МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)

INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ ISO 2322— 2018

КАУЧУК БУТАДИЕН-СТИРОЛЬНЫЙ (SBR) ЭМУЛЬСИОННОЙ И РАСТВОРНОЙ ПОЛИМЕРИЗАЦИИ

Методы оценки

[ISO 2322:2014, Styrene-butadiene rubber (SBR) — Emulsion- and solution-polymerized types — Evaluation procedures, IDT]

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2018

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Цели, основные принципы и основной порядок проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены в ГОСТ 1.0—2015 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2—2015 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Правила разработки, принятия, обновления и отмены»

Сведения о стандарте

1 ПОДГОТОВЛЕН Федеральным государственным унитарным предприятием «Всероссийский научно-исследовательский институт стандартизации материалов и технологий» (ФГУП «ВНИИ СМТ»), Техническим комитетом по стандартизации ТК 160 «Продукция нефтехимического комплекса» на основе собственного перевода на русский язык англоязычной версии стандарта, указанного в пункте 5

2 ВНЕСЕН Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 30 мая 2018 г. № 109-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
Азербайджан	AZ	Азстандарт
Армения	AM	Минэкономики Республики Армения
Беларусь	BY	Госстандарт Республики Беларусь
Грузия	GE	Грузстандарт
Казахстан	KZ	Госстандарт Республики Казахстан
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Молдова	MD	Институт стандартизации Молдовы
Россия	RU	Росстандарт
Таджикистан	TJ	Таджикстандарт
Туркменистан	TM	Главгосслужба «Туркменстандартлары»
Узбекистан	UZ	Узстандарт
Украина	UA	Минэкономразвития Украины

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 11 октября 2018 г. № 752-ст межгосударственный стандарт ГОСТ ISO 2322—2018 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 июля 2019 г.

5 Настоящий стандарт идентичен международному стандарту ISO 2322:2014 «Бутадиен-стирольный каучук (SBR). Типы эмульсионной и растворной полимеризации. Процедуры оценки» («Styrene-butadiene rubber (SBR) — Emulsion- and solution-polymerized types — Evaluation procedures», IDT).

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

Наименование настоящего стандарта изменено относительно наименования указанного международного стандарта для приведения в соответствие с ГОСТ 1.5 (подраздел 3.6).

При применении настоящего стандарта рекомендуется использовать вместо ссылочных международных стандартов соответствующие им межгосударственные стандарты, сведения о которых приведены в дополнительном приложении ДА

6 ВЗАМЕН ГОСТ ISO 2322—2013

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

© ISO, 2014 — Все права сохраняются
© Стандартинформ, оформление, 2018

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 проб и дальнейшие подготовительные процедуры 2
4 Физические и химические методы испытаний каучука 2
5 Приготовление резиновых смесей для оценки каучука 2
6 Определение вулканизационных характеристик на реометре 7
7 Определение упругопрочностных свойств вулканизатов при растяжении 7
8 Прецизионность 8
9 Протокол испытаний 8
Приложение А (справочное) Прецизионность 9
Приложение В (справочное) Примеры 14
Приложение ДА (справочное) Сведения о соответствии ссылочных международных стандартов межгосударственным стандартам 15
Библиография 16

М Е Ж Г О С У Д А Р С Т В Е Н Н Ы Й С Т А Н Д А Р Т

КАУЧУК БУТАДИЕН-СТИРОЛЬНЫЙ (SBR) ЭМУЛЬСИОННОЙ И РАСТВОРНОЙ ПОЛИМЕРИЗАЦИИ

Методы оценки

Emulsion- and solution-polymerized styrene-butadiene rubber (SBR). Evaluation procedures

Дата введения — 2019—07—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 устанавливает:

- методы определения физических и химических свойств каучуков;
- стандартные материалы, стандартные рецептуры для испытаний, оборудование и методы обработки для оценки вулканизационных характеристик бутадиен-стирольных каучуков (SBR) эмульсионной и растворной полимеризации, в том числе маслонаполненных.

Настоящий стандарт распространяется на типы каучуков, приведенные в таблице 1, как правило, используемые в форме вулканизатов.

Таблица 1 — Типы бутадиен-стирольных каучуков

Каучук (маслонаполненный или не наполненный маслом)	Стирол		
	Тип сополимера	Общее содержание, % масс.	Содержание блок-сополимера, % масс
Группа А			
Эмульсионный SBR	Статистический	≤ 50	0
Растворный SBR	Статистический	≤ 50	0
Растворный SBR	Частичный блок-сополимер	≤ 50	≤ 30
Группа В			
Эмульсионный SBR	Статистический	> 50	0
Растворный SBR	Статистический	> 50	0
Растворный SBR	Частичный блок-сополимер	≤ 50	>30

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

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)

Издание официальное

ISO 248-2, Rubber, raw — Determination of volatile-matter content — Part 2: Thermogravimetric methods using an automatic analyser with an infrared drying unit (Каучук. Определение содержания летучих веществ. Часть 2. Термогравиметрические методы с использованием автоматического анализатора с инфракрасной установкой для сушки)

ISO 289-1, Rubber, unvulcanized — Determinations using a shearing-disc viscometer — Part 1: Determination of Mooney viscosity (Резина невулканизованная. Испытания 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 процедуры)

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

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

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

3 Отбор проб и дальнейшие подготовительные процедуры

3.1 Отбирают лабораторную пробу массой приблизительно 1,5 кг по ISO 1795.

3.2 Готовят образцы для испытаний по ISO 1795.

4 Физические и химические методы испытаний каучука

4.1 Определение вязкости по Муни

Вязкость по Муни определяют по ISO 289-1 на образце, подготовленном в соответствии с предпочтительной процедурой по ISO 1795 (без вальцевания каучука). Результат испытаний записывают как ML (1 + 4) при температуре 100 °C.

Если значение ML (1 + 4) при температуре 100 °C превышает 100 единиц по Муни, можно использовать малый ротор, а результат записать как MS (1 + 4) при температуре 100 °C.

Вязкость по Муни можно также определять на образце, подготовленном вальцеванием в соответствии с ISO 1795, но при этом получают худшую воспроизводимость и результаты могут отличаться.

4.2 Определение летучих веществ

Содержание летучих веществ определяют по ISO 248-1, используя метод вальцевания или с применением термостата, или по ISO 248-2.

4.3 Определение золы

Содержание золы определяют по ISO 247:2006 (метод A или метод B).

5 Приготовление резиновых смесей для оценки каучука

5.1 Стандартные рецептуры

Стандартные рецептуры приведены в таблице 2.

Для приготовления смесей используют национальные или международные стандартные контрольные ингредиенты.

При отсутствии стандартных ингредиентов используют ингредиенты, согласованные между заинтересованными сторонами.

Таблица 2 — Стандартные рецептуры

Ингредиент	Массовая часть для группы	
	A	B
Бутадиен-стирольный каучук (SBR) (включая масло в маслонаполненном SBR)	100,00	—
Стандартный каучук SBR 1500[a)]	—	65,00
Каучук SBR (группа B)	—	35,00
Сера	1,75	1,75
Стеариновая кислота	1,00	1,00
Контрольный промышленный технический углерод[b)]	50,00	35,00
Оксид цинка	3,00	3,00
TBBS[c)]	1,00	1,00
Всего	156,75	141,75

[a)] В настоящее время не применяют ранее используемый SBR 1500 EST, применяют имеющийся в продаже SBR 1500. Тип каучука согласовывают заинтересованные стороны.

[b)] Используют очередную партию контрольного промышленного технического углерода. Сушат в течение 1 ч при температуре (125 ± 3) °C и хранят в герметичном сосуде.

[c)] N-*трет*-бутилбензотиазол-2-сульфенамид (TBBS) поставляют в виде порошка с исходным содержанием нерастворимого вещества, определяемым по [3], не более 0,3 %. Ингредиент следует хранить при температуре окружающей среды в закрытом сосуде, содержание нерастворимого вещества проверяют через каждые 6 мес. Если содержание нерастворимого вещества превышает 0,75 %, материал бракуют или перекристаллизовывают.

5.2 Альтернативные рецептуры для маслонаполненных каучуков

В таблице 3 приведены стандартные рецептуры по [4], используемые для оценки маслонаполненного каучука SBR общего назначения в зависимости от содержания в нем масла. Такие рецептуры смесей можно использовать вместо рецептур, приведенных в таблице 2.

Таблица 3 — Альтернативные рецептуры для маслонаполненных каучуков

Наименование	Количество (массовая часть)					
Номер рецептуры	1B	2B	3B	4B	5B	6B
Массовая часть масла	25	37,5	50	62,5	75	*Y*[a)]
Маслонаполненный каучук	125,00	137,50	150,00	162,50	175,00	100 + *Y*
Оксид цинка	3,00	3,00	3,00	3,00	3,00	3,00
Сера	1,75	1,75	1,75	1,75	1,75	1,75
Стеариновая кислота	1,00	1,00	1,00	1,00	1,00	1,00
Контрольный промышленный технический углерод[b)]	62,50	68,75	75,00	81,25	87,50	(100 + *Y*)/2
TBBS[c)]	1,25	1,38	1,50	1,63	1,75	(100 + *Y*)/100
Всего	194,50	213,38	232,25	251,13	270,00	—

[a)] *Y* — массовая часть масла на 100 частей базового полимера в маслонаполненном каучуке.

[b)] Используют очередную партию контрольного промышленного технического углерода. Сушат в течение 1 ч при температуре (125 ± 3) °C и хранят в герметичном сосуде.

[c)] N-*трет*-бутилбензотиазол-2-сульфенамид (TBBS). Поставляют в виде порошка с исходным содержанием нерастворимого вещества, определяемым в соответствии с [3], не более 0,3 %. Ингредиент хранят при комнатной температуре в закрытом сосуде, содержание нерастворимого вещества проверяют через каждые 6 мес. Если содержание нерастворимого вещества превышает 0,75 %, материал бракуют или перекристаллизовывают.

5.3 Процедура

5.3.1 Оборудование и методы

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

Применяют три альтернативных метода смешения, но по ISO 2393 предпочтительно использовать лабораторный закрытый резиносмеситель:

- метод А — смешение на вальцах;
- метод В — одностадийное смешение в лабораторном закрытом резиносмесителе (предпочтительный метод);
- метод С — двухстадийное смешение: стадия 1 — смешение в лабораторном закрытом резиносмесителе, завершающая стадия смешения — на вальцах.

5.3.2 Метод А — Смешение на лабораторных вальцах

Масса загрузки ингредиентов, г, для стандартных лабораторных вальцов должна в четыре раза превышать массу, указанную в рецептуре (т. е. 4 · 156,75 г = 627 г или 4 · 141,75 г = 567 г). Поддерживают температуру поверхности валков (50 ± 5) °С. При смешении в зазоре валков поддерживают хорошо обрабатываемый запас смеси. Если при установленном зазоре, как указано ниже, это не достигается, может потребоваться регулировка зазора между валками.

Процедура смешения	Группа А		Группа В	
	Время обработки, мин	Общее время, мин	Время обработки, мин	Общее время, мин
a) Гомогенизируют каучук группы В при зазоре между валками 1,1 мм и температуре поверхности валков (100 ± 5) °С	—	—	1,0	1,0
b) Вальцуют каучук при зазоре между валками 1,1 мм и делают подрезы на ¾ валка с каждой стороны через каждые 30 с. После вальцевания каучука SBR 1500 добавляют каучук, гомогенизированный по перечислению a), и делают подрезы на ¾ валка с каждой стороны через каждые 30 с	7,0	7,0	—	—
	—	—	8,0	9,0
c) Вводят серу, равномерно распределяя по поверхности каучука	2,0	9,0	2,0	11,0
d) Вводят стеариновую кислоту. Делают по одному подрезу на ¾ валка с каждой стороны	2,0	11,0	2,0	13,0
e) Вводят технический углерод, равномерно распределяя по всей длине валка. После введения примерно половины требуемой массы увеличивают зазор между валками до 1,4 мм и делают по одному подрезу на ¾ валка с каждой стороны. Затем вводят оставшийся технический углерод и просыпавшийся на поддон вальцов. После введения всего технического углерода увеличивают зазор между валками до 1,8 мм и делают по одному подрезу на ¾ валка с каждой стороны	12,0	23,0	12,0	25,0
f) Вводят оксид цинка и TBBS при зазоре между валками 1,8 мм	3,0	26,0	3,0	28,0
g) Делают по три подреза на ¾ валка с каждой стороны	2,0	28,0	2,0	30,0
h) Срезают смесь с вальцов. Устанавливают зазор между валками 0,8 мм и пропускают шесть раз свернутую рулоном смесь перпендикулярно поверхности валков	2,0	30,0	2,0	32,0

i) Листуют смесь до толщины приблизительно 6 мм, увеличивая зазор между валками и пропуская через них смесь четыре раза, каждый раз складывая ее вдвое. Проводят контрольное взвешивание (см. ISO 2393). Если масса отличается от расчетной более чем на $^{+0,5}_{-1,5}$ %, смесь бракуют и проводят повторное смешение. Отбирают достаточное количество материала для испытаний на реометре

j) Листуют оставшуюся смесь на вальцах до толщины приблизительно 2,2 мм для подготовки пластин для испытаний или до требуемой толщины для подготовки образцов в форме колец в соответствии с ISO 37

k) После смешения выдерживают смесь в течение 2—24 ч перед вулканизацией по возможности при стандартной температуре и влажности в соответствии с ISO 23529.

5.3.3 Метод В — Одностадийное смешение в закрытом резиносмесителе

Для лабораторных закрытых резиносмесителей номинальной вместимостью от 65 до 2000 $см^3$ масса загрузки ингредиентов должна быть равна номинальной вместимости смесителя в кубических сантиметрах, умноженной на плотность резиновой смеси. При приготовлении серии идентичных смесей для каждой загрузки смешиваемых ингредиентов рабочие режимы лабораторного закрытого резиносмесителя должны быть одинаковыми. На начальной стадии приготовления каждой серии смесей для испытаний ингредиенты, подлежащие обработке при соответствующих режимах, смешивают по той же рецептуре, как для испытуемых смесей. После выгрузки смеси и перед последующей загрузкой ингредиентов лабораторный закрытый резиносмеситель охлаждают до температуры 60 °С. При смешении серии смесей режим контроля температуры не должен меняться.

Техника смешения должна обеспечивать хорошее диспергирование всех ингредиентов.

Температура выгружаемой смеси после смешения должна быть не выше 120 °С. При необходимости для выполнения этого условия регулируют массу загрузки или начальную температуру головки смесителя.

Примечание 1 — Для лабораторных закрытых резиносмесителей разных размеров рекомендуемые рабочие режимы смешения приведены в таблице А.6.

Ингредиенты резиновой смеси, кроме каучука, технического углерода и масла, можно вводить в резиносмеситель закрытого типа более точно и с меньшими затратами усилий, если предварительно смешать их в соотношении, указанном в рецептуре. Такие смеси можно приготовить с помощью ступки и пестика, путем смешения в течение 10 мин в биконическом смесителе с вращающимся стержнем-интенсификатором или в смесителе другого типа в течение пяти периодов по 3 с, счищая материал с внутренней поверхности смесителя после каждого трехсекундного периода смешения. Пригодным для данного метода считается блендер Уоринга (Waring blender). Предупреждение — при смешении более 3 с может расплавиться стеариновая кислота, что будет препятствовать равномерному распределению ингредиентов.

Примечание 2 — Общая процедура смешения в лабораторном закрытом резиносмесителе следующая:

Операция 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 и стеариновую кислоту, при этом следят за тем, чтобы не было потерь. Затем вводят технический углерод, очищают горловину смесительной камеры и опускают затвор	1,0	2,0
c) Проводят смешение	5,0	7,0
d) Поднимают затвор и вводят предварительно смешанные серу и TBBS, при этом следят за тем, чтобы не было потерь. Очищают горловину смесительной камеры и опускают затвор	2,0	9,0
e) Отключают двигатель, поднимают затвор, извлекают камеру для смешения и выгружают смесь. Записывают максимальную температуру смеси.		

После выгрузки пропускают смесь на вальцах при температуре поверхности валков (50 ± 5) °С и зазоре между валками 0,5 мм один раз, затем два раза при зазоре между валками 3,0 мм.

Проводят контрольное взвешивание и записывают массу смеси. Если масса отличается от расчетной более чем на $^{+0,5}_{-1,5}$ %, смесь бракуют и проводят повторное смешение.

При необходимости готовят образцы для определения вулканизационных характеристик по ISO 3417 или ISO 6502. Перед проведением испытания выдерживают образцы в течение 2—24 ч по возможности при стандартной температуре и влажности в соответствии с ISO 23529.

При необходимости листуют смесь толщиной не более 2,2 мм для подготовки пластин для испытаний или до определенной толщины для подготовки образцов в форме колец в соответствии с ISO 37. Для получения каландрового эффекта четыре раза пропускают сложенную вдвое пластину между вал-

ками при соответствующем зазоре и температуре поверхности валков (50 ± 5) °С. Охлаждают лист на плоской сухой поверхности.

После смешения выдерживают смесь в течение 2—24 ч перед вулканизацией, по возможности при стандартной температуре и влажности в соответствии с ISO 23529.

5.3.4 Метод С — Двухстадийное смешение: в лабораторном закрытом резиносмесителе на начальной стадии и на вальцах — на завершающей стадии

5.3.4.1 Стадия 1 — начальное смешение

Техника смешения должна обеспечивать хорошее диспергирование всех ингредиентов.

Температура выгружаемой смеси после смешения должна быть от 150 °С до 170 °С. При необходимости для выполнения этого условия регулируют массу загрузки или начальную температуру головки смесителя.

Примечание 1 — Для лабораторного закрытого резиносмесителя номинальной вместимостью (1170 ± 40) $см^3$ пригодны следующие режимы смешения:

- масса загрузки для каучуков группы А должна быть в 8,5 раза более массы, указанной в рецептуре (8,5 · 156,75 г = 1332,37 г), для каучуков группы В — в 9,5 раза более массы, указанной в рецептуре (9,5 · 141,75 г = 1346,62 г);
- угловая скорость вращения ротора — (77 ± 10) об/мин.

Примечание 2 — Общая процедура начального смешения с использованием лабораторного закрытого резиносмесителя следующая:

Операция смешения	Время обработки, мин	Общее время, мин
a) Устанавливают начальную температуру лабораторного закрытого резиносмесителя (50 ± 3) °С. Закрывают дверцу, запускают роторы и поднимают затвор	—	—
b) Загружают каучук, опускают затвор и пластицируют каучук	0,5	0,5
c) Поднимают затвор, вводят оксид цинка, стеариновую кислоту и технический углерод. Опускают затвор	0,5	1,0
d) Проводят смешение	2,0	3,0
e) Поднимают затвор и очищают горловину смесителя и верхнюю часть затвора. Опускают затвор	0,5	3,5
f) Проводят смешение	1,5	5,0
g) Выгружают смесь		

Непосредственно после выгрузки проверяют температуру смеси подходящим устройством измерения температуры. Если измеренная температура выходит за пределы диапазона 150 °С—170 °С, смесь бракуют. Пропускают смесь три раза на вальцах при зазоре между валками 2,5 мм и температуре поверхности валков (50 ± 5) °С. Листуют смесь до толщины приблизительно 10 мм и проводят контрольное взвешивание. Если масса отличается от расчетной более чем на $^{+0,5}_{1,5}$ %, смесь бракуют и проводят повторное смешение.

Выдерживают смесь от 30 мин до 24 ч по возможности при стандартной температуре и влажности в соответствии с ISO 23529.

Лабораторные закрытые резиносмесители небольших размеров не обеспечивают получение достаточного количества смеси для окончательного смешения на вальцах, так как масса загрузки должна в три раза превышать массу, требуемую по рецептуре. В таких случаях лабораторный закрытый резиносмеситель можно использовать для окончательного смешения. Может потребоваться регулировка температуры головки смесителя или массы загрузки для того, чтобы конечная температура выгружаемой смеси была не более 120 °С.

5.3.4.2 Окончательное смешение на вальцах

При окончательном смешении в зазоре между валками поддерживают хорошо обрабатываемый запас смеси. Если при установленном зазоре между валками это не достигается, зазор необходимо отрегулировать.

Операция смешения	Время обработки, мин	Общее время, мин
a) Масса загрузки ингредиентов в граммах для стандартных вальцов должна в три раза превышать массу, указанную в рецептуре	—	—

b) Устанавливают зазор между валками 1,5 мм и температуру поверхности валков (50 ± 5) °С	—	—
c) Вальцуют маточную смесь на медленном валке	1,0	1,0
d) Вводят серу и ускоритель вулканизации. Смесь не подрезают до тех пор, пока сера или ускоритель полностью не диспергируются в каучуке	1,5	2,5
e) Делают три подреза на ¾ валка с каждой стороны с интервалом 15 с между подрезами	2,5	5,0
f) Срезают смесь с вальцов. Устанавливают зазор между валками 0,8 мм и пропускают шесть раз свернутую в рулон смесь перпендикулярно к поверхности валков поочередно с каждого конца	2,0	7,0

g) Листуют смесь на вальцах до толщины приблизительно 2,2 мм для подготовки пластин для испытаний или до требуемой толщины для подготовки образцов в форме колец в соответствии с ISO 37. Проводят контрольное взвешивание и записывают массу смеси. Если масса отличается от расчетной более чем на $^{+0,5}_{-1,5}$ %, смесь бракуют и проводят повторное смешение

h) Выдерживают смесь в течение 2—24 ч после смешения до вулканизации по возможности при стандартных температуре и влажности в соответствии с ISO 23529

6 Определение вулканизационных характеристик на реометре

6.1 Использование реометра с колеблющимся диском

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

- частота колебаний: 1,7 Гц (100 циклов/мин);
- амплитуда колебаний: 1°;
- чувствительность: выбирают для получения смещения не менее 75 % шкалы при M_H (для некоторых 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 M_L, M_H за определенное время t_{s1}, $t'_c(50)$ и $t'_c(90)$ в соответствии с ISO 6502 при следующих условиях испытаний:

- частота колебаний: 1,7 Гц (100 циклов/мин);
- амплитуда колебаний: 0,5°;
- чувствительность: выбирают для получения смещения не менее 75 % шкалы при M_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 предпочтительно при температуре 145 °С в течение трех периодов, выбранных из серии 15, 25, 35, 50 и 75 мин.

Допускается вулканизовать пластины при температуре 150 °С в течение трех периодов, выбранных из серии 10, 15, 20, 25, 30, 35 и 50 мин. Следует отметить, что результаты, полученные при данных режимах, отличаются от результатов, полученных для предпочтительных режимов вулканизации.

Три выбранных периода вулканизации должны включать подвулканизацию, оптимум и предельную степень вулканизации испытуемой смеси.

Вулканизованные пластины выдерживают в течение 16—96 ч при стандартной температуре и, при возможности, при стандартной влажности в соответствии с ISO 23529.

Упругопрочностные свойства 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) полную информацию, необходимую для идентификации пробы;

c) метод определения содержания летучих веществ (по ISO 248-1, вальцевание или метод с использованием термостата, или по ISO 248-2);

d) метод определения золы (метод А или метод В по ISO 247:2006);

e) использованные стандартные контрольные ингредиенты;

f) использованную стандартную рецептуру смеси;

g) процедуру смешения;

h) режим кондиционирования по 5.3.2k), 5.3.3 или 5.3.4.2h) и разделу 7;

i) метод испытаний на реометре по разделу 6 (ISO 3417 или ISO 6502);

j) время определения значения M_H на реометре;

k) температуру и времена вулканизации по разделу 7;

l) любые отклонения, отмеченные при испытаниях;

m) все процедуры, не предусмотренные настоящим стандартом или стандартами, на которые даны ссылки, а также все необязательные процедуры;

n) результаты испытаний с указанием единиц измерения;

o) дату проведения испытаний.

Приложение А
(справочное)

Прецизионность

А.1 Общие положения

В 1986 и 2003 гг. организованы две программы межлабораторных испытаний (ITP). В ITP 1986 г. для смешения использовали вальцы, в ITP 2003 г. — вальцы и лабораторный закрытый резиносмеситель.

Показатели прецизионности, определенные в рамках данных ITP, не следует использовать для приемочных испытаний какой-либо группы материалов или продукции без документального подтверждения того, что данные показатели применимы к этим материалам или продукции.

А.2 Прецизионность для смешения на вальцах, полученная по ITP 1986 г.

А.2.1 Информация о ITP

А.2.1.1 Испытаны две смеси, приготовленные по рецептуре на основе каучуков группы А:

- А-1, содержащие маслонаполненный каучук SBR тип 1712;
- А-2, содержащие не наполненный маслом каучук SBR тип 1500.

Также испытана одна смесь, приготовленная по рецептуре на основе каучука группы В — А-3, SBR с высоким содержанием стирола.

Смеси приготовлены в каждой из 13 лабораторий, принявших участие в ITP, в каждый из двух дней с интервалом примерно 1 нед. Смеси приготовлены из специальных образцов ингредиентов, отобранных от однородных партий и направленных в лаборатории перед проведением испытаний. Упругопрочностные свойства при растяжении определяли на вулканизованных пластинах каждой смеси или композиции в соответствии с программой испытаний.

А.2.1.2 Модуль (напряжение при 300 %-ном удлинении), прочность при разрыве и удлинение при разрыве определяли на образцах в форме двухсторонней лопатки в соответствии с ISO 37, за результат испытаний принимали медианное значение пяти определений. Прецизионность рассчитывают как прецизионность типа 2, период времени для повторяемости и воспроизводимости берут по шкале дней.

В приложении В приведены комментарии к показателям прецизионности.

А.2.2 Показатели прецизионности

Вычисления прецизионности для выражения повторяемости и воспроизводимости выполнены в соответствии с [1].

Показатели прецизионности приведены в таблице А.1. В таблице А.1 использованы следующие обозначения:

r — повторяемость, единицы измерения. Повторяемость — значение, ниже которого с установленной доверительной вероятностью находится абсолютная разность двух результатов испытаний, проведенных в одной лаборатории.

(*r*) — относительная повторяемость, %.

Два результата испытаний получены в одной лаборатории с использованием одного и того же метода на номинально идентичных материалах в одинаковых условиях (один и тот же оператор, одни и те же оборудование и лаборатория) в течение установленного периода времени. Если отсутствуют другие указания, установленная доверительная вероятность равна 95 %.

R — воспроизводимость, единицы измерения. Воспроизводимость — значение, ниже которого с установленной доверительной вероятностью находится абсолютная разность двух результатов испытаний, проведенных в разных лабораториях.

(*R*) — относительная воспроизводимость, %.

Два результата испытаний получены в разных лабораториях с использованием одного и того же метода на номинально идентичных материалах в разных условиях (разные операторы, разное оборудование и разные лаборатории) в течение установленного периода времени. Если отсутствуют другие указания, установленная доверительная вероятность равна 95 %.

Таблица А.1 — Прецизионность типа 2 при определении упругопрочностных свойств при растяжении (смешение на вальцах)

Рецептура	Среднее значение	Внутрилабораторная прецизионность		Межлабораторная прецизионность	
		r	(*r*)	*R*	(*R*)
Напряжение при 300 %-ном удлинении, МПа					
SBR A-2	12,3	1,62	13,1	3,83	31,1

Окончание таблицы А.1

Рецептура	Среднее значение	Внутрилабораторная прецизионность		Межлабораторная прецизионность	
		r	(*r*)	*R*	(*R*)
SBR A-1	14,6	1,80	12,3	3,86	26,5
SBR A-3	16,0	2,36	14,8	6,12	38,2
Прочность при растяжении, МПа					
SBR A-2	20,3	2,05	10,1	3,09	15,2
SBR A-3	23,4	4,70	20,1	4,70	20,1
SBR A-1	25,5	2,50	9,79	3,60	14,1
Удлинение при разрыве, %					
SBR A-3	434	52,0	11,9	200	46,2
SBR A-2	481	56,6	11,8	103	21,5
SBR A-1	481	51,6	10,7	66,2	13,8

А.3 Прецизионность для смешения на вальцах и в закрытом резиносмесителе, полученная по ITP 2003 г.

А.3.1 Сведения о ITP

ITP по оценке прецизионности с использованием лабораторных вальцов и закрытых резиносмесителей разных размеров проведена на резиновых смесях, приготовленных по рецептуре с использованием каучука группы А — SBR 1500 (Europrene 1500 EST8). ITP проводят в рамках технического пересмотра ISO 2393:1994.

Примечание — Использованы смесители закрытого типа — микросмесители, закрытые смесители и лабораторные смесители.

ITP выполняют с использованием методов и руководств, изложенных в [2]. Во время проведения ITP [2] (разработка взамен [1]) находился на стадии голосования. Использованы термины и другие статистические элементы, приведенные в [2].

Для оценки каждого метода смешения определяют упругопрочностные свойства при растяжении и характеристики на реометре. Прецизионность методов определения упругопрочностных свойств вычисляют для определения напряжения (модуля) при 100 %-ном, 200 %-ном и 300 %-ном удлинении, удлинения при разрыве и прочности при разрыве. Прецизионность метода измерения на реометре вычисляют для M_H (максимальный крутящий момент), M_L (минимальный крутящий момент), t_{s1} (время подвулканизации или время, необходимое для повышения крутящего момента на 1 дН · м), $t'_C(50)$ (время, необходимое для достижения 50 % от полного крутящего момента) и $t'_C(90)$ (время, необходимое для достижения 90 % от полного крутящего момента). Определена прецизионность типа 2. Резиновые смеси приготовлены и испытаны в каждый из двух дней с интервалом 1 нед.

Для проведения испытаний каждой приготовленной смеси (определение упругопрочностных свойств и измерения на реометре) в каждый из двух дней для каждого типа вулканизата в каждый из двух дней испытаний приготовлены отдельные смеси с использованием однородных ингредиентов. За результат испытаний принимают среднее значение двух параллельных определений, проведенных в каждый из двух дней испытаний, прецизионность рассчитана с использованием этих результатов.

В программе испытаний с использованием закрытых резиносмесителей разных типов или размеров принимают участие девять лабораторий. Вместимость резиносмесителей, используемых в эксперименте по оценке прецизионности, составляла 80, 270, 379, 588, 1580 и 1600 см^3.

Кроме определения прецизионности оценивают влияние типа резиносмесителя (размер и другие рабочие условия) на результаты испытаний (также комментарии по данному вопросу см. в ISO 2393:2008, приложение С). Некоторые лаборатории предоставляют данные, полученные при использовании резиносмесителей разной вместимости. Данные, полученные при использовании разных резиносмесителей, включены в базу ITP как данные, полученные от отдельных лабораторий. Это позволило получить базу данных, эквивалентную участию 12 лабораторий. Каждая комбинация «резиносмеситель—лаборатория» обозначена как условная лаборатория (псевдолаборатория).

А.3.2 Показатели прецизионности

Показатели прецизионности при использовании двух методов приготовления смесей для определения упругопрочностных свойств и измерений на реометре приведены в таблицах А.2—А.5. Эти результаты получены при применении варианта 1 исключения выбросов, изложенного в [2]. Основные положения по использованию показателей прецизионности приведены ниже. Показатели прецизионности представлены в виде показателей абсолютной прецизионности *r* и *R* и относительной прецизионности (*r*) и (*R*).

Повторяемость

Повторяемость или прецизионность локальной области для каждого метода испытаний установлена в виде значений, приведенных в таблицах А.2—А.5, для каждого определяемого показателя, указанного в этих таблицах. Два отдельных результата испытаний, полученные в одной и той же лаборатории (при правильном применении настоящего стандарта), которые отличаются более чем на приведенные в таблице значения r в единицах измерения или (r) в процентах, следует считать недостоверными, т. е. полученными из разных генеральных совокупностей. В этом случае требуется проведение соответствующей проверки.

Воспроизводимость

Воспроизводимость или прецизионность общей области для каждого метода испытаний установлена в виде значений, приведенных в таблицах А.2—А.5, для каждого определяемого параметра, указанного в этих таблицах. Два отдельных результата испытаний, полученные в разных лабораториях (при правильном применении настоящего стандарта), которые отличаются более чем на приведенные в таблице значения R в единицах измерения или (R) в процентах, следует считать недостоверными, т. е. полученными из разных генеральных совокупностей. В этом случае требуется проведение соответствующей проверки.

А.3.3 Сравнение значений относительной воспроизводимости

Общее среднее или общая относительная воспроизводимость (R), значения которой приведены в таблицах А.2—А.5, указывает на расхождение относительной воспроизводимости результатов, полученных при смешении на вальцах и в резиносмесителе закрытого типа.

Значения (R) в таблицах А.2 и А.3 результатов определения упругопрочностных свойств и измерений на реометре для смесей, приготовленных на вальцах, составляют 19,0 % и 20,3 % соответственно, а значения в таблицах А.4 и А.5 для результатов определений упругопрочностных свойств и измерений на реометре для смесей, приготовленных в закрытом смесителе, составляют 17,9 % и 28,7 % соответственно.

Общая относительная воспроизводимость результатов определений упругопрочностных свойств при приготовлении смеси на вальцах и в закрытом резиносмесителе практически одинакова и составляет 19,0 % и 17,9 % соответственно. Однако для результатов измерений на реометре значения относительной воспроизводимости при приготовлении смеси на вальцах и в закрытом резиносмесителе отличаются и составляют 20,3 % и 28,7 % соответственно. Больший межлабораторый разброс обусловлен использованием в разных лабораториях разных закрытых резиносмесителей.

Таблица А.2 — Прецизионность (тип 2) определения упругопрочностных характеристик вулканизатов (смешение на вальцах)

Наименование показателя	Среднее значение	Внутрилабораторная прецизионность			Межлабораторная прецизионность			Количество лабораторий[a)]
		s_r	r	(r)	s_R	R	(R)	
S_{100}, МПа	3,02	0,068	0,19	6,35	0,178	0,50	16,5	4
S_{200}, МПа	9,03	0,22	0,63	6,94	0,64	1,79	19,8	4
S_{300}, МПа	16,7	0,493	1,38	8,29	1,20	3,36	20,2	6
Удлинение при разрыве, %	492	16,7	46,7	9,49	20,8	58,3	11,9	7
Прочность при разрыве, МПа	27,5	0,600	1,68	6,11	2,62	7,35	26,7	8
Общее среднее значение		7,4			19,0			

[a)] Окончательное количество лабораторий, оставшихся в ITP после исключения выбросов (по варианту 1).

Примечание — Использованы следующие обозначения:

s_r — внутрилабораторное стандартное отклонение, единицы измерения;

r — повторяемость, единицы измерения;

(r) — повторяемость, проценты от среднего значения;

s_R — межлабораторное стандартное отклонение (для общего межлабораторного разброса), единицы измерения;

R — воспроизводимость, единицы измерения;

(R) — воспроизводимость, проценты от среднего значения.

Таблица А.3 — Прецизионность (тип 2) измерений на реометре (смешение на вальцах)

Наименование показателя	Среднее значение	Внутрилабораторная прецизионность			Межлабораторная прецизионность			Количество лабораторий[a)]
		s_r	r	(r)	s_R	R	(R)	
M_H, дН · м	19,1	0,328	0,92	4,79	2,65	7,41	38,7	9
M_L, дН · м	2,64	0,060	0,16	6,08	0,160	0,44	16,8	7
t_{s1}, мин	2,44	0,091	0,26	10,5	0,193	0,54	22,1	8
t'_c (50), мин	7,02	0,067	0,19	2,66	0,328	0,92	13,1	7
t'_c (90), мин	13,4	0,110	0,31	2,34	0,520	1,47	10,9	6
Общее среднее значение		5,3			20,3			

[a)] Окончательное количество лабораторий, оставшихся в ITP после исключения выбросов (по варианту 1).

Примечание — Определения использованных обозначений приведены в таблице А.2.

Таблица А.4 — Прецизионность (тип 2) определения упругопрочностных характеристик вулканизатов (смешение в закрытом резиносмесителе)

Наименование показателя	Среднее значение	Внутрилабораторная прецизионность			Межлабораторная прецизионность			Количество лабораторий[a)]
		s_r	r	(r)	s_R	R	(R)	
S_{100}, МПа	3,06	0,076	0,220	7,15	0,144	0,402	13,1	7
S_{200}, МПа	9,12	0,222	0,622	6,81	0,441	1,24	13,5	7
S_{300}, МПа	16,7	0,444	1,24	7,32	0,841	2,36	13,9	10
Удлинение при разрыве, %	456	19,25	53,9	11,8	46,90	131,5	28,8	11
Прочность при разрыве, МПа	27,5	1,036	2,90	10,6	1,993	5,58	20,3	11
Общее среднее значение		8,7			17,9			

[a)] Окончательное количество лабораторий, оставшихся в ITP после исключения выбросов (по варианту 1).

Примечание — Определения использованных обозначений приведены в таблице А.2.

Таблица А.5 — Прецизионность (тип 2) измерений на реометре (смешение в закрытом резиносмесителе)

Наименование показателя	Среднее значение	Внутрилабораторная повторяемость			Межлабораторная воспроизводимость			Количество лабораторий[a)]
		s_r	r	(r)	s_R	R	(R)	
M_H, дН · м	20,3	0,162	0,450	2,24	2,21	6,19	30,5	10
M_L, дН · м	2,73	0,070	0,180	6,71	0,240	0,670	24,6	11
t_{s1}, мин	1,71	0,061	0,170	9,99	0,334	0,934	54,8	10
t'_c (50), мин	6,16	0,149	0,420	6,76	0,35	0,99	16,0	9
t'_c (90), мин	13,5	0,23	0,640	4,72	0,84	2,35	17,5	10
Общее среднее значение		6,1			28,7			

[a)] Окончательное количество лабораторий, оставшихся в ITP после исключения выбросов (по варианту 1).

Примечание — Определения использованных обозначений приведены в таблице А.2.

А.3.4 Смещение

Смещение представляет собой разность между средним значением результатов определений и опорным (или действительным) значением определяемой характеристики. Опорных значений для данного метода испытания не существует, следовательно, смещение не может быть установлено.

А.3.5 Рабочие режимы закрытого резиносмесителя

В таблице А.6 приведены режимы смешения для каждого закрытого резиносмесителя, использованного в лабораториях — участницах ITP 2003 г.

Таблица А.6 — Краткое описание режимов смешения, использованных в ITP 2003 г.

Параметр	Значение					
Начальная температура головки, °С	50	70	60	60	60	60
Угловая скорость вращения ротора, об/мин	60	60	60	60	60	60
Тип ротора	Эксцентриковый	Бэнбери	Бэнбери	Бэнбери	Бэнбери	Бэнбери
Свободный объем, $см^3$	80	80	270	270	379	379
Коэффициент загрузки смесительной камеры	0,42	0,41	1	1	1,6	1,6
Загрузка, %	72	70	53	53	60	60
Цикл, мин	5	7	9	9	9	9
Начальная температура в камере, °С	60	60	60	50	40	40
Угловая скорость ротора, об/мин	60	60	60	77	30	30
Тип ротора	Бэнбери	Бэнбери	Бэнбери	Бэнбери	Бэнбери	Бэнбери
Свободный объем, $см^3$	379	588	588	1500	1580	1600
Коэффициент загрузки смесительной камеры	1,6	2,48	2,48	8,43	6,1	7,85
Загрузка, %	60	60	60	80	55	70
Цикл, мин	9	9	9	8	7	7

Приложение В
(справочное)

Примеры

Пример приведен в таблице А.1.

В.1 Согласно таблице А.1 повторяемость и воспроизводимость при определении прочности при разрыве для каучука SBR А-3 одинаковые, что объясняется небольшой базой данных (небольшим количеством лабораторий), когда разброс значений для 1-го и 2-го дня значителен наряду с тем, что среднее значение за первый и второй день снижает межлабораторный разброс.

В.2 Равные значения повторяемости и воспроизводимости получают, когда действуют два главных механизма образования внутрилабораторной погрешности, т. е. распределение вероятностей s_{ij} является бимодальным. Существование второго верхнего (более высокого значения) пика резко увеличивает r и (r) в пределах одной лаборатории и приводит к равенству значений r и R. Для данной ITP с участием 13 лабораторий наиболее вероятно бимодальное распределение.

В.3 Результаты прецизионности, полученные при испытании каучуков SBR других типов, по сравнению с испытанными в рамках программ могут отличаться.

Приложение ДА
(справочное)

Сведения о соответствии ссылочных международных стандартов межгосударственным стандартам

Таблица ДА.1

Обозначение ссылочного международного стандарта	Степень соответствия	Обозначение и наименование соответствующего межгосударственного стандарта
ISO 37	IDT	ГОСТ ISO 37—2013 «Резина или термопластик. Определение упругопрочностных свойств при растяжении»
ISO 247:2006	IDT	ГОСТ ISO 247—2013 «Каучук и резина. Определение золы»
ISO 248-1	IDT	ГОСТ ISO 248-1—2013 «Каучук. Определение содержания летучих веществ. Часть 1. Метод горячего вальцевания и метод с использованием термостата»
ISO 248-2	—	*
ISO 289-1	NEQ	ГОСТ 10722—76 «Каучуки и резиновые смеси. Метод определения вязкости и способности к преждевременной вулканизации»
ISO 1795	NEQ	ГОСТ ИСО 1795—96 «Каучук натуральный и синтетический. Отбор проб и дальнейшие подготовительные процедуры»
ISO 2393	IDT	ГОСТ ISO 2393—2016 «Смеси резиновые для испытаний. Приготовление, смешение и вулканизация. Оборудование и процедуры»
ISO 3417	—	*
ISO 6502	—	*
ISO 23529	IDT	ГОСТ ISO 23529—2013 «Резина. Общие методы приготовления и кондиционирования образцов для определения физических свойств»

* Соответствующий межгосударственный стандарт отсутствует. До его принятия рекомендуется использовать перевод на русский язык данного международного стандарта. Официальный перевод данного международного стандарта находится в Федеральном информационном фонде стандартов.

Примечание — В настоящей таблице использованы следующие условные обозначения степени соответствия стандартов:

- IDT — идентичные стандарты;
- NEQ — неэквивалентные стандарты.

Библиография

[1] ISO/TR 9272:1986[1)] Rubber and rubber products — Determination of precision for test method standards
(Резина и резиновые изделия. Определение прецизионности для стандартов на методы испытаний)

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

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

[4] ASTM D 3185 Standard test methods for rubber-evaluation of SBR (styrene-butadiene rubber) including mixtures with oil
[Стандартные методы оценки каучука SBR (бутадиен-стирольного каучука), включая смеси с маслом]

[1)] Отменен.

УДК 678.766.2:006.354 МКС 83.060 IDT

Ключевые слова: бутадиен-стирольный каучук, SBR, эмульсионная полимеризация, растворная полимеризация, методы оценки

БЗ 5—2018/40

Редактор *Л.С. Зимилова*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *Л.С. Лысенко*
Компьютерная верстка *Л.А. Круговой*

Сдано в набор 12.10.2018. Подписано в печать 24.10.2018. Формат 60×84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 2,32. Уч.-изд. л. 2,10.
Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

Создано в единичном исполнении ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» для комплектования Федерального информационного фонда стандартов, 117418 Москва, Нахимовский пр-т, д. 31, к. 2.
www.gostinfo.ru gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru