МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)
INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ ISO 2303— 2013

КАУЧУК ИЗОПРЕНОВЫЙ (IR) РАСТВОРНОЙ ПОЛИМЕРИЗАЦИИ, НЕ НАПОЛНЕННЫЙ МАСЛОМ

Методы оценки

(ISO 2303:2011, IDT)

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2014

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Цели, основные принципы и порядок проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены ГОСТ 1.0—92 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2—2009 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Правила разработки, принятия, применения, обновления и отмены»

Сведения о стандарте

1 ПОДГОТОВЛЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК 160 «Продукция нефтехимического комплекса», Научно-производственным республиканским унитарным предприятием «Белорусский государственный институт стандартизации и сертификации» (БелГИСС) на основе собственного аутентичного перевода на русский язык международного стандарта, указанного в пункте 4

2 ВНЕСЕН Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 27 сентября 2013 г. № 59-П)

За принятие проголосовали:

Краткое наименование страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Код страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Сокращенное наименование национального органа по стандартизации
Армения	AM	Минэкономики Республики Армения
Беларусь	BY	Госстандарт Республики Беларусь
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Молдова	MD	Молдова-Стандарт
Россия	RU	Росстандарт
Таджикистан	TJ	Таджикстандарт

4 Настоящий стандарт идентичен международному стандарту ISO 2303:2011 Isoprene rubber (IR) — Non-oil-extended, solution-polymerized types — Evaluation procedures (Изопреновый каучук (IR). Не наполненные маслом растворной полимеризации типы. Методы оценки).

Международный стандарт разработан подкомитетом SC 3 «Сырье (включая латекс) для резиновой промышленности» технического комитета ISO/TC 45 «Каучук и резиновые изделия» Международной организации по стандартизации ISO.

Перевод с английского языка (en).

Официальные экземпляры международного стандарта, на основе которого подготовлен настоящий межгосударственный стандарт, международных стандартов, на которые даны ссылки, имеются в Федеральном информационном фонде технических регламентов и стандартов.

Сведения о соответствии межгосударственных стандартов ссылочным международным стандартам приведены в дополнительном приложении ДА.

Степень соответствия — идентичная (IDT)

5 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 14 марта 2014 г. № 143-ст межгосударственный стандарт ГОСТ ISO 2303—2013 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 января 2016 г.

6 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодном информационном указателе «Национальные стандарты», а текст изменений и поправок — в ежемесячных информационных указателях «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». Соответствующая информация, уведомления и тексты размещаются также в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет

© Стандартинформ, 2014

В Российской Федерации настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии

Содержание

1 Область применения . . . 1
2 Нормативные ссылки . . . 1
3 Отбор и подготовка пробы . . . 2
4 Физические и химические методы испытаний . . . 2
5 Приготовление резиновых смесей для оценки изопреновых каучуков . . . 2
6 Определение вулканизационных характеристик на реометре . . . 7
7 Определение упругопрочностных свойств вулканизатов при растяжении . . . 8
8 Прецизионность . . . 8
9 Протокол испытаний . . . 8
Приложение А (справочное) Прецизионность при использовании вальцов и закрытого резиносмесителя . . . 9
Приложение В (справочное) Дополнительные значения прецизионности для натурального каучука . 11
Приложение ДА (справочное) Сведения о соответствии межгосударственных стандартов ссылочным международным стандартам . . . 14
Библиография . . . 15

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

КАУЧУК ИЗОПРЕНОВЫЙ (IR) РАСТВОРНОЙ ПОЛИМЕРИЗАЦИИ, НЕ НАПОЛНЕННЫЙ МАСЛОМ

Методы оценки

Isoprene rubber (IR) solution-polymerized types non-oil-extended. Evaluation methods

Дата введения — 2016—01—01

Предупреждение — Пользователи настоящего стандарта должны обладать навыками практической работы в лаборатории. Настоящий стандарт не предусматривает рассмотрение всех проблем безопасности, связанных с его применением. Пользователь настоящего стандарта несет ответственность за соблюдение техники безопасности, охрану здоровья, а также за соблюдение требований национального законодательства.

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на полиизопреновые каучуки (IR) растворной полимеризации, не наполненные маслом (общего назначения), и устанавливает физические и химические методы испытаний.

В настоящем стандарте приведены стандартные ингредиенты, стандартные рецептуры, используемое оборудование, режимы приготовления и вулканизации резиновых смесей для определения вулканизационных характеристик.

2 Нормативные ссылки

Для применения настоящего стандарта необходимы следующие ссылочные документы. Для датированных ссылок применяют только указанное издание ссылочного документа. Для недатированных ссылок применяют последнее издание ссылочного документа (включая все его изменения).

ISO 37 Rubber, vulcanized or thermoplastic — Determination of tensile stress-strain properties (Резина вулканизованная или термопластик. Определение упругопрочностных свойств при растяжении)

ISO 247:2006 Rubber — Determination of ash (Резина. Определение золы)

ISO 248-1 Rubber, raw — Determination of volatile-matter content — Part 1: Hot-mill method and oven method (Каучук. Определение содержания летучих веществ. Часть 1. Метод горячего вальцевания и метод с использованием термостата)

ISO 289-1 Rubber, unvulcanized — Determinations using a shearing-disc viscometer — Part 1: Determination of Mooney viscosity (Резина невулканизованная. Определения с использованием сдвигового вискозиметра. Часть 1. Определение вязкости по Муни)

ISO 1795 Rubber, raw natural and raw synthetic — Sampling and further preparative procedures (Каучук натуральный и синтетический. Отбор проб и дальнейшие подготовительные процедуры)

ISO 2393 Rubber test mixes — Preparation, mixing and vulcanization — Equipment and procedures (Резиновые смеси для испытаний. Приготовление, смешение и вулканизация. Оборудование и методы)

ISO 3417 Rubber — Measurement of vulcanization characteristics with the oscillating disc curemeter (Резина. Определение вулканизационных характеристик на реометре с колеблющимся диском)

ISO 6502 Rubber — Guide to the use of curemeters (Резина. Руководство по эксплуатации реометров)

Издание официальное

ISO 23529 Rubber — General procedures for preparing and conditioning test pieces for physical test methods (Резина. Общие методы подготовки и кондиционирования образцов для физических методов испытаний)

3 Отбор и подготовка пробы

3.1 Лабораторную пробу массой приблизительно 1,5 кг отбирают по ISO 1795.

3.2 Подготовка пробы — по ISO 1795.

4 Физические и химические методы испытаний

4.1 Определение вязкости по Муни

Вязкость по Муни определяют по ISO 289-1 на пробе, подготовленной по ISO 1795 без вальцевания. Результат испытания записывают как ML (1 + 4) при температуре 100 °С.

4.2 Определение летучих веществ

Содержание летучих веществ определяют по ISO 248-1.

4.3 Определение золы

Содержание золы определяют по ISO 247.

5 Приготовление резиновых смесей для оценки изопреновых каучуков

5.1 Стандартная рецептура

Стандартная рецептура приведена в таблице 1.

Для приготовления смесей используют национальные или международные стандартные ингредиенты. Если стандартные ингредиенты отсутствуют, используют ингредиенты, согласованные между заинтересованными сторонами.

Таблица 1 — Стандартная рецептура резиновой смеси для оценки каучуков

Наименование	Массовая часть
Изопреновый каучук (IR)	100,00
Стеариновая кислота	2,00
Оксид цинка	5,00
Сера	2,25
Контрольный промышленный технический углерод (N330)	35,00
TBBS[a)]	0,70
Всего	144,95

[a)] TBBS или N-*трет*-бутилбензотиазол-2-сульфенамид по ISO 6472. Поставляется в виде порошка с содержанием нерастворимого вещества не более 0,3 %, определяемого по ISO 11235. TBBS должен храниться в закрытом сосуде при температуре окружающей среды, содержание нерастворимого вещества следует проверять каждые 6 мес. Если содержание нерастворимого вещества более 0,75 %, TBBS бракуют. TBBS можно очистить перекристаллизацией (однако данная процедура не входит в область распространения настоящего стандарта).

5.2 Проведение испытаний

5.2.1 Оборудование и процедуры

Оборудование, процедуры подготовки, смешения и вулканизации смеси должны соответствовать ISO 2393.

5.2.2 Смешение на вальцах

5.2.2.1 Общие положения

Используют два метода (А и В) смешения на вальцах. Время смешения по методу В меньше, чем по методу А.

Смешение разными методами может привести к получению разных результатов. При проведении межлабораторных испытаний или при испытании серии смесей используют один метод смешения.

Для обоих методов масса загрузки ингредиентов в граммах для стандартных вальцов должна в четыре раза превышать массу, указанную в рецептуре. Температура поверхности валков при смешении должна быть (70 ± 5) °С.

При смешении в зазоре между валками следует поддерживать хорошо обрабатываемый запас смеси. Если при зазоре, установленном в 5.2.2.2 и 5.2.2.3, это не обеспечивается, регулируют зазор между валками.

5.2.2.2 Метод А

	Процедура смешения	Время обработки, мин	Общее время, мин
a)	Пропускают каучук два раза при зазоре между валками 0,5 мм приблизительно 2 мин, не допуская обволакивания валков, и взвешивают	2,0	2,0
b)	Вальцуют каучук при зазоре между валками 1,4 мм и делают по два подреза на $^3/_4$ валка с каждой стороны	2,0	4,0

Примечание — Некоторые типы изопренового каучука переходят на задний валок, при введении стеариновой кислоты каучук обычно переходит на передний валок. Кроме того, некоторые типы более жесткого изопренового каучука требуют более продолжительной пластикации перед введением ингредиентов для получения хорошо обрабатываемого запаса смеси.

c)	Устанавливают зазор между валками 1,7 мм и вводят стеариновую кислоту. Делают по одному подрезу на $^3/_4$ валка с каждой стороны	2,0	6,0
d)	Вводят оксид цинка и серу. Делают по два подреза на $^3/_4$ валка с каждой стороны	3,0	9,0
e)	Равномерно, с постоянной скоростью вдоль валков вводят технический углерод. После введения приблизительно 50 % технического углерода устанавливают зазор между валками 1,9 мм и подрезают смесь один раз на $^3/_4$ валка с каждой стороны, затем вводят остаток технического углерода, а также весь технический углерод, просыпавшийся на поддон вальцов. После введения всего технического углерода делают по одному подрезу на $^3/_4$ валка с каждой стороны	13,0	22,0
f)	Вводят TBBS при зазоре между валками 1,9 мм. Делают по три подреза на $^3/_4$ валка с каждой стороны	3,0	25,0
g)	Срезают смесь с валков. Устанавливают зазор между валками 0,8 мм и пропускают шесть раз свернутую в рулон смесь перпендикулярно поверхности валков	3,0	28,0

h) Листуют смесь до толщины приблизительно 6 мм и проводят контрольное взвешивание (см. ISO 2393). Если масса смеси отличается от расчетной больше, чем на плюс 0,5 % или минус 1,5 %, смесь бракуют и проводят повторное смешение.

i) Отбирают достаточное количество смеси для оценки вулканизационных характеристик по ISO 3417 или ISO 6502. Перед проведением испытаний выдерживают смесь 2—24 ч по возможности при стандартной температуре и влажности по ISO 23529.

j) Листуют смесь до толщины приблизительно 2,2 мм для подготовки пластин для испытаний или до требуемой толщины для подготовки образцов в форме колец по ISO 37.

k) Выдерживают смесь 2—24 ч перед вулканизацией по возможности при стандартной температуре и влажности по ISO 23529.

5.2.2.3 Метод В

Процедура смешения		Время обработки, мин	Общее время, мин
a)	Пропускают каучук два раза между валками при зазоре (0,5 ± 0,1) мм без вальцевания, затем вальцуют, пропуская каучук между валками и постепенно увеличивая зазор до 1,4 мм	2,0	2,0
b)	Вводят стеариновую кислоту. Делают по одному подрезу на $^3/_4$ валка с каждой стороны	2,0	4,0
c)	Вводят серу и оксид цинка. Делают по два подреза на $^3/_4$ валка с каждой стороны	3,0	7,0
d)	Вводят 50 % технического углерода. Делают по два подреза на $^3/_4$ валка с каждой стороны	3,0	10,0
e)	Вводят оставшуюся половину технического углерода, а также весь технический углерод, просыпавшийся на поддон вальцов. Делают по три подреза на $^3/_4$ валка с каждой стороны	5,0	15,0
f)	Вводят TBBS. Делают по три подреза на $^3/_4$ валка с каждой стороны	3,0	18,0
g)	Срезают смесь с валков. Устанавливают зазор между валками (0,5 ± 0,1) мм и пропускают шесть раз свернутую в рулон смесь перпендикулярно поверхности валков	2,0	20,0

h) Листуют смесь до толщины приблизительно 6 мм и проводят контрольное взвешивание (см. ISO 2393). Если масса смеси отличается от расчетной более чем на плюс 0,5 % или минус 1,5 %, смесь бракуют и проводят повторное смешение.

i) Отбирают достаточное количество смеси для оценки вулканизационных характеристик по ISO 3417 или ISO 6502. До проведения испытаний выдерживают смесь 2—24 ч по возможности при стандартной температуре и влажности по ISO 23529.

j) Листуют смесь до толщины приблизительно 2,2 мм для подготовки пластин для испытаний или до требуемой толщины для подготовки образцов в форме колец по ISO 37.

k) Перед вулканизацией выдерживают смесь 2—24 ч по возможности при стандартной температуре и влажности по ISO 23529.

5.2.3 Смешение в закрытом резиносмесителе

5.2.3.1 Общие положения

Для закрытого резиносмесителя номинальным объемом 65—2000 см^3 масса одноразовой загрузки ингредиентов должна быть равна номинальному объему смесителя в кубических сантиметрах, умноженному на плотность резиновой смеси. Для каждой загрузки смешиваемых ингредиентов рабочие режимы закрытого резиносмесителя должны быть такими же, как при приготовлении серии идентичных смесей. На начальной стадии приготовления каждой серии смесей для испытаний ингредиенты, подлежащие обработке при соответствующих режимах загрузки, смешивают по такой же рецептуре, как для испытуемых смесей. После выгрузки смеси и перед последующей загрузкой ингредиентов охлаждают закрытый резиносмеситель до температуры ниже 60 °С. Режим контроля температуры не должен меняться при смешении серии смесей для испытаний.

5.2.3.2 Одностадийное смешение

При смешении должно быть обеспечено равномерное распределение всех ингредиентов. Температура выгружаемой после смешения смеси не должна превышать 120 °С. Для выполнения данного требования при необходимости регулируют массу загрузки, температуру в камере смесителя и/или угловую скорость вращения ротора.

Примечание 1 — Ингредиенты резиновой смеси, кроме каучука, технического углерода и масла, можно вводить в резиносмеситель закрытого типа более точно и с меньшими усилиями, если предварительно смешать их в соотношении, указанном в рецептуре. Такие смеси можно приготовить с помощью ступки и пестика, смешением в течение 10 мин в биконическом смесителе с преобразователем частоты вращения или в смесителе другого типа в течение пяти периодов по 3 с, очищая материал с внутренней поверхности смесителя после каждого смешения в течение 3 с. Можно использовать смеситель Уоринга (Waring blender)[1)].

Предостережение — При смешении более 3 с стеариновая кислота может расплавиться, что будет препятствовать равномерному распределению ингредиентов.

Примечание 2 — Используют следующую процедуру смешения в резиносмесителе закрытого типа.

	Процедура смешения	Время обработки, мин	Общее время, мин
a)	Загружают каучук, опускают затвор и пластицируют каучук	1,0	1,0
b)	Поднимают затвор и вводят предварительно смешанные оксид цинка, серу, стеариновую кислоту и TBBS, при этом следят за тем, чтобы не было потерь. Затем вводят технический углерод, очищают горловину смесителя и поверхность затвора и опускают затвор	1,0	2,0
c)	Проводят смешение	7,0	9,0
d)	Отключают двигатель, поднимают затвор, извлекают смесительную камеру и выгружают смесь. Записывают максимальную температуру смеси.		
e)	После выгрузки пропускают смесь на вальцах при температуре поверхности валков (70 ± 5) °С один раз при зазоре между валками 0,5 мм, затем два раза — при зазоре между валками 0,3 мм.		
f)	Листуют смесь до толщины приблизительно 6 мм и проводят контрольное взвешивание (см. ISO 2393). Если масса смеси отличается от расчетной более чем на плюс 0,5 % или минус 1,5 %, смесь бракуют и проводят повторное смешение.		
g)	Отбирают достаточное количество смеси для оценки вулканизационных характеристик по ISO 3417 или ISO 6502. Перед проведением испытаний выдерживают смесь 2—24 ч по возможности при стандартной температуре и влажности по ISO 23529.		
h)	Листуют смесь до толщины приблизительно 2,2 мм для подготовки пластин для испытаний или до требуемой толщины для подготовки образцов в форме колец по ISO 37.		
i)	Перед вулканизацией выдерживают смесь 2—24 ч по возможности при стандартной температуре и влажности по ISO 23529.		

5.2.3.3 Двухстадийное смешение с использованием вальцов для завершающей стадии

5.2.3.3.1 Общие положения

После выгрузки смеси и перед последующей загрузкой ингредиентов охлаждают закрытый резиносмеситель до температуры ниже 60 °С.

5.2.3.3.2 Стадия 1 — начальное смешение

При смешении должно быть обеспечено равномерное распределение всех ингредиентов. Температура выгружаемой смеси после смешения должна быть в пределах 150 °С—170 °С. Для выполнения данного требования при необходимости регулируют массу, температуру в смесительной камере и/или угловую скорость вращения ротора.

[1)] Такой смеситель имеется в продаже. Информация приведена для удобства пользователей настоящего стандарта и не является рекламой ISO.

Примечание — Используют следующую процедуру начального смешения.

	Процедура смешения	Время обработки, мин	Общее время, мин
a)	Устанавливают температуру закрытого резиносмесителя (60 ± 3) °С. Закрывают дверцу загрузки ингредиентов, устанавливают угловую скорость вращения роторов 77 об/мин и поднимают затвор	—	—
b)	Загружают 50 % каучука, вводят весь технический углерод, оксид цинка и стеариновую кислоту, затем загружают оставшуюся половину каучука. Опускают затвор	0,5	0,5
c)	Проводят смешение	3,0	3,5
d)	Поднимают затвор и очищают горловину смесителя и верхнюю часть затвора. Опускают затвор	0,5	4,0
e)	Проводят смешение	0,5	4,5
f)	Выгружают смесь	1,5	6,0
g)	После выгрузки смеси сразу проверяют ее температуру подходящим устройством измерения температуры. Если значение температуры вне пределов диапазона 150 °С—170 °С, смесь бракуют.		
h)	Пропускают смесь три раза при зазоре между валками 2,5 мм и температуре поверхности валков (70 ± 5) °С.		
i)	Листуют смесь до толщины приблизительно 10 мм и проводят контрольное взвешивание (см. ISO 2393). Если масса смеси отличается от расчетной более чем на плюс 0,5 % или минус 1,5 %, смесь бракуют и проводят повторное смешение.		
j)	Выдерживают смесь от 30 мин до 24 ч по возможности при стандартной температуре и влажности по ISO 23529.		

Закрытые резиносмесители небольшого объема не обеспечивают получение достаточного количества смеси для завершающей стадии смешения на вальцах, поскольку требуется масса смеси, в три раза превышающая указанную в рецептуре. В таких случаях закрытый резиносмеситель можно использовать для завершающей стадии смешения. Регулируют температуру в смесительной камере и/или массу загрузки для того, чтобы конечная температура выгружаемой смеси не превышала 120 °С.

5.2.3.3.3 Стадия 2 — окончательное смешение

Перед проведением окончательного смешения выдерживают смесь не менее 30 мин или до достижения температуры окружающей среды. При смешении обеспечивают равномерное распределение всех ингредиентов. Температура выгружаемой смеси после смешения не должна превышать 120 °С.

Для выполнения данного требования при использовании закрытого резиносмесителя при необходимости регулируют массу загрузки, температуру в смесительной камере и/или угловую скорость вращения ротора. При смешении на вальцах устанавливают и поддерживают температуру поверхности валков (70 ± 5) °С. Масса загрузки ингредиентов в граммах для стандартных вальцов должна в два раза превышать массу, указанную в рецептуре. Для качественного вальцевания в зазоре между валками следует поддерживать обрабатываемый запас смеси. Если при установленном зазоре, как указано ниже, это не обеспечивается, регулируют зазор между валками.

Примечание 1 — Используют следующую процедуру завершающей стадии смешения в закрытом резиносмесителе.

	Процедура смешения	Время обработки, мин	Общее время, мин
a)	Закрывают дверцу для загрузки смеси, устанавливают угловую скорость вращения роторов и поднимают затвор	—	—
b)	Загружают каучук, серу и ускоритель и опускают затвор	0,5	0,5
c)	Проводят смешение	1,5	2,0
d)	Поднимают затвор, открывают камеру для смешения и выгружают смесь. Записывают максимальную температуру смеси	0,5	2,5

e)	После выгрузки пропускают смесь четыре раза на вальцах при зазоре между валками 0,8 мм и температуре поверхности валков (70 ± 5) °С	0,5	3,0

f) Листуют смесь до толщины приблизительно 6 мм и проводят контрольное взвешивание (см. ISO 2393). Если масса смеси отличается от расчетной более чем на плюс 0,5 % или минус 1,5 %, смесь бракуют и проводят повторное смешение.

g) Отбирают достаточное количество смеси для оценки вулканизационных характеристик по ISO 3417 или ISO 6502. Перед проведением испытаний выдерживают смесь 2—24 ч по возможности при стандартной температуре и влажности по ISO 23529.

h) Листуют смесь до толщины приблизительно 2,2 мм для подготовки пластин для испытаний или до требуемой толщины для подготовки образцов в форме колец по ISO 37.

i) Перед вулканизацией выдерживают смесь 2—24 ч по возможности при стандартной температуре и влажности по ISO 23529.

Примечание 2 — Используют следующую процедуру завершающей стадии смешения на лабораторных вальцах.

	Процедура смешения	Время обработки, мин	Общее время, мин
a)	Вальцуют маточную смесь на медленном валке при температуре поверхности валков (70 ± 5) °С и зазоре между валками 1,9 мм	—	—
b)	Вводят ускорители. Смесь не подрезают до тех пор, пока ускорители полностью не войдут в смесь. Затем делают по три подреза на $^3/_4$ валка с каждой стороны	3,0	3,0
c)	Вводят серу. Смесь не подрезают до тех пор, пока сера полностью не войдет в смесь. Затем делают по три подреза на $^3/_4$ валка с каждой стороны	3,0	6,0
d)	Срезают смесь с вальцов. Устанавливают зазор между валками 0,8 мм и пропускают шесть раз свернутую в рулон смесь перпендикулярно поверхности валков, вводя рулон то одним, то другим концом вперед поочередно	2,0	8,0
e)	Устанавливают зазор между валками приблизительно 6 мм и пропускают шесть раз свернутую в рулон смесь перпендикулярно поверхности валков, вводя рулон то одним, то другим концом вперед поочередно. Листуют смесь	1,0	9,0

f) Проводят контрольное взвешивание смеси (см. ISO 2393). Если масса смеси отличается от расчетной более чем на плюс 0,5 % или минус 1,5 %, смесь бракуют и проводят повторное смешение.

g) Отбирают достаточное количество смеси для оценки вулканизационных характеристик по ISO 3417 или ISO 6502. До проведения испытаний выдерживают смесь 2—24 ч по возможности при стандартной температуре и влажности по ISO 23529.

h) Листуют смесь до толщины приблизительно 2,2 мм для подготовки пластин для испытаний или до требуемой толщины для подготовки образцов в форме колец по ISO 37.

i) Перед вулканизацией выдерживают смесь 2—24 ч по возможности при стандартной температуре и влажности по ISO 23529.

6 Определение вулканизационных характеристик на реометре

Предупреждение — При вулканизации могут образовываться нитрозамины.

6.1 Использование реометра с колеблющимся диском

Определяют стандартные характеристики M_L, M_H за определенное время t_{s1}, $t'_c(50)$ и $t'_c(90)$ по ISO 3417 при следующих условиях испытаний:

- частота колебаний: 1,7 Гц (100 циклов в мин);
- амплитуда колебаний: 1° дуги;
- чувствительность: выбирается для получения смещения не менее 75 % шкалы при M_H (для не-

которых каучуков смещение 75 % не достигается);

- температура полуформ: (160,0 ± 0,3) °С;
- время предварительного прогрева — не нормируется.

6.2 Использование безроторного реометра

Определяют стандартные характеристики F_L, F_H за определенное время $t'_c(50)$ и $t'_c(90)$ по ISO 6502 при следующих условиях испытаний:

- частота колебаний: 1,7 Гц (100 циклов в мин);
- амплитуда колебаний: 0,5° дуги;
- чувствительность: выбирается для получения смещения не менее 75 % шкалы при F_H (для некоторых каучуков смещение 75 % не достигается);
- температура полуформ: (160,0 ± 0,3) °С;
- время предварительного прогрева — не нормируется.

7 Определение упругопрочностных свойств вулканизатов при растяжении

Вулканизуют пластины при температуре 135 °С в течение трех периодов времени, выбранных из 20, 30, 40 и 60 мин.

Три выбранных периода вулканизации должны включать подвулканизацию, оптимум вулканизации и предельную степень вулканизации испытуемого материала.

Вулканизованные пластины выдерживают 16—96 ч при стандартной температуре и по возможности при стандартной влажности по ISO 23529.

Упругопрочностные свойства вулканизатов при растяжении определяют по ISO 37.

8 Прецизионность

Сведения о прецизионности приведены в приложении А.

9 Протокол испытаний

Протокол испытаний должен содержать:

a) обозначение настоящего стандарта;
b) информацию, необходимую для идентификации пробы;
c) время и температуру определения вязкости по Муни, а также информацию о вальцевании;
d) метод определения золы (метод А или В по ISO 247);
e) используемую стандартную рецептуру;
f) использованные стандартные ингредиенты;
g) использованную процедуру смешения;
h) условия кондиционирования (согласно 5.2.2.2, 5.2.2.3, 5.2.3.2 или 5.2.3.3);
i) информацию в соответствии с разделом 6:
   - обозначение стандарта на метод испытания (ISO 3417 или ISO 6502);
   - время измерения M_H или F_H;
j) периоды вулканизации (раздел 7);
k) любые отклонения, отмеченные при испытаниях;
l) процедуры, не предусмотренные настоящим стандартом или ссылочными стандартами, а также необязательные процедуры;
m) результаты испытаний с указанием единиц измерения;
n) дату проведения испытаний.

Приложение А
(справочное)

Прецизионность при использовании вальцов и закрытого резиносмесителя

А.1 Общие положения

Программа межлабораторных испытаний (ITP) была выполнена с использованием процедур и руководящих указаний по ISO/TR 9272. В ISO/TR 9272 также приведена подробная информация и терминология определения прецизионности.

При выполнении ITP вычисляли прецизионность типа 2 (межлабораторную) определения вулканизационных характеристик смеси на основе изопренового каучука с использованием реометра с колеблющимся диском. Процедуру смешения на вальцах (метод А) использовали 5 лабораторий, процедуру двухстадийного смешения (с применением закрытого резиносмесителя на начальной стадии смешения и вальцов — на завершающей стадии) — 8 лабораторий. В каждой лаборатории испытание проводили в 3 разных дня.

Прецизионность, установленную при выполнении ITP, не следует использовать при приемочных испытаниях любой группы материалов или продукции без документального подтверждения того, что показатели применимы к этим конкретным материалам (продукции) и протоколам испытаний, включающим данный метод.

А.2 Результаты

А.2.1 Общие положения

Прецизионность (повторяемость и воспроизводимость) определения вулканизационных характеристик смеси, полученной при смешении на вальцах, приведена в таблице А.1, при смешении в закрытом резиносмесителе — в таблице А.2.

Таблица А.1 — Прецизионность определения вулканизационных характеристик (метод А — смешение на вальцах)

Характеристика	Среднее значение[a)]	Внутрилабораторная прецизионность			Межлабораторная прецизионность		
		s_r	r	(r)	s_R	R	(R)
M_L, дН · м	6,05	0,15	0,40	6,61	0,36	1,01	16,69
M_H, дН · м	39,87	0,25	0,69	1,73	1,73	4,86	12,19
t_{s1}, мин	3,19	0,19	0,53	16,61	0,36	1,00	31,35
$t'_c(50)$, мин	4,97	0,07	0,20	4,02	0,14	0,39	7,85
$t'_c(90)$, мин	7,09	0,08	0,23	3,24	0,10	0,28	3,95

[a)] Измерения проводили при следующих условиях: 160 °С, 1,7 Гц, амплитуде 1° дуги. Для вычисления (r) и (R) использованы средние значения.

Использованы следующие обозначения:
s_r — стандартное отклонение повторяемости;
r — повторяемость, в единицах измерения;
(r) — повторяемость, % отн.;
s_R — стандартное отклонение воспроизводимости;
R — воспроизводимость, в единицах измерения;
(R) — воспроизводимость, % отн.

Таблица А.2 — Прецизионность определения вулканизационных характеристик (двухстадийное смешение с использованием закрытого резиносмесителя и вальцов)

Характеристика	Среднее значение[a)]	Внутрилабораторная прецизионность			Межлабораторная прецизионность		
		s_r	r	(r)	s_R	R	(R)
M_L, дН · м	6,85	0,09	0,26	3,80	0,18	0,50	7,30

Окончание таблицы А.2

Характеристика	Среднее значение[a)]	Внутрилабораторная прецизионность			Межлабораторная прецизионность		
		s_r	r	(r)	s_R	R	(R)
M_H, дН · м	39,12	0,44	1,24	3,17	1,15	3,21	8,20
t_{s1}, мин	3,82	0,09	0,26	6,80	0,24	0,66	17,28
$t'_c(50)$, мин	6,23	0,07	0,19	3,04	0,45	1,25	20,06
$t'_c(90)$, мин	8,47	0,10	0,27	3,19	0,44	1,23	14,52

[a)] Измерения проводили при следующих условиях: 160 °С, 1,7 Гц, амплитуде 1° дуги. Для вычисления (r) и (R) использованы средние значения.

Использованы следующие обозначения:

s_r — стандартное отклонение повторяемости.

r — повторяемость, в единицах измерения;

(r) — повторяемость, % отн.;

s_R — стандартное отклонение воспроизводимости,

R — воспроизводимость, в единицах измерения;

(R) — воспроизводимость, % отн.

А.2.2 Повторяемость *r*

Повторяемость метода испытаний приведена в таблице А.1 или А.2. Результаты двух отдельных испытаний, отличающиеся более чем на указанное значение, следует считать недостоверными и требующими проведения соответствующей проверки.

А.2.3 Воспроизводимость *R*

Воспроизводимость метода испытаний приведена в таблице А.1 или А.2. Результаты двух отдельных испытаний, отличающиеся более чем на указанное значение, следует считать недостоверными и требующими проведения соответствующей проверки.

Приложение В
(справочное)

Дополнительные значения прецизионности для натурального каучука

Прецизионность (см. таблицы В.1—В.4) определения вулканизационных характеристик и упругопрочностных свойств вулканизатов на основе натурального каучука (смешение на вальцах и в закрытом смесителе), а также информация о ITP и интерпретация результатов приведены в ISO 1658:2009, приложение В.

Таблица В.1 — Прецизионность (типа 2) определения упругопрочностных свойств вулканизатов (смешение на вальцах)

Характеристика	Среднее значение	Внутрилабораторная прецизионность			Межлабораторная прецизионность			Количество лабораторий
		s_r	r	(r)	s_R	R	(R)	
Напряжение при удлинении 100 %, (S_{100}), МПа	2,70	0,029	0,080	3,00	0,092	0,26	9,70	5
Напряжение при удлинении 200 %, (S_{200}), МПа	7,10	0,12	0,33	4,60	0,40	1,13	21,90	5
Напряжение при удлинении 300 %, (S_{300}), МПа	13,50	0,16	0,45	3,30	0,93	2,60	19,30	5
Относительное удлинение при разрыве, %	527	11,2	31,5	20,2	38,0	106,0	20,20	6
Прочность при растяжении, МПа	28,7	0,39	1,09	3,80	3,31	9,30	32,30	6
Общее среднее значение		—	—	6,98	—	—	20,70	

Использованы следующие обозначения:
s_r — стандартное отклонение повторяемости;
r — повторяемость, в единицах измерения,
(r) — повторяемость, % отн.;
s_R — стандартное отклонение воспроизводимости;
R — воспроизводимость, в единицах измерения;
(R) — воспроизводимость, % отн.

Таблица В.2 — Прецизионность (типа 2) определения вулканизационных характеристик (смешение на вальцах)

Характеристика	Среднее значение	Внутрилабораторная прецизионность			Межлабораторная прецизионность			Количество лабораторий
		s_r	r	(r)	s_R	R	(R)	
M_L, дН · м	14,70	0,22	0,62	4,20	1,96	5,50	37,30	4
M_H, дН · м	1,62	0,09	0,25	15,4	0,29	0,82	50,6	5
t_{s1}, мин	1,58	0,04	0,12	7,60	0,39	1,09	69,1	5
$t'_c(50)$, мин	3,17	0,12	0,34	10,60	0,27	0,75	23,5	6
$t'_c(90)$, мин	5,40	0,12	0,34	6,30	0,19	0,53	9,90	5

Окончание таблицы В.2

Характеристика	Среднее значение	Внутрилабораторная прецизионность			Межлабораторная прецизионность			Количество лабораторий
		s_r	r	(r)	s_R	R	(R)	
Вязкость по Муни ML (1 + 4) при температуре 100 °С	51,8	2,35	6,57	12,7	3,85	10,8	20,8	5
Общее среднее значение		—	—	8,82	—	—	38,1	
Использованы следующие обозначения: s_r — стандартное отклонение повторяемости, r — повторяемость, в единицах измерения; (r) — повторяемость, % отн.; s_R — стандартное отклонение воспроизводимости, R — воспроизводимость, в единицах измерения; (R) — воспроизводимость, % отн.								

Таблица В.3 — Прецизионность (типа 2) определения упругопрочностных свойств вулканизатов (смешение в закрытом резиносмесителе)

Характеристика	Среднее значение	Внутрилабораторная прецизионность			Межлабораторная прецизионность			Количество лабораторий
		s_r	r	(r)	s_R	R	(R)	
Напряжение при удлинении 100 %, (S_{100}), МПа	2,55	0,05	0,13	5,10	0,23	0,64	25,2	8
Напряжение при удлинении 200 %, (S_{200}), МПа	6,69	0,15	0,43	6,40	0,61	1,70	25,4	8
Напряжение при удлинении 300 %, (S_{300}), МПа	13,0	0,20	0,56	4,30	0,83	2,33	18,0	8
Относительное удлинение при разрыве, %	518	7,10	19,9	3,80	19,6	54,9	10,6	6
Прочности при растяжении, МПа	29,2	0,44	1,24	4,20	2,66	7,46	25,5	8
Общее среднее значение		—	—	4,76	—	—	20,9	
Использованы следующие обозначения: s_r — стандартное отклонение повторяемости. r — повторяемость, в единицах измерения; (r) — повторяемость, % отн.; s_R — стандартное отклонение воспроизводимости, R — воспроизводимость, в единицах измерения; (R) — воспроизводимость, % отн.								

Таблица В.4 — Прецизионность (типа 2) определения вулканизационных характеристик (смешение в закрытом смесителе)

Характеристика	Среднее значение	Внутрилабораторная прецизионность			Межлабораторная прецизионность			Количество лабораторий
		s_r	r	(r)	s_R	R	(R)	
M_L, дН · м	14,9	0,15	0,41	2,80	0,81	2,26	15,2	7
M_H, дН · м	1,94	0,06	0,17	8,80	0,18	0,49	25,2	8
t_{s1}, мин	1,57	0,04	0,12	7,40	0,33	0,91	58,2	9
$t'_c(50)$, мин	3,00	0,06	0,17	5,70	0,34	0,95	31,7	7
$t'_c(90)$, мин	5,40	0,09	0,26	4,90	0,33	0,93	17,3	6
Вязкость по Муни ML(1 + 4) при температуре 100 °С	55,8	1,42	3,97	7,10	2,19	6,12	11,0	8
Общее среднее значение		—	—	5,92	—	—	29,5	

Использованы следующие обозначения:
s_r — стандартное отклонение повторяемости;
r — повторяемость, в единицах измерения,
(r) — повторяемость, % отн.;
s_R — стандартное отклонение воспроизводимости;
R — воспроизводимость, в единицах измерения;
(R) — воспроизводимость, % отн.

Приложение ДА
(справочное)

Сведения о соответствии межгосударственных стандартов ссылочным международным стандартам

Таблица ДА.1

Обозначение и наименование ссылочного международного стандарта	Степень соответствия	Обозначение и наименование межгосударственного стандарта
ISO 37:2011 Резина вулканизованная или термопластичная. Определение упругопрочностных свойств при растяжении	IDT	ГОСТ ISO 37—2013 Резина или термопластик. Определение упругопрочностных свойств при растяжении
ISO 247:2006 Резина. Определение золы	IDT	ГОСТ ISO 247—2013 Каучук и резина. Определение золы
ISO 248-1:2011 Каучук. Определение содержания летучих веществ. Часть 1. Метод горячего вальцевания и метод с использованием термостата	IDT	ГОСТ ISO 248-1—2013 Каучук. Определение содержания летучих веществ. Часть 1. Метод горячего вальцевания и метод с использованием термостата
ISO 289-1:2005 Резина невулканизованная. Определения с использованием сдвигового вискозиметра. Часть 1. Определение вязкости по Муни	—	*
ISO 1795:2007 Каучук натуральный и синтетический. Отбор проб и дальнейшие подготовительные процедуры	NEQ	ГОСТ ИСО 1795—96 Каучук натуральный и синтетический. Отбор проб и дальнейшие подготовительные процедуры
ISO 2393:2014 Смеси резиновые для испытаний. Приготовление, смешение и вулканизация. Оборудование и методы	NEQ	ГОСТ 30263—96 Смеси резиновые для испытания. Приготовление, смешение и вулканизация. Оборудование и методы
ISO 3417:2008 Резина. Определение вулканизационных характеристик на реометре с колеблющимся диском	—	*
ISO 6502:1999 Резина. Руководство по эксплуатации реометров	—	*
ISO 23529:2010 Резина. Общие методы подготовки и кондиционирования образцов для физических методов испытаний	IDT	ГОСТ ISO 23529—2013 Резина. Общие методы приготовления и кондиционирования образцов для определения физических свойств

* Соответствующий межгосударственный стандарт отсутствует. До его утверждения рекомендуется использовать перевод на русский язык данного международного стандарта. Перевод данного международного стандарта находится в Федеральном информационном фонде технических регламентов и стандартов.

Примечание — В настоящей таблице использованы следующие условные обозначения степени соответствия стандартов:
- IDT — идентичные стандарты;
- NEQ — неэквивалентные стандарты.

Библиография

[1] ISO 1658:2009 — Natural rubber (NR) — Evaluation procedure
[Натуральный каучук (NR). Метод оценки]

[2] ISO 6472:2010 — Rubber compounding ingredients — Symbols and abbreviated terms
(Ингредиенты резиновой смеси. Символы и сокращенные термины)

[3] ISO/TR 9272:2005 — Rubber and rubber products — Determination of precision for test method standards
(Резина и резиновые изделия. Определение прецизионности для стандартных методов испытаний)

[4] ISO 11235:1999 — Rubber compounding ingredients — Sulfenamide accelerators — Test methods
(Ингредиенты резиновой смеси. Сульфенамидные ускорители. Методы испытаний)

УДК 678.762.3:006.354 МКС 83.060 IDT

Ключевые слова: изопреновый каучук растворной полимеризации, не наполненный маслом, методы оценки

Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *И.А. Королева*
Компьютерная верстка *А.Н. Золотаревой*

Сдано в набор 15.05.2014. Подписано в печать 28.05.2014. Формат 60×84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 2,32. Уч.-изд. л. 1,70. Тираж 38 экз. Зак. 2176.

Издано и отпечатано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.
gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru