

**TCVN**

**TIÊU CHUẨN QUỐC GIA**

**TCVN 2229 : 2007**

**ISO 108 : 1998**

Xuất bản lần 2

**CAO SU, LƯU HOÁ HOẶC NHIỆT DẼO –  
PHÉP THỬ GIÀ HOÁ NHANH VÀ ĐỘ CHỊU NHIỆT**

*Rubber, vulcanized or thermoplastic –  
Accelerated ageing and heat resistance test*

HÀ NỘI – 2007

### Lời nói đầu

TCVN 2229 : 2007 thay thế TCVN 2229 : 1977.

TCVN 2229 : 2007 hoàn toàn tương đương ISO 188 : 1998 và bản đính chính kỹ thuật 1 : 2003.

TCVN 2229 : 2007 do Tiểu ban kỹ thuật tiêu chuẩn 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.

## Lời giới thiệu

Các phép thử già hoá nhanh và chịu nhiệt được thực hiện để đánh giá tính bền tương đối của cao su đối với sự suy giảm theo thời gian. Đối với mục đích này, cao su phải chịu các tác động suy giảm có kiểm soát trong thời gian xác định, sau đó đo các tính chất thích hợp và so sánh với các tính chất tương ứng của cao su chưa già hoá.

Mục đích của phép thử già hoá nhanh là để đánh giá sự suy giảm của cao su

- a) hoặc trong thời gian dài ở nhiệt độ thường hoặc nhiệt độ nâng cao trong không khí;
- b) hoặc trong thời gian dài ở nhiệt độ nâng cao và ở áp suất oxy nâng cao.

Trong quá trình già hoá nhanh, cao su phải tiếp xúc với môi trường thử để tạo ra tác động của già hoá tự nhiên trong thời gian ngắn hơn.

Trong trường hợp phép thử độ chịu nhiệt, cao su phải tiếp xúc với nhiệt độ cùng nhiệt độ như cao su phải chịu trong sử dụng trong thời gian dài.

Ba loại phương pháp nêu trong tiêu chuẩn này, cụ thể là phương pháp tủ sấy không khí sử dụng tốc độ không khí thấp, phương pháp tủ sấy không khí sử dụng quạt gió và phương pháp nén oxy.

Sự lựa chọn thời gian, nhiệt độ và áp lực để các mẫu thử được tiếp xúc và loại tủ sấy sử dụng sẽ phụ thuộc vào mục đích của phép thử và loại polyme.

Trong các phương pháp tủ sấy không khí, sự suy giảm tăng nhanh do tăng nhiệt độ và trong phương pháp nén oxy, do tăng nồng độ oxy và nhiệt độ. Mức độ tăng như vậy tạo ra sự khác nhau giữa các loại cao su và giữa các tính chất.

Sự phân huỷ cũng có thể tăng nhanh bởi tốc độ không khí. Do vậy, sự già hoá với các tủ sấy khác nhau có thể cho các kết quả khác nhau.

Kết luận:

- a) Sự già hoá nhanh không tái tập trung thực trạng thay đổi tạo nên bởi già hoá tự nhiên.
- b) Đôi khi già hoá nhanh không đủ để cho biết chính xác tuổi thọ tự nhiên tương đối hay thời gian sử dụng của các cao su khác nhau; do vậy, sự già hoá ở nhiệt độ cao hơn nhiều so với nhiệt độ xung quanh hay nhiệt độ làm việc có xu hướng ngang bằng với tuổi thọ biểu kiến của cao su bị

hư hại ở tốc độ khác nhau khi lưu kho và sử dụng. Sự già hoá ở một hay nhiều nhiệt độ trung gian rất hữu ích để việc đánh giá độ tin cậy của già hoá nhanh ở nhiệt độ cao.

c) Phép thử già hoá nhanh bao gồm các tính chất khác nhau có thể không cho kết quả đánh giá đồng nhất về tuổi thọ tương đối của các cao su khác nhau và thậm chí có thể sắp xếp cao su theo các trật tự phẩm chất khác nhau. Do đó, sự suy giảm phải được đo bằng thay đổi tính chất hoặc nhiều tính chất quan trọng trong thực tế ứng dụng, miễn là cao su được thử có tính chính xác hợp lý.

Sự già hoá tử sẩy không khí và nén oxy không được sử dụng để mô phỏng sự già hoá tự nhiên xảy ra khi có mặt của ánh sáng hoặc ozon khi cao su bị kéo giãn.

Để đánh giá thời gian sử dụng hoặc nhiệt độ sử dụng tối đa, các phép thử có thể được thực hiện ở một số nhiệt độ và các kết quả được đánh giá bằng cách sử dụng biểu đồ Arrhenius. Phương pháp này được trình bày trong ISO 11346.

## Cao su, lưu hoá hoặc nhiệt dẻo – Phép thử già hoá nhanh và độ chịu nhiệt

*Rubber, vulcanized or thermoplastic – Accelerated ageing and heat resistance tests*

**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 qui định các phép thử già hoá nhanh hay độ chịu nhiệt cho cao su lưu hoá hoặc nhiệt dẻo. Các phương pháp là:

**Phương pháp A:** phương pháp tủ sấy không khí sử dụng tủ sấy dạng khoang hay tủ sấy có tốc độ không khí thấp và thông gió thay đổi từ 3 đến 10 lần trong một giờ;

**Phương pháp B:** phương pháp tủ sấy không khí dùng một tủ sấy có sự tuần hoàn không khí cưỡng bức bằng quạt và thông gió thay đổi từ 3 đến 10 lần trong một giờ; và

**Phương pháp C:** phương pháp nén oxy ở 2,1 MPa và 70 °C.

### 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 ban hành thì áp dụng bản được nêu. Đối với các tài liệu viện dẫn không ghi năm ban hành thì áp dụng phiên bản mới nhất, bao gồm cả các bản sửa đổi (nếu có).

TCVN 4509 : 2006 (ISO 37 : 2005) Cao su lưu hoá hoặc nhiệt dẻo – Xác định các tính chất ứng suất - giãn dài khi kéo.

ISO 48 : 1994 Rubber, vulcanized or thermoplastic – Determination of hardness (hardness between 10 IRHD and 100 IRHD) [Cao su lưu hoá hoặc nhiệt dẻo – Xác định độ cứng (độ cứng giữa 10 IRHD và 100 IRHD)].

ISO 471 : 1995 Rubber – Temperatures, humidities and times for conditioning and testing (Cao su – Nhiệt độ, độ ẩm và thời gian để điều hoà mẫu và thử nghiệm).

ISO 11346 : 1997 Rubber, vulcanized or thermoplastic – Estimate of life-time and maximum temperature of use from an Arrhenius plot (Cao su, lưu hoá hoặc nhiệt dẻo – Đánh giá thời gian sử dụng và nhiệt độ sử dụng tối đa từ biểu đồ Arrhenius).

### 3 Nguyên tắc

Các mẫu thử phải chịu sự suy giảm có kiểm soát bởi không khí ở nhiệt độ nâng cao và áp suất khí quyển (đối với 3.1 và 3.2) hoặc nhiệt độ nâng cao và áp suất oxy (đối với 3.3), sau đó đo các tính chất vật lý và so sánh với các mẫu thử cao su chưa già hoá.

Các tính chất lý học liên quan trong ứng dụng thực tiễn phải được sử dụng để xác định mức độ hư hại, mà không có thông tin nào về những tính chất này, khuyến nghị đo độ bền kéo, ứng suất tại độ giãn dài trung bình, độ giãn dài khi đứt (theo TCVN 4509 : 2006) và độ cứng (theo ISO 48).

#### 3.1 Già hoá nhanh bằng cách gia nhiệt trong không khí

Trong phương pháp này, nồng độ oxy thấp, nếu sự oxy hoá nhanh, oxy có thể không khuếch tán vào cao su đủ nhanh để duy trì sự oxy hoá đồng đều. Do vậy phương pháp già hoá này có thể làm cho kết quả sai lệch với cao su già hoá-ngheo oxy nếu độ dày thông thường qui định trong Tiêu chuẩn phù hợp với phương pháp thử được sử dụng.

#### 3.2 Phép thử độ chịu nhiệt

Trong phương pháp này, các mẫu thử phải chịu nhiệt độ giống như nhiệt độ phải chịu khi sử dụng, sau khoảng thời gian xác định, các tính chất thích hợp được đo và so sánh với các tính chất tương ứng của cao su chưa già hoá.

#### 3.3 Già hoá nhanh bằng cách gia nhiệt trong oxy

Trong phương pháp này, nồng độ oxy tăng đẩy mạnh sự khuếch tán nhanh và vì vậy giúp cho sự đảm bảo oxy hoá đồng đều. Mặt khác, việc thúc đẩy oxy hoá nhân tạo có thể làm rõ nét hơn những chuyển biến do oxy hoá so với các chuyển biến khác xảy ra sau lưu hoá, ví dụ phản ứng nghịch của lưu hoá, do đó tác động toàn diện không thể giống với già hoá tự nhiên.

## 4 Thiết bị thử

### 4.1 Tủ sấy không khí (đối với 3.1 và 3.2)

Để đạt được độ chính xác tốt khi đang làm các phép thử già hoá và độ chịu nhiệt, điều rất quan trọng là giữ nhiệt độ đồng đều và ổn định trong suốt quá trình thử và phải kiểm tra xác nhận rằng tủ sấy được sử dụng có giới hạn nhiệt độ liên quan đến thời gian và không gian. Việc tăng tốc độ không khí trong tủ sấy cải thiện tính đồng nhất của nhiệt độ.

Tuy nhiên, sự tuần hoàn không khí trong tủ sấy và thông gió ảnh hưởng đến các kết quả già hoá. Với một tốc độ không khí thấp có thể xảy ra sự tích tụ các sản phẩm phân huỷ và các thành phần bay hơi cũng như việc thiếu oxy. Tốc độ không khí cao làm tăng tốc độ suy giảm, do sự oxi hoá tăng và sự bay hơi của chất hoá dẻo và chất chống oxi hoá tăng.

Tủ sấy phải có kích thước sao cho tổng thể tích của các mẫu thử không vượt quá 10 % không gian trống trong tủ sấy. Phải có chỗ treo mẫu thử sao cho các mẫu thử cách nhau ít nhất 10 mm, còn trong tủ sấy có khoang và tủ sấy có sự tuần hoàn không khí cưỡng bức thì mẫu thử cách thành tủ sấy ít nhất 50 mm.

Nhiệt độ của tủ sấy phải được điều khiển sao cho nhiệt độ của các mẫu thử được giữ trong dung sai đã qui định đối với nhiệt độ già hoá xác định (xem điều 7) trong suốt thời gian già hoá. Cảm ứng nhiệt phải được đặt bên trong khoang nhiệt để ghi nhiệt độ già hoá thực tế.

Không sử dụng đồng cũng như hợp kim đồng để chế tạo khoang nhiệt.

Đối với những tủ sấy qui định trong 4.1.1 và 4.1.2, phải tạo một lưu lượng không khí đi qua tủ sấy chậm không nhỏ hơn 3 và không lớn hơn 10 lần thay đổi không khí trong một giờ. Tốc độ không khí sẽ chỉ phụ thuộc vào mức thay đổi không khí, và không được phép cho quạt vào bên trong khoang nhiệt.

Đảm bảo rằng không khí đi vào được gia nhiệt ở nhiệt độ không quá  $\pm 1$  °C nhiệt độ tủ sấy trước khi tiếp xúc với mẫu thử.

Thông khí (hay tốc độ thay đổi không khí) có thể được xác định bằng cách đo thể tích của khoang tủ sấy và lưu lượng không khí đi qua khoang.

**4.1.1 Tủ sấy dạng khoang**, bao gồm một hay nhiều khoang hình trụ thẳng đứng có chiều cao tối thiểu 300 mm. Các khoang được bao quanh bởi một môi trường truyền nhiệt tốt được điều nhiệt có kiểm soát (khởi nhôm, bê tông lỏng hay hơi bão hoà). Không khí đi qua một khoang sẽ không đi vào các khoang khác.

**4.1.2 Khoang tủ sấy**, là một khoang đơn không có các vách ngăn.

**4.1.3 Tủ sấy có sự tuần hoàn không khí cưỡng bức**, có tốc độ không khí từ 0,5 m/s đến 1,5 m/s. Dòng không khí đi qua khoang tủ sấy phải đồng đều và thành lớp. Các mẫu thử phải được đặt để bề mặt nhỏ nhất hướng về phía chiều lưu lượng không khí để tránh nhiễu loạn dòng không khí.

Không khí phải được thay với một tốc độ không dưới 3 lần trong một giờ và không quá 10 lần trong một giờ.

Tốc độ không khí gần mẫu thử được đo bằng thiết bị đo gió.

#### **4.2 Thiết bị để gia nhiệt trong oxy (đối với 3.3)**

**4.2.1 Khoang nén oxy**, là một bình chứa, làm từ thép không gỉ hoặc vật liệu thích hợp khác, được thiết kế để chứa môi trường oxy có áp suất, trong đó có chỗ đặt mẫu thử cao su và để mẫu thử chịu nhiệt độ đồng đều có kiểm soát. Kích thước của bình chứa là tùy ý, nhưng sao cho tổng thể tích của các mẫu thử không vượt quá 10 % không gian trống trong bình chứa.

Không sử dụng các phần bằng đồng và hợp kim đồng bên trong khoang áp suất hoặc chế tạo ống dẫn từ bình chứa oxy đến khoang áp suất.

**4.2.2 Bộ ổn nhiệt**, để điều khiển nhiệt độ của môi trường gia nhiệt<sup>1)</sup> bao quanh bình áp suất sao cho nhiệt độ của các mẫu thử trong khoang áp suất được giữ ở  $70\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 1\text{ }^{\circ}\text{C}$ .

**4.2.3 Cặp nhiệt điện**, hoặc thiết bị thích hợp khác, được đặt gần tâm của các mẫu thử để ghi nhiệt độ gia hoá thực tế.

**4.2.4 Van an toàn**, gắn với đồng hồ đo áp suất 3,5 MPa<sup>2)</sup>.

#### **4.2.5 Áp kế.**

### **5 Mẫu thử**

Phép thử già hoá nhanh hoặc độ chịu nhiệt phải được thực hiện trên các mẫu thử được chuẩn bị và điều hoà theo yêu cầu đối với các phép thử tính chất thích hợp, mà không thực hiện trên các thành phẩm hay những tấm mẫu, và hình dạng những mẫu đó phải sao cho không cần thiết xử lý cơ học, hoá học hay nhiệt sau khi già hoá.

---

<sup>1)</sup> Ví lý do an toàn, chất lỏng dễ cháy như dầu khoáng không được sử dụng làm môi trường nung trong thiết bị có sử dụng oxy.

<sup>2)</sup> 1 MPa = 1 MN/m<sup>2</sup>



Chỉ các mẫu thử có kích thước như nhau và có khoảng diện tích tiếp xúc giống nhau được so sánh với nhau. Số lượng các mẫu thử phải phù hợp với tiêu chuẩn đối với các phép thử tính chất thích hợp. Các mẫu thử được đo trước khi gia nhiệt nhưng, bất cứ lúc nào có thể, việc đánh dấu phải được thực hiện sau khi gia nhiệt vì một số mục đánh dấu có thể ảnh hưởng đến sự già hoá cao su.

Phải đảm bảo rằng các dấu được dùng để phân biệt các mẫu thử không được ghi trong vùng thử bất kỳ của mẫu thử và cũng không gây hại cho cao su hay mất đi trong lúc gia nhiệt. Cũng phải đảm bảo rằng các mẫu thử đã được mài nhẵn và không bị hư hỏng và không có các vết nứt khác.

Tránh nung đồng thời các loại có thành phần khác nhau trong cùng tủ sấy, để tránh sự nhiễm lưu huỳnh, các chất chống oxy hoá, peroxit hay chất làm dẻo. Nên sử dụng các khoang riêng biệt cho mục đích này, tuy nhiên, để đưa ra các hướng dẫn đối với các trường hợp không được trang bị thiết bị có các khoang riêng biệt, khuyến nghị rằng chỉ các loại vật liệu sau được nung nóng cùng nhau:

- a) các polyme cùng loại;
- b) cao su lưu hoá có chứa cùng loại chất xúc tiến và có tỷ lệ lưu huỳnh và chất xúc tiến như nhau;
- c) cao su có chứa cùng loại chất chống oxy hoá;
- d) cao su có chứa cùng loại và lượng chất hoá dẻo.

## 6 Khoảng thời gian giữa lưu hoá và thử nghiệm

Theo các yêu cầu trong ISO 471.

## 7 Điều kiện già hoá (thời gian, nhiệt độ và áp suất)

### 7.1 Qui định chung

Khoảng thời gian cần thiết để thu được một mức độ giảm phẩm chất nhất định của mẫu thử sẽ phụ thuộc vào loại cao su được thử nghiệm.

Khoảng thời gian già hoá được sử dụng phải sao cho sự giảm phẩm chất của mẫu thử sẽ không lớn đến mức ngăn cản sự xác định các giá trị cuối cùng của các tính chất vật lý.

Việc sử dụng các nhiệt độ già hoá cao có thể làm cho cơ chế phân huỷ khác nhau so với các cơ chế xảy ra tại nhiệt độ làm việc, do vậy kết quả không hợp lệ.

### 7.2 Già hoá nhanh

Khoảng thời gian già hoá và nhiệt độ già hoá của phép thử được chọn phù hợp với ISO 471 (bao gồm dung sai) như đã nói rõ trong yêu cầu kỹ thuật hay được thoả thuận giữa các bên liên quan. Sự già hoá phải được thực hiện ở áp suất khí quyển.

### 7.3 Thử độ chịu nhiệt

Khoảng thời gian thử và nhiệt độ của phép thử được lựa chọn phù hợp với ISO 471 (bao gồm dung sai) như đã nói rõ trong yêu cầu kỹ thuật hay được thoả thuận giữa các bên liên quan. Nhiệt độ phải đại diện cho nhiệt độ làm việc và gia nhiệt thực hiện ở áp suất khí quyển.

### 7.4 Già hoá nhanh trong oxy

Khoảng thời gian già hoá được lựa chọn phù hợp với ISO 471 (bao gồm dung sai). Các mẫu thử được già hoá ở nhiệt độ  $70\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 1\text{ }^{\circ}\text{C}$  và áp suất oxy  $2,1\text{ MPa} \pm 0,1\text{ MPa}$ . Các điều kiện già hoá khác có thể được sử dụng như đã nói rõ trong yêu cầu kỹ thuật hay được thoả thuận giữa các bên liên quan.

## 8 Cách tiến hành

### 8.1 Thử già hoá nhanh trong không khí và thử độ chịu nhiệt

Làm nóng tủ sấy đến nhiệt độ làm việc và đặt các mẫu thử vào trong tủ sấy. Khi sử dụng tủ sấy dạng khoang, chỉ một loại cao su hay một thành phần được đặt vào trong mỗi một khoang. Các mẫu thử phải ổn định, không bị ứng lực, tự do tiếp xúc với không khí trên tất cả các mặt và không phơi nhiễm với ánh sáng.

Khi giai đoạn gia nhiệt được hoàn thành, chuyển các mẫu thử ra khỏi tủ sấy và điều hoà các mẫu thử ít nhất 16 giờ và không quá 6 ngày trong điều kiện không bị ứng lực ở môi trường nhất định trong phương pháp thử tương ứng đối với từng tính chất đang được nghiên cứu.

### 8.2 Già hoá nhanh trong oxy

Làm nóng khoang áp suất đến nhiệt độ làm việc và treo các mẫu thử vào trong khoang. Trước khi bắt đầu già hoá, đẩy không khí ra khỏi khoang bằng cách tăng áp suất oxy và giảm áp suất vài lần. Các mẫu thử trong khoang phải được ổn định, không bị ứng lực và tự do tiếp xúc với oxy trên tất cả các mặt.

Cho oxy đi vào khoang áp suất để cho đồng hồ áp suất  $2,1\text{ MPa} \pm 0,1\text{ MPa}$  tại  $70\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 1\text{ }^{\circ}\text{C}$ ; sự tiếp xúc phải liên tục trong thời gian qui định, không có sự giảm áp suất nào hoặc mở khoang.

Khi thời gian già hoá được hoàn thành, giảm áp suất trong khoang áp suất từ từ và đóng đều trong thời gian ít nhất 5 phút. Chuyển mẫu thử từ khoang và điều hoà ít nhất 16 giờ và không quá 6 ngày dưới điều kiện không bị ứng lực trong môi trường nhất định theo phương pháp thử tương ứng đối với từng tính chất đang được nghiên cứu.

**CẢNH BÁO** Sự phòng ngừa an toàn thích hợp rất quan trọng khi gia nhiệt các vật liệu hữu cơ có thể oxy hoá trong oxy ở áp suất cao, vì ở một số trường hợp tốc độ oxy hoá xảy ra rất nhanh, nhất là nếu diện tích bề mặt của vật liệu tiếp xúc lớn.

## 9 Biểu thị kết quả

Các kết quả được biểu thị phù hợp với tiêu chuẩn đối với các phép thử tính chất tương ứng.

Các kết quả thử đối với cả hai mẫu thử chưa già hoá và đã già hoá phải được báo cáo cùng nhau, cũng như, khi thích hợp, sự thay đổi phần trăm giá trị tính chất được đo tính toán theo công thức:

$$\frac{x_a - x_0}{x_0} \times 100$$

trong đó

$x_0$  là giá trị tính chất trước khi già hoá;

$x_a$  là giá trị của tính chất sau khi già hoá.

Biểu thị các thay đổi về độ cứng là hiệu  $x_a - x_0$ .

## 10 Độ chụm

### 10.1 Tổng quan

Chương trình thử liên phòng thí nghiệm (ITP) và tính toán độ chụm để biểu thị độ lặp lại và độ tái lập được thực hiện phù hợp với ISO/TR 9272 : 1986 Cao su và sản phẩm cao su – Xác định độ chụm của các tiêu chuẩn phương pháp thử. Tham khảo tiêu chuẩn này đối với các khái niệm và thuật ngữ độ chụm. Phụ lục A đưa ra hướng dẫn cách sử dụng các kết quả độ lặp lại và độ tái lập.

### 10.2 Chi tiết độ chụm

**10.2.1** ITP được tổ chức vào năm 1996 và các kết quả được phân tích vào năm 1997. Các mẫu thử đã chuẩn bị được gửi đến tất cả các phòng thí nghiệm thành viên đang sử dụng 4 thành phần (của các loại NR, NBR, EPDM và AEM). Sự già hoá được thực hiện theo phương pháp A và phương pháp B.

Thời gian già hoá là 168 giờ cho tất cả các thành phần, đối với vật liệu NR ở 70 °C, vật liệu NBR ở 100 °C, vật liệu EPDM ở 125 °C và vật liệu AEM ở 150 °C.

**10.2.2** Tổng cộng có 16 phòng thí nghiệm tham gia vào ITP này. 11 phòng thí nghiệm thực hiện già hoá theo phương pháp A và 10 phòng thí nghiệm theo phương pháp B. 5 phòng thí nghiệm dùng cả 2 phương pháp A và B. Để chắc chắn các phép thử được thực hiện sau khi già hoá, các giá trị lệch khỏi dữ liệu thu thập được, và đối với các phép thử này ít hơn số lượng của các phòng thí nghiệm liên quan. Số lượng thực tế cho mỗi phép thử được liệt kê trong các bảng độ chụm.

**10.2.3** Độ cứng được đo phù hợp với ISO 48, phương pháp M, trên quả tạ ba lớp trước và sau khi già hoá. Ba tính chất độ bền kéo căng được đo phù hợp với TCVN 4509 trên 5 mẫu thử trước và sau khi già hoá. Sử dụng mẫu thử kiểu 1 và kiểu 2.

**10.2.4** Thông số biểu diễn cho độ cứng được chọn vì các giá trị IRDH khác nhau trước và sau khi già hoá. Thông số biểu diễn cho ba tính chất kéo căng được chọn vì sự thay đổi phần trăm trong mỗi tính chất trong lúc già hoá.

**10.2.5** Độ chụm được xác định trong ITP này là độ chụm loại 1, có nghĩa là các mẫu thử đã chuẩn bị đầy đủ được đưa tới tất cả các phòng thí nghiệm. Độ chụm cũng là một độ chụm thời hạn trung gian hay độ chụm giai đoạn thời trung gian, với một thời gian từ 2 đến 3 tuần giữa 2 phép xác định sao chép. Điều này khác biệt với sự sao chép ngày 1 đến ngày 2 thông thường trong một vài ngày giữa các phép xác định.

Các ký hiệu sử dụng trong bảng như sau:

- $r$  độ lặp lại, tính bằng đơn vị đo
- ( $r$ ) độ lặp lại, biểu thị bằng phần trăm trung bình
- $R$  độ tái lập, tính bằng đơn vị đo
- ( $R$ ) độ tái lập, biểu thị bằng phần trăm trung bình

( $r$ ) và ( $R$ ) được tính toán đồng thời cho tất cả các vật liệu.

### 10.3 Kết quả độ chụm

**10.3.1** Các kết quả độ chụm đã cho trong Bảng 1 đến 4 đối với phương pháp A (tốc độ không khí thấp) và trong Bảng 5 đến 8 đối với phương pháp B (tốc độ không khí cao). Trong các bảng này, không có giá trị độ chụm tương đối ( $r$ ) và ( $R$ ) đã cho đối với các vật liệu riêng biệt vì nhiều giá trị trung bình của các thông số biểu diễn là gần 0 và điều này cho giá trị ( $r$ ) và ( $R$ ) rất lớn, có ý nghĩa nhỏ. Các bảng đưa ra giá trị trung bình (giống nhau nhưng không bằng giá trị gộp chung) đối với tất cả đồng thời 4 vật liệu. Các giá trị trung bình tổng thể này có ích trong việc so sánh độ chụm tương đối của 4 loại phép thử được thực hiện. Độ chụm tương đối đối với các giá trị trung bình tổng thể này cho phép 2 phương pháp (A và B) được so sánh.

**10.3.2** Nhìn lại các bảng, sẽ quan sát được chỉ có một sự khác nhau nhỏ giữa độ lặp lại  $r$  và độ tái lập  $R$ , và trong một số trường hợp cả 2 là bằng nhau. Hiện tượng này đã được quan sát ở ISO 188 trước kiểm tra độ chụm già hoá. Điều này chứng minh rằng một thành phần rất lớn của sự thay đổi được quan sát trong loại phép thử này không phải vì sự khác nhau giữa các phòng thí nghiệm, mà vì một số góc thay đổi vốn có đó là chỉ giống như xuất hiện "trong" một phòng thí nghiệm hay "giữa" cơ sở phòng thí nghiệm. Nguồn không biết này được kết nối với quá trình già hoá.

**Bảng 1 – Độ chụm già hoá được xác định từ sự thay đổi độ cứng (IRHD)**  
(phương pháp A: tốc độ không khí thấp)

Vật liệu	Sự thay đổi trung bình	Trong một phòng thí nghiệm		Giữa các phòng thí nghiệm		Số lượng các phòng thí nghiệm
		<i>r</i>	( <i>r</i> )	<i>R</i>	( <i>R</i> )	
NR	3,1	3,10		3,63		11
NBR	4,4	2,08		3,68		11
EPDM	22,0	5,50		10,30		11
AEM	3,9	6,78		7,78		11
Giá trị trung bình	8,3	4,4		6,3		
Độ chụm tương đối			53		76	

**Bảng 2 – Độ chụm già hoá được xác định từ sự thay đổi độ bền kéo căng**  
(phương pháp A: tốc độ không khí thấp)

Vật liệu	Sự thay đổi trung bình	Trong một phòng thí nghiệm		Giữa các phòng thí nghiệm		Số lượng các phòng thí nghiệm
		<i>r</i>	( <i>r</i> )	<i>R</i>	( <i>R</i> )	
NR	- 8,7	8,43		9,34		11
NBR	6,6	9,26		11,83		11
EPDM	4,1	8,24		14,92		11
AEM	9,3	8,13		10,71		11
Giá trị trung bình	- 1,8	8,5		11,7		
Độ chụm tương đối			472		650	

**Bảng 3 – Độ chụm già hoá được xác định từ sự thay đổi ứng suất tại độ giãn dài 100 %**  
(phương pháp A: tốc độ không khí thấp)

Vật liệu	Sự thay đổi trung bình	Trong một phòng thí nghiệm		Giữa các phòng thí nghiệm		Số lượng các phòng thí nghiệm
		<i>r</i>	( <i>r</i> )	<i>R</i>	( <i>R</i> )	
NR	25,2		13,4	16,0		10
NBR	38,4		26,8	26,8		10
EPDM	247,1		78,9	135,3		10
AEM	0,4		15,4	22,7		10
Giá trị trung bình	77,7		33,6	50,2		
Độ chụm tương đối		43			65	

**Bảng 4 – Độ chụm già hoá được xác định từ sự thay đổi % độ giãn dài điểm đứt**  
(phương pháp A: tốc độ không khí thấp)

Vật liệu	Sự thay đổi trung bình	Trong một phòng thí nghiệm		Giữa các phòng thí nghiệm		Số lượng các phòng thí nghiệm
		<i>r</i>	( <i>r</i> )	<i>R</i>	( <i>R</i> )	
	%					
NR	- 13,3	10,36	38	10,36	50	10
NBR	- 17,7	14,00		14,00		10
EPDM	- 66,5	4,85		7,44		10
AEM	0,8	7,72		17,12		10
Giá trị trung bình	- 24,2	9,2		12,2		
Độ chụm tương đối						

**Bảng 5 – Độ chụm già hoá được xác định từ sự thay đổi độ cứng (IRHD)**  
(phương pháp B: tốc độ không khí cao)

Vật liệu	Sự thay đổi trung bình	Trong một phòng thí nghiệm		Giữa các phòng thí nghiệm		Số lượng các phòng thí nghiệm
		<i>r</i>	( <i>r</i> )	<i>R</i>	( <i>R</i> )	
	%					
NR	4,1	5,14	30	5,14	49	10
NBR	8,7	3,20		5,29		10
EPDM	35,9	3,89		9,67		10
AEM	8,0	5,04		8,00		10
Giá trị trung bình	14,2	4,3		7,0		
Độ chụm tương đối						

**Bảng 6 – Độ chụm già hoá được xác định từ sự thay đổi độ bền kéo căng**  
(phương pháp B: tốc độ không khí cao)

Vật liệu	Sự thay đổi trung bình	Trong một phòng thí nghiệm		Giữa các phòng thí nghiệm		Số lượng các phòng thí nghiệm
		<i>R</i>	( <i>r</i> )	<i>R</i>	( <i>R</i> )	
	%					
NR	- 8,5	7,07	567	9,23	622	10
NBR	12,3	12,88		12,88		10
EPDM	7,9	11,88		11,88		10
AEM	- 4,4	8,93		10,73		10
Giá trị trung bình	1,8	10,2		11,2		
Độ chụm tương đối						

**Bảng 7 – Độ chụm già hoá được xác định từ sự thay đổi ứng suất tại độ giãn dài 100 %**  
(phương pháp B: tốc độ không khí cao)

Vật liệu	Sự thay đổi trung bình	Trong một phòng thí nghiệm		Giữa các phòng thí nghiệm		Số lượng các phòng thí nghiệm
		<i>r</i>	( <i>r</i> )	<i>R</i>	( <i>R</i> )	
NR	24,3	10,3	22	14,0	51	10
NBR	54,4	25,0		26,7		10
EPDM	392,1	62,5		194,0		10
AEM	19,3	12,0		14,1		10
Giá trị trung bình	122,5	27,4		62,2		
Độ chụm tương đối						

**Bảng 8 – Độ chụm già hoá được xác định từ sự thay đổi % độ giãn dài tại điểm đứt**  
(phương pháp B: tốc độ không khí cao)

Vật liệu	Sự thay đổi trung bình	Trong một phòng thí nghiệm		Giữa các phòng thí nghiệm		Số lượng các phòng thí nghiệm
		<i>r</i>	( <i>r</i> )	<i>R</i>	( <i>R</i> )	
NR	- 14,8	6,86	29	9,65	39	10
NBR	- 19,3	9,41		13,14		10
EPDM	- 73,0	5,76		8,89		10
AEM	- 3,3	9,39		11,80		10
Giá trị trung bình	- 27,6	7,9		10,9		
Độ chụm tương đối						

## 11 Báo cáo thử nghiệm

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

- a) viện dẫn tiêu chuẩn này;
- b) các chi tiết về mẫu:
  - 1) mô tả đầy đủ về mẫu và nguồn gốc mẫu,
  - 2) các chi tiết về hỗn hợp và điều kiện lưu hoá, nếu biết,
  - 3) khoảng thời gian giữa sự lưu hoá và thử nghiệm
  - 4) phương pháp sử dụng để chuẩn bị các mẫu thử (ví dụ, dập khuôn, cắt từ mẫu) và vị trí của mẫu thử trong mẫu;
- c) các chi tiết về sự già hoá:

**TCVN 2229 : 2007**

- 1) phương pháp và loại tử sấy được sử dụng,
  - 2) phép thử già hoá nhanh hay thử tính chịu nhiệt được thực hiện,
  - 3) các tính chất được xác định và loại mẫu thử sử dụng,
  - 4) nhiệt độ và khoảng thời gian già hoá,
  - 5) các điều kiện và thao tác bất kỳ không qui định trong Tiêu chuẩn này hay xem như không bắt buộc, cũng như việc bất ngờ xảy ra có ảnh hưởng đến kết quả;
- d) kết quả thử nghiệm:
- 1) số lượng mẫu thử được sử dụng,
  - 2) các giá trị riêng biệt trước và sau khi già hoá, biểu thị phù hợp với Tiêu chuẩn cho các phép thử tính chất thích hợp,
  - 3) sự thay đổi các giá trị tính chất, biểu thị bằng phần trăm hoặc, đối với độ cứng là hiệu giữa các giá trị;
- e) ngày tháng thử nghiệm.



## Phụ lục A

(tham khảo)

### Hướng dẫn sử dụng kết quả độ chụm

**A.1** Thủ tục chung đối với việc sử dụng độ chụm như sau: Ký hiệu  $|x_1 - x_2|$  chỉ sự chênh lệch dương của hai giá trị đo bất kỳ.

**A.2** Trên bảng độ chụm thích hợp (cho bất kỳ thông số thử nghiệm đang được xem xét) tại một giá trị trung bình (của thông số đã đo) gần nhất với giá trị thử trung bình. Dòng này cho  $r$ , ( $r$ ),  $R$  hoặc ( $R$ ) thích hợp để quyết định quá trình thử.

**A.3** Với giá trị  $r$  và ( $r$ ) này, có thể công bố độ lặp lại chung.

**A.3.1** Đối với chênh lệch tuyệt đối: Chênh lệch  $|x_1 - x_2|$  giữa hai giá trị trung bình thử nghiệm, tìm được trên mẫu vật liệu giống nhau trên danh nghĩa với thao tác bình thường và chính xác theo qui trình thử, đối với giá trị trung bình chỉ một trong 20 trường hợp được vượt các giá trị độ lặp lại  $r$  đã nêu trong bảng.

**A.3.2** Đối với chênh lệch phần trăm giữa hai giá trị thử trung bình: Chênh lệch phần trăm

$$\frac{|x_1 - x_2|}{\frac{1}{2}(x_1 + x_2)} \times 100$$

giữa hai giá trị thử, tìm được trên mẫu vật liệu giống nhau trên danh nghĩa với thao tác bình thường và chính xác theo qui trình thử, đối với giá trị trung bình chỉ một trong 20 trường hợp được vượt các giá trị độ lặp lại  $r$  đã nêu trong bảng.

**A.4** Với giá trị  $R$  và ( $R$ ) này có thể công bố độ tái lập chung.

**A.4.1** Đối với chênh lệch tuyệt đối: Chênh lệch tuyệt đối  $|x_1 - x_2|$  giữa hai giá trị trung bình thử được đo độc lập, tìm được trong hai phòng thí nghiệm, thực hiện các thao tác bình thường và chính xác theo qui trình thử, đối với giá trị trung bình chỉ một trong 20 trường hợp được vượt các giá trị độ tái lập  $R$  đã nêu trong bảng.

**A.4.2** Đối với chênh lệch phần trăm giữa hai giá trị thử trung bình: Chênh lệch phần trăm

$$\frac{|x_1 - x_2|}{\frac{1}{2}(x_1 + x_2)} \times 100$$

## TCVN 2229 : 2007

giữa hai giá trị trung bình thử được đo độc lập, tìm được trong hai phòng thí nghiệm, thực hiện các thao tác bình thường và chính xác theo qui trình thử, đối với giá trị trung bình chỉ một trong 20 trường hợp được vượt các giá trị độ tái lập  $R$  đã nêu trong bảng.

---