ngày thử nghiệm.

Phụ lục A
(quy định)

Các chất lỏng chuẩn

CẢNH BÁO: Cần phải áp dụng các biện pháp an toàn thích hợp khi chuẩn bị và làm việc với các chất lỏng thử nghiệm, nhất là các chất lỏng được biết là độc, gây ăn mòn hoặc dễ cháy. Các sản phẩm gây khói chỉ được thao tác trong tủ hút có thông gió tốt, các sản phẩm gây ăn mòn không được phép cho tiếp xúc với da hoặc trang phục bình thường và các sản phẩm dễ cháy cần được giữ xa với mọi nguồn phát hỏa.

A.1 Các nhiên liệu mô phỏng chuẩn

Các nhiên liệu thương mại có thành phần rất khác nhau ngay cả trong cùng cấp hạng (nghĩa là cùng chỉ số kích nổ) và cùng nguồn gốc. Đó là các nhiên liệu gốc hydrocacbon có hoặc không có các hợp chất chứa oxy cũng như các nhiên liệu gốc rượu. Hạng của xăng được nâng cấp bằng cách bổ sung hợp chất thơm hoặc hợp chất chứa oxy, nhưng các chất phụ gia này làm tăng mức độ tác động của các nhiên liệu đến cao su chịu nhiên liệu thông thường. Thành phần của nhiên liệu biến động cùng với tình hình của thị trường xăng và cùng với từng khu vực địa lý và có thể thay đổi nhanh. Do đó, một số chất lỏng thử nghiệm được sử dụng trong thực tế được khuyến dùng trong các Bảng A.1 và A.2 bao gồm các thành phần khác nhau. Chúng cũng có thể được dùng làm chỉ dẫn để pha chế các chất lỏng thử nghiệm thích hợp khác. Để pha chế các chất lỏng thử nghiệm phải sử dụng các nguyên liệu có cấp tinh khiết phân tích. Các chất lỏng thử nghiệm chứa rượu không được sử dụng nếu các nhiên liệu có liên quan được biết là không có rượu.

Bảng A.1 – Các nhiên liệu mô phỏng chuẩn không chứa các hợp chất có oxy

Chất lỏng	Các hợp phần	Số đăng ký CAS	Hàm lượng % (theo thể tích)
A	2,2,4-Trimetylpentan	540-84-1	100
B	2,2,4-Trimetylpentan	540-84-1	70
	Toluen	108-88-3	30
C	2,2,4-Trimetylpentan	540-84-1	50
	Toluen	108-88-3	50
D	2,2,4-Trimetylpentan	540-84-1	60
	Toluen	108-88-3	40
E	Toluen	108-88-3	100
F	Các parafin mạch thẳng (C ₁₂ đến C ₁₈)	68476-34-6	80
	1-Metylnaphtalen	90-12-0	20

CHÚ THÍCH: Các chất lỏng B, C và D mô phỏng các nhiên liệu có nguồn gốc dầu mỏ không chứa các hợp chất có oxy. Chất lỏng F được dùng để mô phỏng nhiên liệu điêzen, các dầu đốt gia dụng và tương tự dầu nhẹ đốt lò.

Bảng A.2 – Các nhiên liệu mô phỏng chuẩn chứa các hợp chất có oxy (các rượu)

Chất lỏng	Các hợp phần	Số đăng ký CAS	Hàm lượng % (theo thể tích)
1	2,2,4-Trimethylpentan	540-84-1	30
	Toluen	108-88-3	50
	Di-isobutylen	25167-70-8	15
	Etanol	64-17-5	5
2	2,2,4-Trimethylpentan	540-84-1	25,35 ^a
	Toluen	108-88-3	42,25 ^a
	Di-isobutylen	25167-70-8	12,68 ^a
	Etanol	64-17-5	4,22 ^a
	Metanol	67-56-1	15,00
	Nước	7732-18-5	0,50
3	2,2,4-Trimethylpentan	540-84-1	45
	Toluen	108-88-3	45
	Etanol	64-17-5	7
	Metanol	67-56-1	3
4	2,2,4-Trimethylpentan	540-84-1	42,5
	Toluen	108-88-3	42,5
	Metanol	67-56-1	15

^a Gộp lại, bốn hợp phần này tương đương với 84,5 % (theo thể tích) của chất lỏng 1 ở trên.

A.2 Các dầu chuẩn

A.2.1 Mô tả chung

Dầu số 1 (IRM 901) là dầu "tăng thể tích thấp", dầu số 2 (IRM 902) là dầu "tăng thể tích trung bình" và dầu số 3 (IRM 903) là dầu "tăng thể tích cao".

Các dầu chuẩn này đại diện cho dầu tự nhiên phụ gia thấp.

A.2.2 Các yêu cầu

Các dầu phải có các tính chất quy định trong ASTM D 5964 và nêu trong Bảng A.3. Các tính chất được nêu trong Bảng A.4 là đặc thù của các dầu nhưng không được các nhà cung cấp bảo đảm.

Khi các dầu chuẩn này được yêu cầu làm các chất lỏng thử nghiệm thì chỉ các loại nhận được từ các nhà cung cấp được thừa nhận mới được sử dụng để làm trọng tài và chúng phải sẵn có để sử dụng thường xuyên. Tuy nhiên, nếu chúng không sẵn có, các dầu khác thay thế có thể được sử dụng nhưng chỉ cho thử nghiệm hằng ngày, với điều kiện các loại dầu đó phù hợp được các yêu cầu trong Bảng A.3 và phải chứng tỏ cho các kết quả tương tự với các kết quả thu được khi dùng dầu chuẩn khi thử nghiệm cao su có cùng thành phần với loại cao su mà thử nghiệm thường xuyên thực hiện.

Bảng A.3 – Các quy định kỹ thuật của các dầu chuẩn

Tính chất	Các yêu cầu		
	Dầu số 1	Dầu số 2	Dầu số 3
Điểm anilin, °C	124 ± 1	93 ± 3	70 ± 1
Độ nhớt động học, m ² /s (x 10 ⁻⁶)	18,12 đến 20,34 ^a	19,2 đến 21,54 ^a	31,9 đến 34,3 ^b
Điểm chớp cháy, °C, min.	243	240	163
Khối lượng riêng API ở 16 °C	27,8 đến 29,8	19,0 đến 21,0	21,0 đến 23,0
Hằng số độ nhớt trọng lực	0,790 đến 0,805	0,860 đến 0,870	0,875 đến 0,885
Hàm lượng naphtalenic, c _N , %	27 (trung bình)	≥ 35	≥ 40
Hàm lượng parafinic, c _P , %	≥ 65	≤ 50	≤ 45
^a được đo ở 99 °C.			
^b được đo ở 37,8 °C.			

Bảng A.4 – Các tính chất đặc trưng của các dầu chuẩn

Tính chất	Các yêu cầu		
	Dầu số 1	Dầu số 2	Dầu số 3
Điểm chảy, °C	- 12	- 12	- 31
Màu ASTM	L3.5	L2.5	L0.5
Chỉ số khúc xạ ở 20 °C	1,484 8	1,510 5	1,502 6
Hấp thụ UV ở 260 nm	0,8	4,0	2,2
Hàm lượng chất thơm, c _A , %	3	12	14

A.3 Các chất lỏng vận hành mô phỏng

CHÚ THÍCH: Chất lỏng 102 bị xóa khỏi tiêu chuẩn này vì không tìm thấy nhà cung cấp. Để cung cấp thông tin, thành phần của chất lỏng được nêu dưới đây.

Chất lỏng 102 được dùng để mô phỏng một số dầu thủy lực áp suất cao. Đó là hỗn hợp bao gồm 95 % dầu Số 1 (tính theo khối lượng) và 5 % phụ gia dầu gốc là hợp chất hydrocarbon (tính theo khối lượng) chứa 29,5 % đến 33 % lưu huỳnh (tính theo khối lượng), 1,5 % đến 2 % phospho (tính theo khối lượng) và 0,7 % nitơ (tính theo khối lượng).

A.3.1 Chất lỏng 101

Chất lỏng 101 được dùng để mô phỏng các dầu bôi trơn tổng hợp dạng dieste. Đó là hỗn hợp bao gồm 99,5 % di-2-ethylhexyl sebacat (tính theo khối lượng) (Số đăng ký CAS: 122-62-3) và 0,5 % phenothiazin (tính theo khối lượng) (Số đăng ký CAS: 92-84-2).

A.3.2 Chất lỏng 103

Chất lỏng 103 được dùng để mô phỏng các dầu thủy lực este phosphat được sử dụng trong máy bay. Đó là tri-*n*-butyl phosphat (Số đăng ký CAS: 126-73-8).

A.4 Thuốc thử hóa học

Các phép thử với thuốc thử hóa học phải được tiến hành sử dụng cùng hóa chất ở cùng nồng độ như các hóa chất sẽ gặp trong thực tế sử dụng của sản phẩm. Đối với các mục đích chung, khi không biết đặc điểm kỹ thuật của các hóa chất thì danh mục các thuốc thử hóa học nêu trong TCVN 9847 (ISO 175) có thể là hữu ích.

Phụ lục B

(quy định)

Kế hoạch hiệu chuẩn

B.1 Kiểm tra

Trước khi thực hiện hiệu chuẩn, điều kiện của các hạng mục được hiệu chuẩn phải được tìm hiểu chắc chắn bằng việc xem xét và ghi lại trên báo cáo hoặc chứng chỉ của tất cả các lần hiệu chuẩn. Cần phải báo cáo liệu hiệu chuẩn được thực hiện trong trạng thái “nguyên trạng” hay sau khi có bất cứ sự sửa chữa do sự bất thường hay có lỗi.

Nói chung phải biết chắc thiết bị phù hợp với mục đích sử dụng, bao gồm các thông số quy định là gần đúng vì thế trước đó chúng không cần hiệu chuẩn thông thường. Nếu các thông số này có khả năng thay đổi thì sự cần thiết kiểm tra định kỳ phải được ghi chi tiết vào quy trình hiệu chuẩn.

B.2 Kế hoạch

Kiểm tra/hiệu chuẩn thiết bị thử nghiệm là phần bắt buộc của tiêu chuẩn này. Tuy nhiên, tần suất hiệu chuẩn và quy trình được sử dụng tuân theo quyết định của từng phòng thí nghiệm, bằng cách sử dụng hướng dẫn trong TCVN 11019:2015 (ISO 18899:2013), trừ khi có quy định khác.

Kế hoạch hiệu chuẩn được nêu trong Bảng B.1 phải phù hợp với tất cả các thông số liệt kê quy định trong phương pháp thử, cùng với yêu cầu đã được quy định. Thông số và yêu cầu có thể liên quan đến thiết bị thử chính, bộ phận của thiết bị hoặc đến thiết bị phụ trợ cần thiết cho phép thử.

Đối với mỗi thông số, quy trình hiệu chuẩn được chỉ rõ bằng cách viện dẫn đến TCVN 11019:2015 (ISO 18899:2013), đến một ấn phẩm khác hoặc đến một quy trình cụ thể cho phương pháp thử được mô tả chi tiết (nếu một quy trình hiệu chuẩn cụ thể hoặc chi tiết hơn so với quy trình trong TCVN 11019:2015 (ISO 18899:2013) thì ưu tiên dùng quy trình đó).

Tần suất kiểm tra đối với mỗi thông số được quy định bởi một mã chữ cái. Mã chữ cái sử dụng trong kế hoạch hiệu chuẩn là:

- R sử dụng vật liệu chuẩn đã được chứng nhận;
- C yêu cầu được khẳng định nhưng không đo được;
- N chỉ kiểm tra ban đầu;
- S khoảng thời gian tiêu chuẩn được nêu trong TCVN 11019:2015 (ISO 18899:2013);
- U đang sử dụng.

Bảng B.1 – Kế hoạch hiệu chuẩn

Thông số	Yêu cầu	Điều trong TCVN 11019:2015 (ISO 18899:2013)	Hướng dẫn tần suất kiểm tra	Ghi chú
Thiết bị ngâm toàn bộ mẫu	Có thể tích sao cho mẫu thử luôn được ngâm hoàn toàn và tất cả các bề mặt được tiếp xúc với chất lỏng. Thể tích của chất lỏng phải gấp ít nhất 15 lần tổng thể tích của các mẫu thử. Phải thử với chất lỏng thử nghiệm và với cao su. Sử dụng chai hoặc ống thủy tinh có nút. Chai hoặc ống phải được lắp thiết bị ngưng tụ hồi lưu hoặc tương đương	15.8, 19.1 15.8, 19.1 15.8, 19.1 19.1 19.1	U U U U U	Đối với các phép thử ở nhiệt độ thấp hơn điểm sôi của chất lỏng Đối với các phép thử ở nhiệt độ gần điểm sôi của chất lỏng
Thiết bị để thử nghiệm một bề mặt mẫu	Như nêu trong Hình 1	–	N	
Cân	Chính xác đến 1 mg	22.1	S	
Dụng cụ đo	Xem TCVN 1592:2013 (ISO 23529:2010), phương pháp A	15.1, 16.6	S	
Dụng cụ để đo chiều dài và chiều rộng	Thang đo được chia thành các vạch chia 0,01 mm	15.1	S	Tốt nhất là loại khi vận hành không tiếp xúc với mẫu thử
Dụng cụ để đo sự thay đổi diện tích bề mặt	Thang đo được chia thành các vạch chia 0,01 mm	15.3	S	Tốt nhất là loại khi vận hành không tiếp xúc với mẫu thử
Chất lỏng thử nghiệm	Theo quy định trong Phụ lục A	–	N	
Vật liệu nước cất vải không xơ thấm trung bình	Được sử dụng trong 8.3	–	U	

Ngoài các mục liệt kê trong Bảng B.1, còn sử dụng các mục sau đây, tất cả các mục này đều cần hiệu chuẩn phù hợp với TCVN 11019:2015 (ISO 18899:2013):

- dụng cụ đo thời gian;
- nhiệt kế để theo dõi nhiệt độ ổn định và thử nghiệm;
- ẩm kế để theo dõi độ ẩm ổn định và thử nghiệm;
- thiết bị, dụng cụ để xác định các tính chất vật lý đã chọn.

Phụ lục C
(tham khảo)

Kết quả độ chụm từ chương trình thử nghiệm liên phòng

C.1 Tổng quan

Chương trình thử nghiệm liên phòng (ITP) dưới đây được bắt đầu thực hiện vào năm 2011.

Tất cả các tính toán độ chụm để có được các giá trị độ lặp lại và độ tái lập được thực hiện theo ISO/TR 9272^[1]. Các khái niệm và thuật ngữ độ chụm cũng được nêu trong ISO/TR 9272.

C.2 Kết quả độ chụm từ ITP

C.2.1 Chi tiết chương trình

Chương trình thử nghiệm liên phòng (ITP) được tổ chức và thực hiện bởi Bundesanstalt für Materialforschung (Đức) năm 2011. Các mẫu thử lưu hóa được chuẩn bị trong một phòng thử nghiệm và gửi đến tất cả 12 phòng thử nghiệm tham gia.

Tổng số bốn hợp chất đã được sử dụng trong thử nghiệm. Các mẫu thử được ký hiệu là các hợp chất A, B, C và D. Đối với chi tiết kết hợp thành phần các vật liệu và sự lưu hóa chúng, xem Bảng C.1.

Bảng C.1 – Kết hợp thành phần

Thành phần	Số phần khối lượng			
	Hợp chất A	Hợp chất B	Hợp chất C	Hợp chất D
NR (TSR L)	100			
NBR (ACN hàm lượng 28 %)		100		
HNBR (ACN hàm lượng 39 %)			100	
FKM (VDF/JDF copolyme)				100
HAF cacbon đen (N330)	30			
HAF cacbon đen (N550)		65	50	
HAF cacbon đen (N990)				25
Kẽm oxit	3	5	2	
Magie oxit			2	3

Bảng C.1 (Kết thúc)

Thành phần	Số phần khối lượng			
	Hợp chất A	Hợp chất B	Hợp chất C	Hợp chất D
Canxi hydroxit				2
Stearic axit		1		
Chất chống oxy hóa (IPPD) ^a	1			
Chất chống oxy hóa (TMQ) ^b		2		
Chất chống oxy hóa Diphenylamin, styren			1	
Chất lưu hoá (MBTS) ^c	1,7			
Chất lưu hoá (TMTD) ^d		2,5		
Chất lưu hoá (CBS) ^e		1,5		
Chất lưu hoá ^f				0,44
Triallyl isocyanua			1,5	
Lưu huỳnh	2,5	0,2		
Peroxit (40 % khối lượng) ^g			7,5	
Bisphenol ^h				1,35
Tổng số	138,2	177,2	164,0	131,79
Lưu hóa tại	150 °C	160 °C	180 °C	180 °C + 220 °C
	18 min	20 min	10 min	7 min + 16 h

^a N'-Isopropyl-N'-phenyl-p-phenyldiamin^b 2,2,4-trimetyl-1,2-dihydroquinolin trùng hợp^c Benzothiazyl disulfua^d Tetrametylthiuram disulfua^e N-Cyclohexylbenzothiazyl-2-sulfenamid^f Muối photpho hữu cơ, ví dụ: triphenylbenzyl-phospho clorua^g 1,3-bis(t-butylperoxyisopropyl)-benzen^h 2,2-bis(4-hydroxyphenyl)-hexafloropropanⁱ Hợp chất B phù hợp với ISO 13226^[2] SRE-NBR 28/SX^j Hợp chất C phù hợp với ISO 13226^[2] SRE-HNBR/1X^k Hợp chất D phù hợp với ISO 13226^[2] SRE-FKM/2X

Ảnh hưởng của chất lỏng trong quá trình bảo quản được xác định đối với các tính chất sau:

- thay đổi về khối lượng
- thay đổi về thể tích
- thay đổi về kích thước
- thay đổi về độ cứng
- thay đổi về các tính chất ứng suất-giãn dài khi kéo.

Các mẫu thử được cung cấp là các đĩa có đường kính 36,6 mm và hình quả tạ kiểu 2.

Các mẫu thử được bảo quản trong các chất lỏng tại nhiệt độ phòng thử nghiệm tiêu chuẩn và cũng tại nhiệt độ 70 °C; chi tiết bảo quản được nêu trong Bảng C.2. Mỗi phòng thử nghiệm tham gia sử dụng các chất lỏng thử nghiệm riêng của họ.

Bảng C.2 - Tổng quan về chương trình thử nghiệm

Hợp chất	Nhiệt độ	Khoảng thời gian tiếp xúc	Chất lỏng ^a	Phương pháp
A	phòng thử nghiệm tiêu chuẩn	2 h + 6 h	B	khối lượng
A	phòng thử nghiệm tiêu chuẩn	24 h	B	khối lượng; độ dày; độ cứng
B	phòng thử nghiệm tiêu chuẩn	2 h + 6 h	B	khối lượng
B	phòng thử nghiệm tiêu chuẩn	24 h	B	khối lượng; thể tích; độ dày; độ cứng
C	phòng thử nghiệm tiêu chuẩn	24 h	B	khối lượng; thể tích; thử nghiệm kéo
D	phòng thử nghiệm tiêu chuẩn	24 h	E	khối lượng; thể tích; thử nghiệm kéo
C	70 °C	7 d	Dầu số 3	khối lượng; thể tích; độ cứng; thử nghiệm kéo
^a Xem Phụ lục A.				

Số phòng thử nghiệm trong đó có dữ liệu độ chụm là cơ sở cho mỗi tính chất được nêu trong các bảng về kết quả độ chụm (Bảng C.3 đến C.15). Số phòng thử nghiệm tham gia như ghi trong các bảng này là số cuối cùng sau khi một số giá trị phòng thử nghiệm được xác định là nằm ngoài (đối với mỗi năm tính chất).

Việc thử nghiệm của Chương trình thử nghiệm liên phòng (ITP) được tiến hành trong khoảng thời gian bốn tuần liên tiếp. Theo các ngày được quy định trong mỗi tuần của bốn tuần này. Năm thiết bị riêng biệt đã được thực hiện trên tất cả bốn vật liệu. Kết quả thử nghiệm của mỗi tuần là trung bình của năm phép đo riêng biệt. Tất cả các phân tích được thực hiện trên cơ sở các kết quả thử nghiệm này.

Các phòng thử nghiệm tham gia được khuyến khích sử dụng hai người vận hành có thẩm quyền ngang nhau (nếu có sẵn) cho ITP này: Người vận hành 1 cho các tuần thử nghiệm 1 và 2 và Người vận hành 2 cho các tuần thử nghiệm 3 và 4. Mục tiêu nhằm sử dụng các mẫu thử khác nhau, người vận hành khác nhau và sự lặp lại trong bốn tuần thử nghiệm bao gồm các nguồn thay đổi thông thường như vậy trong cơ sở dữ liệu kết hợp cuối cùng hoặc tổng hợp. Do đó, các giá trị độ chụm đại diện cho các giá trị thực tế và đáng tin cậy hơn so với các kết quả ITP thông thường tạo thành một ước tính độ chụm về "điểm duy nhất cùng thời gian".

C.2.2 Kết quả độ chụm

Kết quả độ chụm được liệt kê trong các Bảng C.3 đến C.15.

Kết quả độ chụm như xác định bởi ITP này không nên áp dụng để chấp nhận hoặc loại bỏ bất kỳ nhóm vật liệu hoặc sản phẩm nào không có tài liệu về kết quả đánh giá độ chụm này áp dụng trong thực tế đối với các sản phẩm hoặc vật liệu đã thử nghiệm của phương pháp thử.

Giải thích các ký hiệu đối với các Bảng C.3, C.4, C.5, C.6, C.7, C.8, C.9, C.10, C.11, C.12, C.13, C.14 và C.15:

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

r = độ lặp lại (tính bằng đơn vị đo);

(r) = độ lặp lại (tính bằng phần trăm mức trung bình);

s_R = độ lệch chuẩn giữa các phòng thử nghiệm (đối với tổng số các thay đổi giữa các phòng thử nghiệm tính bằng đơn vị đo);

R = độ tái lập (tính bằng đơn vị đo);

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

Bảng C.3 – Dữ liệu độ chụm đối với thay đổi về khối lượng

Hợp chất	Mức trung bình	s_r	r	(r)	s_R	R	(R)	Số phòng thử nghiệm ^a
A	120,53	2,78	7,77	6,45	3,81	10,68	8,86	9
B	10,31	0,76	2,13	20,65	0,86	2,40	23,32	9
Trung bình ^b		1,77	4,95	13,55	2,34	6,54	16,09	
CHÚ THÍCH: Khoảng thời gian tiếp xúc: 2 h; nhiệt độ phòng thử nghiệm tiêu chuẩn; Chất lỏng B.								
^a Số phòng thử nghiệm sau khi xóa các kết quả nằm ngoài (tổng số lượng phòng thử nghiệm trong ITP: 12).								
^b Tính toán trung bình đơn giản.								

Bảng C.4 – Dữ liệu độ chụm đối với thay đổi về khối lượng

Hợp chất	Mức trung bình	s_r	r	(r)	s_R	R	(R)	Số phòng thử nghiệm ^a
A	157,31	1,91	5,35	3,40	3,19	8,92	5,67	10
B	18,77	0,99	2,77	14,74	1,02	2,87	15,27	8
Trung bình ^b		1,45	4,06	9,07	2,10	5,89	10,47	

CHÚ THÍCH: Khoảng thời gian tiếp xúc: 6 h; nhiệt độ phòng thử nghiệm tiêu chuẩn; Chất lỏng B.

^a Số phòng thử nghiệm sau khi xóa các kết quả nằm ngoài (tổng số lượng phòng thử nghiệm trong ITP: 12).

^b Tính toán trung bình đơn giản.

Bảng C.5 – Dữ liệu độ chụm đối với thay đổi về khối lượng

Hợp chất	Mức trung bình	s_r	r	(r)	s_R	R	(R)	Số phòng thử nghiệm ^a
A	160,93	1,63	4,55	2,83	2,76	7,73	4,80	10
B	27,17	0,78	2,20	8,09	1,69	4,74	17,44	9
C	21,55	1,12	3,15	14,61	1,74	4,86	22,55	10
D	3,26	0,09	0,24	4,47	0,39	1,10	33,64	9
Trung bình ^b		0,92	2,57	8,40	1,43	4,00	17,41	

CHÚ THÍCH: Khoảng thời gian tiếp xúc: 24 h; nhiệt độ phòng thử nghiệm tiêu chuẩn; Chất lỏng B - Hợp chất A, B, C; Chất lỏng E - Hợp chất D.

^a Số phòng thử nghiệm sau khi xóa các kết quả nằm ngoài (tổng số lượng phòng thử nghiệm trong ITP: 12).

^b Tính toán trung bình đơn giản.

Bảng C.6 – Dữ liệu độ chụm đối với thay đổi về khối lượng

Hợp chất	Mức trung bình	s_r	r	(r)	s_R	R	(R)	Số phòng thử nghiệm ^a
C	5,99	0,12	0,35	5,84	0,72	2,01	33,64	9

CHÚ THÍCH: Khoảng thời gian tiếp xúc: 7 ngày; 70 °C; Dầu số 3.

^a Số phòng thử nghiệm sau khi xóa các kết quả nằm ngoài (tổng số lượng phòng thử nghiệm trong ITP: 12).

Bảng C.7 – Dữ liệu độ chụm đối với thay đổi về thể tích

Hợp chất	Mức trung bình	s_r	r	(r)	s_R	R	(R)	Số phòng thử nghiệm ^a
B	40,37	1,24	3,47	8,61	1,27	3,57	8,84	9
C	30,37	2,19	6,14	20,20	2,73	7,64	25,16	9
D	7,39	0,43	1,21	16,42	0,95	2,67	36,11	9
Trung bình ^b		1,29	3,61	15,08	1,65	4,63	23,37	

CHÚ THÍCH: Khoảng thời gian tiếp xúc: 24 h; nhiệt độ phòng thử nghiệm tiêu chuẩn; Chất lỏng B - Hợp chất B, C; Chất lỏng E - Hợp chất D.

^a Số phòng thử nghiệm sau khi xóa các kết quả nằm ngoài (tổng số lượng phòng thử nghiệm trong ITP: 12).

^b Tính toán trung bình đơn giản.

Bảng C.8 – Dữ liệu độ chụm đối với thay đổi về thể tích

Hợp chất	Mức trung bình	s_r	r	(r)	s_R	R	(R)	Số phòng thử nghiệm ^a
C	7,31	0,24	0,66	9,03	1,20	3,35	45,89	8

CHÚ THÍCH: Khoảng thời gian tiếp xúc: 7 ngày; Dầu số 3.

^a Số phòng thử nghiệm sau khi xóa các kết quả nằm ngoài (tổng số lượng phòng thử nghiệm trong ITP: 12).

Bảng C.9 – Dữ liệu độ chụm đối với thay đổi về kích thước (độ dày)

Hợp chất	Mức trung bình	s_r	r	(r)	s_R	R	(R)	Số phòng thử nghiệm ^a
A	54,46	0,86	2,40	4,40	2,00	5,59	10,26	7
B	14,08	0,52	1,46	10,35	0,71	2,00	14,17	8
Trung bình ^b		0,69	1,93	7,38	1,35	3,79	12,22	

CHÚ THÍCH: Khoảng thời gian tiếp xúc: 24 h; nhiệt độ phòng thử nghiệm tiêu chuẩn; Chất lỏng B.

^a Số phòng thử nghiệm sau khi xóa các kết quả nằm ngoài (tổng số lượng phòng thử nghiệm trong ITP: 12).

^b Tính toán trung bình đơn giản.

Bảng C.10 – Dữ liệu độ chụm đối với thay đổi về độ cứng

Hợp chất	Mức trung bình	s_r	r	(r)	s_R	R	(R)	Số phòng thử nghiệm ^a
A	-21,93	0,55	1,53	6,98	2,35	6,57	29,98	9
B	-18,40	0,24	0,67	3,63	0,64	1,78	9,70	7
Trung bình ^b		0,39	1,10	5,31	1,49	4,18	19,84	

CHÚ THÍCH: Khoảng thời gian tiếp xúc: 24 h; nhiệt độ phòng thử nghiệm tiêu chuẩn; Chất lỏng B.

^a Số phòng thử nghiệm sau khi xóa các kết quả nằm ngoài (tổng số lượng phòng thử nghiệm trong ITP: 12).

^b Tính toán trung bình đơn giản.

Bảng C.11 – Dữ liệu độ chụm đối với thay đổi về độ cứng

Hợp chất	Mức trung bình	s_r	r	(r)	s_R	R	(R)	Số phòng thử nghiệm ^a
C	-3,68	0,93	2,60	70,63	1,36	3,80	103,06	10

CHÚ THÍCH: Khoảng thời gian tiếp xúc: 7 ngày; Dầu số 3.

^a Số phòng thử nghiệm sau khi xóa các kết quả nằm ngoài (tổng số lượng phòng thử nghiệm trong ITP: 12).

Bảng C.12 – Dữ liệu độ chụm đối với thay đổi về các tính chất ứng suất-giãn dài khi kéo - Độ bền kéo

Hợp chất	Mức trung bình	s_r	r	(r)	s_R	R	(R)	Số phòng thử nghiệm ^a
C	-43,77	1,94	5,43	12,40	4,16	11,65	26,62	10
D	-17,88	1,46	4,09	22,87	3,53	9,89	55,34	10
Trung bình ^b		1,70	4,76	17,63	3,85	10,77	40,98	

CHÚ THÍCH: Khoảng thời gian tiếp xúc: 24 h; nhiệt độ phòng thử nghiệm tiêu chuẩn; Chất lỏng B - Hợp chất C; Chất lỏng E - Hợp chất D.

^a Số phòng thử nghiệm sau khi xóa các kết quả nằm ngoài (tổng số lượng phòng thử nghiệm trong ITP: 12).

^b Tính toán trung bình đơn giản.

**Bảng C.13 – Dữ liệu độ chụm đối với thay đổi về các tính chất ứng suất-giãn dài khi kéo -
Độ bền kéo**

Hợp chất	Mức trung bình	s_r	r	(r)	s_R	R	(R)	Số phòng thử nghiệm ^a
C	-1,39	2,83	7,91	570,92	3,50	9,79	706,39	9
CHÚ THÍCH: Khoảng thời gian tiếp xúc: 7 ngày; Dầu số 3.								
^a Số phòng thử nghiệm sau khi xóa các kết quả nằm ngoài (tổng số lượng phòng thử nghiệm trong ITP: 12).								

**Bảng C.14 – Dữ liệu độ chụm đối với thay đổi về các tính chất ứng suất-giãn dài khi kéo -
Độ giãn dài**

Hợp chất	Mức trung bình	s_r	r	(r)	s_R	R	(R)	Số phòng thử nghiệm ^a
C	-42,68	3,05	8,55	20,03	3,93	11,01	25,80	10
D	-7,88	1,95	5,45	69,18	2,21	6,19	78,47	10
Trung bình ^b		2,50	7,00	44,61	3,07	8,60	52,18	
CHÚ THÍCH: Khoảng thời gian tiếp xúc: 24 h; nhiệt độ phòng thử nghiệm tiêu chuẩn; Chất lỏng B - Hợp chất C; Chất lỏng E - Hợp chất D.								
^a Số phòng thử nghiệm sau khi xóa các kết quả nằm ngoài (tổng số lượng phòng thử nghiệm trong ITP: 12).								
^b Tính toán trung bình đơn giản.								

**Bảng C.15 – Dữ liệu độ chụm đối với thay đổi về các tính chất ứng suất-giãn dài khi kéo -
Độ giãn dài**

Hợp chất	Mức trung bình	s_r	r	(r)	s_R	R	(R)	Số phòng thử nghiệm ^a
C	-2,38	3,91	10,93	458,52	4,70	13,17	552,21	8
CHÚ THÍCH: Khoảng thời gian tiếp xúc: 7 ngày; Dầu số 3.								
^a Số phòng thử nghiệm sau khi xóa các kết quả nằm ngoài (tổng số lượng phòng thử nghiệm trong ITP: 12).								

Thư mục tài liệu tham khảo

- [1] ISO/TR 9272, *Rubber and rubber products – Determination of precision for test method standards* (Cao su và sản phẩm cao su – Xác định độ chụm đối với tiêu chuẩn phương pháp thử).
 - [2] ISO 13226, *Rubber – Standard reference elastomers (SREs) for characterizing the effect of liquids on vulcanized rubbers* (Cao su – Các chất đàn hồi đối chứng tiêu chuẩn (SREs) đối với đặc trưng hiệu quả của chất lỏng trên cao su lưu hoá)
-