МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)

INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ 15627— 2019

КАУЧУКИ СИНТЕТИЧЕСКИЕ БУТАДИЕН-МЕТИЛСТИРОЛЬНЫЙ СКМС-30АРК И БУТАДИЕН-СТИРОЛЬНЫЙ СКС-30АРК

Технические условия

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2019

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

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

Сведения о стандарте

1 РАЗРАБОТАН Воронежским филиалом Федерального государственного унитарного предприятия «Научно-исследовательский институт синтетического каучука» (Воронежский филиал ФГУП «НИИСК»), Федеральным государственным унитарным предприятием «Научно-исследовательский институт синтетического каучука» (ФГУП «НИИСК»)

2 ВНЕСЕН Межгосударственным техническим комитетом по стандартизации МТК 542 «Продукция нефтехимического комплекса»

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 30 октября 2019 г. № 123-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
Беларусь	BY	Госстандарт Республики Беларусь
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Россия	RU	Росстандарт
Узбекистан	UZ	Узстандарт

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 14 ноября 2019 г. № 1149-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 15627—2019 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 ноября 2021 г.

5 ВЗАМЕН ГОСТ 15627—79

Информация о введении в действие (прекращении действия) настоящего стандарта и изменений к нему на территории указанных выше государств публикуется в указателях национальных стандартов, издаваемых в этих государствах, а также в сети Интернет на сайтах соответствующих национальных органов по стандартизации.

В случае пересмотра, изменения или отмены настоящего стандарта соответствующая информация будет опубликована на официальном интернет-сайте Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации в каталоге «Межгосударственные стандарты»

© Стандартинформ, оформление, 2019

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 Технические требования 3
4 Требования безопасности 4
5 Охрана окружающей среды 5
6 Правила приемки 5
7 Методы испытаний 6
8 Транспортирование и хранение 22
9 Гарантии изготовителя 22
Библиография 23

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

КАУЧУКИ СИНТЕТИЧЕСКИЕ БУТАДИЕН-МЕТИЛСТИРОЛЬНЫЙ СКМС-30АРК И БУТАДИЕН-СТИРОЛЬНЫЙ СКС-30АРК

Технические условия

Butadiene-methylstyrene SKMS-30ARK and butadiene-styrene SKS-30ARK synthetic rubbers. Specifications

Дата введения — 2021—11—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на синтетические каучуки: бутадиен-метилстирольный СКМС-30АРК и бутадиен-стирольный СКС-30АРК (далее — каучуки).

Каучуки получают совместной полимеризацией бутадиена-1,3 с α-метилстиролом или стиролом в эмульсии при низкой температуре с применением в качестве эмульгатора смеси мыл смоляных и жирных кислот.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие межгосударственные стандарты:

ГОСТ OIML R 76-1 Государственная система обеспечения единства измерений. Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания

ГОСТ 270 Резина. Метод определения упругопрочностных свойств при растяжении

ГОСТ 450 Кальций хлористый технический. Технические условия

ГОСТ 745 Фольга алюминиевая для упаковки. Технические условия

ГОСТ 1770 (ИСО 1042—83, ИСО 4788—80) Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

ГОСТ ИСО 1795 Каучук натуральный и синтетический. Отбор проб и дальнейшие подготовительные процедуры

ГОСТ ISO 2322 Каучук бутадиен-стирольный (SBR) эмульсионной и растворной полимеризации. Методы оценки

ГОСТ ISO 2393 Смеси резиновые для испытаний. Приготовление, смешение и вулканизация. Оборудование и процедуры

ГОСТ 2603 Реактивы. Ацетон. Технические условия

ГОСТ 3022 Водород технический. Технические условия

ГОСТ 3118 Реактивы. Кислота соляная. Технические условия

ГОСТ 3145 Часы механические с сигнальным устройством. Общие технические условия

ГОСТ 3778 Свинец. Технические условия

ГОСТ 4197 Реактивы. Натрий азотисто-кислый. Технические условия

ГОСТ 4328 Реактивы. Натрия гидроокись. Технические условия

ГОСТ 5789 Реактивы. Толуол. Технические условия

ГОСТ 6563 Изделия технические из благородных металлов и сплавов. Технические условия

ГОСТ 6709 Вода дистиллированная. Технические условия

Издание официальное

ГОСТ 7730 Пленка целлюлозная. Технические условия

ГОСТ ISO 7781 Каучук бутадиен-стирольный. Определение содержания мыл и органических кислот

ГОСТ 9147 Посуда и оборудование лабораторные фарфоровые. Технические условия

ГОСТ 10157 Аргон газообразный и жидкий. Технические условия

ГОСТ 10354 Пленка полиэтиленовая. Технические условия

ГОСТ 11358 Толщиномеры и стенкомеры индикаторные с ценой деления 0,01 и 0,1 мм. Технические условия

ГОСТ 10722 Каучуки и резиновые смеси. Метод определения вязкости и способности к преждевременной вулканизации

ГОСТ 11997 Прессы вулканизационные гидравлические. Типы, параметры и размеры

ГОСТ 12026 Бумага фильтровальная лабораторная. Технические условия

ГОСТ 14192 Маркировка грузов

ГОСТ 14919 Электроплиты, электроплитки и жарочные электрошкафы бытовые. Общие технические условия

ГОСТ 15846 Продукция, отправляемая в районы Крайнего Севера и приравненные к ним местности. Упаковка, маркировка, транспортирование и хранение

ГОСТ 17299 Спирт этиловый технический. Технические условия

ГОСТ 17433 Промышленная чистота. Сжатый воздух. Классы загрязненности

ГОСТ 18300 Спирт этиловый ректификованный технический. Технические условия*

ГОСТ 19816.2 Каучук синтетический. Метод определения меди, железа и титана

ГОСТ 19908 Тигли, чаши, стаканы, колбы, воронки, пробирки и наконечники из прозрачного кварцевого стекла. Общие технические условия

ГОСТ 20015 Хлороформ. Технические условия

ГОСТ 22019 Каучуки синтетические. Метод определения свободного стирола и α-метилстирола

ГОСТ 24104 Весы лабораторные. Общие технические требования**

ГОСТ 24363 Реактивы. Калия гидроокись. Технические условия

ГОСТ 24654 Каучуки синтетические. Метод определения связанного стирола и α-метилстирола

ГОСТ 25336 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры

ГОСТ 25706 Лупы. Типы, основные параметры. Общие технические требования

ГОСТ 27109—86 Каучуки синтетические. Методы отбора и подготовки проб

ГОСТ 28498 Термометры жидкостные стеклянные. Общие технические требования. Методы испытаний

ГОСТ 28840 Машины для испытания материалов на растяжение, сжатие и изгиб. Общие технические требования

ГОСТ 29083 (ИСО 8053—86) Каучук и латекс. Определение содержания меди. Фотометрический метод

ГОСТ 29169 (ИСО 648—77) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки с одной отметкой

ГОСТ 29227 (ИСО 835-1—81) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие требования

ГОСТ 29251 (ИСО 385-1—84) Посуда лабораторная стеклянная. Бюретки. Часть 1. Общие требования

Примечание — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов и классификаторов на официальном интернет-сайте Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации (gost.e-ecolog.ru ю указателям национальных стандартов, издаваемым в государствах, указанных в предисловии, или на официальных сайтах соответствующих национальных органов по стандартизации. Если на документ дана недатированная ссылка, то следует использовать документ, действующий на текущий момент, с учетом всех внесенных в него изменений. Если заменен ссылочный документ, на который дана датированная ссылка, то следует использовать указанную версию этого документа. Если после принятия настоящего стандарта в ссылочный документ, на который дана датированная ссылка, внесено изменение, затрагивающее положение, на которое дана ссылка, то это положение применяется без учета данного изменения. Если документ отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

---

* В Российской Федерации действует ГОСТ Р 55878—2013 «Спирт этиловый технический гидролизный ректификованный. Технические условия».

** В Российской Федерации действует ГОСТ Р 53228—2008 «Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания».

3 Технические требования

3.1 Каучуки должны быть изготовлены в соответствии с требованиями настоящего стандарта по технологической документации, утвержденной в установленном порядке.

3.2 Каучуки должны соответствовать требованиям, приведенным в таблице 1.

Таблица 1 — Требования к каучукам

Наименование показателя	Значение	Метод испытания
1 Вязкость по Муни MML (1 + 4) при температуре 100 °С	45—58	По 7.3 настоящего стандарта
2 Разброс вязкости по Муни внутри партии, не более	6	По 7.4 настоящего стандарта
3 Массовая доля летучих веществ, %, не более	0,8	По 7.5 настоящего стандарта
4 Массовая доля антиоксиданта*, %:		
ВТС-150 (CAS № 68442-68-2) или	1,0—1,4	По 7.6 настоящего стандарта
ВС-30А (CAS № 68610-06-0) или	1,0—2,0	По 7.7 настоящего стандарта
агидола-30	1,0—2,0	По 7.8 настоящего стандарта
5 Массовая доля золы, %, не более	0,6	По 7.9 настоящего стандарта
6 Массовая доля металлов**, %, не более: меди железа	 0,00015 0,004	По 7.10 настоящего стандарта
7 Массовая доля органических кислот, %	5,0—7,0	По 7.11 настоящего стандарта
8 Массовая доля мыл органических кислот, %, не более	0,30	
9 Массовая доля связанного второго мономера (α-метилстирола или стирола), %	22,0—25,0	По 7.12 настоящего стандарта
10 Вулканизационные характеристики (безроторный реометр типа MDR-2000)		
10.1 Минимальный крутящий момент M_L, дН · м	1,8—3,0	По 7.13 настоящего стандарта
10.2 Максимальный крутящий момент M_H, дН · м	15,0—21,0	
10.3 Время начала вулканизации t_s1, мин	2,2—4,5	
10.4 Время достижения 50 %-ной степени вулканизации $t'50$, мин	7,0—12,0	
10.5 Время достижения 90 %-ной степени вулканизации $t'90$, мин	13,0—21,0	
11 Упругопрочностные свойства резины при растяжении (в оптимуме вулканизации)***		
11.1 Условное напряжение при 300 %-ном удлинении, МПа, не менее	13,0	По 7.14 настоящего стандарта
11.2 Условная прочность при растяжении, МПа, не менее	22,5	
11.3 Относительное удлинение при разрыве, %, не менее	420	
* Допускается по согласованию с потребителем использовать аналоги указанных антиоксидантов, обеспечивающие соответствие каучука требованиям настоящего стандарта. ** Массовую долю металлов изготовитель не определяет. Значения обеспечиваются технологией производства каучуков. *** Упругопрочностные свойства резины при растяжении изготовитель не определяет. Значения показателей гарантирует изготовитель каучуков, определение — по требованию потребителя.		

3.3 Каучуки не должны содержать механических включений, включений структурированного полимера, определяемых по 7.15, и влажного полимера. Наличие влажного полимера подтверждается превышением установленной массовой доли летучих веществ.

3.4 Каучуки выпускают в виде брикетов массой (30 ± 1) кг.

3.5 Маркировка

3.5.1 На наружном слое упаковочной полиэтиленовой пленки должна быть цветная отличительная маркировка, содержащая обозначение каучука, товарный знак предприятия-изготовителя. Допускается не наносить маркировку на полиэтиленовую пленку.

3.5.2 Транспортная маркировка — по ГОСТ 14192.

3.5.3 На каждое грузовое место наносят манипуляционные знаки: «Беречь от влаги», «Беречь от солнечных лучей» по ГОСТ 14192, а также следующие данные:

- наименование предприятия-изготовителя и/или его товарный знак;
- наименование каучука;
- номер партии;
- номер места;
- количество мест;
- массу нетто;
- массу брутто (для ящичных поддонов);
- месяц и год изготовления;
- обозначение настоящего стандарта;
- штриховой код (при наличии).

3.6 Упаковка

3.6.1 Брикеты каучука упаковывают в полиэтиленовую пленку марок М, Т, Н по ГОСТ 10354, толщиной (0,050 ± 0,010) мм в один или два слоя или толщиной (0,060 ± 0,010) мм в один слой. Полиэтиленовую пленку, используемую для упаковки каучука, маркируют в соответствии с 3.5.

Сварной шов полиэтиленовой упаковки должен быть по всему периметру без разрывов, за исключением мест для удаления воздуха, предусмотренных конструкцией сварочного аппарата.

Допускается применять полиэтиленовую пленку других марок, обеспечивающую сохранность каучука.

Затем каждый брикет каучука укладывают в ящичный поддон, или в полимерный контейнер, или в контейнер из гофрированного картона, или в металлический контейнер.

Дно и стенки контейнера выстилают полиэтиленовой пленкой или вставляют цельносварной полиэтиленовый вкладыш (пакет) для предохранения каучука от загрязнения.

3.6.2 При транспортировании в районы Крайнего Севера и приравненные к ним местности каучук упаковывают в соответствии с ГОСТ 15846 с применением материалов, сохраняющих свои свойства при температуре до минус 60 °С.

4 Требования безопасности

4.1 Каучуки по степени воздействия на организм человека относятся к малоопасным продуктам. Каучуки не оказывают раздражающего действия на кожу как при однократном, так и при многократном контакте. Кумулятивными свойствами не обладают.

4.2 Каучуки не взрывоопасны, самопроизвольно не воспламеняются, горят только при внесении в источник огня. Показатели пожарной опасности каучуков приведены в таблице 2.

Таблица 2 — Показатели пожарной опасности каучуков

Каучук	Температура, °С	
	воспламенения	самовоспламенения
СКС-30АРК	300—330	335—365
СКМС-30АРК	293	339

При возникновении пожара следует применять воду со смачивателем, воздушно-механическую пену, покрывало для ликвидации очагов возгорания, пенные и углекислотные огнетушители.

4.3 При повышенной температуре, а также при переработке каучуки обладают слабым запахом остаточного мономера — стирола или α-метилстирола. Содержание незаполимеризованного мономера в товарном каучуке, определяемого по ГОСТ 22019, не должно превышать 0,1 %.

4.4 Рекомендуемые средства индивидуальной защиты: спецодежда и специальная обувь, предусмотренные типовыми отраслевыми нормами.

4.5 Рабочие помещения должны быть оборудованы приточно-вытяжной вентиляцией.

Электрооборудование, а также оборудование, где могут накапливаться заряды статического электричества, должно быть заземлено.

4.6 При работе необходимо соблюдать правила личной гигиены и меры предосторожности, следует соблюдать правила техники безопасности и производственной санитарии.

4.7 Персонал, занятый на производстве, должен проходить предварительный (при поступлении на работу) и периодический медицинские осмотры.

5 Охрана окружающей среды

5.1 Основными видами вредного воздействия на окружающую среду являются загрязнения атмосферного воздуха, почвы и водоемов в результате аварийных ситуаций, нарушений правил обращения с каучуком и его отходами.

5.1.1 При производстве каучуков образуются сточные воды, содержащие вредные примеси, которые проходят стадии очистки (локальную, биологическую) до концентраций, не превышающих норм предельно допустимых концентраций (ПДК) в водоемах хозяйственно-питьевого и культурно-бытового водопользования, а также имеющих рыбохозяйственное значение.

Предельно допустимая концентрация в воде водных объектов рыбохозяйственного значения для стирола — 0,1 мг/дм^3.

5.1.2 Предельно допустимые концентрации (максимальная разовая/среднесуточная) в атмосферном воздухе населенных мест: для бутадиена-1,3 — 3/1 мг/м^3, для стирола — 0,04/0,002 мг/м^3, для α-метилстирола — 0,041/- мг/м^3.

5.2 Меры и средства защиты природной среды от вредных воздействий:

- использование в технологических процессах герметичного оборудования и трубопроводов;
- применение герметичных пробоотборников;
- установка автоматических стационарных непрерывно действующих сигнализаторов предельно допустимых концентраций вредных веществ в воздухе рабочей зоны с целью принятия мер по ликвидации аварийных ситуаций и предотвращения загазованности;
- периодичность производственного контроля воздуха рабочей зоны, атмосферного воздуха, химически загрязненных стоков — в соответствии с планом-графиком аналитического контроля;
- соблюдение правил хранения, транспортирования и переработки каучука, утилизации и захоронения его отходов.

6 Правила приемки

6.1 Каучук принимают партиями. Партией считают количество каучука, сопровождаемого одним документом о качестве, содержащим:

- наименование предприятия-изготовителя и/или его товарный знак;
- наименование страны-изготовителя;
- наименование каучука;
- обозначение настоящего стандарта;
- номер партии;
- дату изготовления;
- показатели качества (нормируемые значения и результаты проведенных испытаний) или подтверждение соответствия каучука требованиям настоящего стандарта;
- ФИО и подпись лица, ответственного за приемочный контроль;
- гарантийный срок хранения.

При формировании документа о качестве в автоматизированных системах оригинальная подпись и печать/штамп производителя не требуются.

6.2 Для проверки качества каучука требованиям настоящего стандарта проводят приемо-сдаточные и периодические испытания.

6.3 Объем выборки — по ГОСТ ИСО 1795 или по ГОСТ 27109*.

6.4 Приемо-сдаточные испытания проводят на каждой партии каучука по следующим показателям: вязкость по Муни, разброс вязкости по Муни внутри партии, массовая доля летучих веществ, наличие механических включений и включений структурированного полимера.

При получении неудовлетворительных результатов приемо-сдаточных испытаний хотя бы по одному из показателей по нему проводят повторные испытания на удвоенном объеме выборки, взятой от той же партии.

* См. также [1]. При проведении арбитражных испытаний объем выборки — по [1]. В Российской Федерации — также по ГОСТ Р 54549—2011 «Каучуки синтетические. Отбор проб».

Результаты повторных испытаний являются окончательными и распространяются на всю партию.

6.5 Периодические испытания проводят на каждой двадцатой партии по показателям: массовая доля антиоксиданта, массовая доля органических кислот, массовая доля мыл органических кислот, массовая доля связанного второго мономера, вулканизационные характеристики.

Массовую долю золы определяют не реже двух раз в год.

Упругопрочностные свойства резины при растяжении определяют по требованию потребителя, указанному в согласованных с изготовителем документах на поставку каучука.

При получении неудовлетворительных результатов периодических испытаний изготовитель переводит испытания по данному показателю в категорию приемо-сдаточных до получения положительных результатов не менее чем на трех партиях подряд.

7 Методы испытаний

7.1 Перед проведением испытаний необходимо убедиться в соответствии тары, упаковки и маркировки требованиям настоящего стандарта.

При проведении испытаний каучука допускается применять средства измерения, оборудование и лабораторную посуду с техническими и метрологическими характеристиками, обеспечивающими точность измерения в соответствии с требованиями настоящего стандарта, реактивы (квалификации не ниже указанной в методиках); при этом арбитражными являются указанные в настоящем стандарте.

7.2 Отбор и подготовка проб

Отбор проб — по ГОСТ 27109 или по ГОСТ ИСО 1795*.

Допускается проводить отбор проб с потока. Объединенную лабораторную пробу готовят соединением равных частей проб от всей выборки партии.

7.2.1 Оборудование и материалы

Вальцы смесительные по ГОСТ ISO 2393. Допускается применять смесительные вальцы по ГОСТ 27109.

Весы лабораторные среднего класса точности с наибольшим пределом взвешивания 2000 г по ГОСТ OIML R 76-1 или по ГОСТ 24104.

Термостат с принудительной циркуляцией воздуха, обеспечивающий поддержание температуры (100 ± 5) °С, кратностью воздухообмена не менее 50 объемов за 1 ч.

Толщиномер по ГОСТ 11358 с ценой деления 0,01 мм.

Секундомер III класса с ценой деления 0,1 с.

Термометр цифровой малогабаритный для контактных измерений температуры поверхности валков в диапазоне 20 °С — 300 °С с разрешающей способностью 1 °С.

Свинец по ГОСТ 3778 в виде пластин.

7.2.2 Подготовка проб

Подготовка проб — по методу 1 или по методу 2.

При разногласиях в оценке качества каучука используют подготовку образца по методу 1.

7.2.2.1 Метод 1

Объединенную пробу каучука массой (450 ± 5) г, взвешенную с точностью до второго десятичного знака, сушат многократным пропусканием через валки лабораторных вальцов при температуре поверхности валков (100 ± 5) °С и зазоре между валками (0,25 ± 0,05) мм. Установку зазора проводят по свинцу (см. 7.3.2.1).

Через 4 мин пробу каучука взвешивают с той же точностью, затем обрабатывают каучук на вальцах дополнительно еще 2 мин и снова взвешивают. Результаты взвешиваний регистрируют с точностью до второго десятичного знака. Если разность результатов взвешивания после четырех- и шестиминутного периода обработки на вальцах не превышает 0,1 г, пробу считают подготовленной к испытаниям. В противном случае дополнительно пропускают пробу каучука через валки лабораторных вальцов продолжительностью по 2 мин до достижения постоянной массы (допустимое расхождение между двумя последовательными взвешиваниями не должно превышать 0,1 г).

7.2.2.2 Метод 2

Объединенную пробу каучука массой не менее 250 г пропускают через валки лабораторных вальцов при температуре поверхности валков не выше 32 °С и зазоре между валками (0,25 ± 0,05) мм.

---

* См. также [1]. В Российской Федерации — также по ГОСТ Р 54549—2011 «Каучуки синтетические. Отбор проб».

Взвешивают пластину каучука с точностью до второго десятичного знака и помещают в сушильный шкаф с принудительной вентиляцией воздуха, нагретый до температуры (100 ± 5) °С, на 1 ч, расположив ее таким образом, чтобы воздействию горячего воздуха подвергались обе поверхности пластины. После сушки взвешивают пробу каучука и снова помещают в сушильный шкаф. Выдерживают каучук в термостате до достижения постоянной массы (допустимое расхождение между двумя последовательными взвешиваниями не должно превышать 0,1 г).

Регистрируют массу каучука с точностью до второго десятичного знака.

7.2.3 При хранении каучука при температуре ниже 0 °С отобранные перед испытанием пробы выдерживают 24 ч при температуре (23 ± 2) °С.

7.2.4 Отобранные пробы каучука до окончания испытаний хранят в полиэтиленовой пленке при температуре не выше 30 °С защищенными от воздействия атмосферных осадков и прямых солнечных лучей.

7.3 Определение вязкости по Муни

Для определения вязкости по Муни и разброса вязкости по Муни внутри партии используют пробы от каждой упаковочной единицы, отобранной по 7.2. Каждую пробу испытывают отдельно. От каждой пробы испытывают один образец.

Определение вязкости по Муни — по ГОСТ 10722*.

7.3.1 Оборудование и материалы

Вискозиметр ротационный типа Муни.

Вальцы смесительные по ГОСТ ISO 2393. Допускается применять смесительные вальцы по ГОСТ 27109.

Весы лабораторные среднего класса точности с наибольшим пределом взвешивания 2000 г по ГОСТ OIML R 76-1 или по ГОСТ 24104.

Нож цилиндрический для вырубки образцов.

Пресс пневматический или ручной для вырубки образцов.

Толщиномер по ГОСТ 11358 с ценой деления 0,01 мм.

Термометр жидкостный стеклянный по ГОСТ 28498 с ценой деления шкалы 1 °С.

Термометр цифровой малогабаритный для контактных измерений температуры поверхности валков в диапазоне 20 °С — 300 °С с разрешающей способностью 1 °С.

Секундомер III класса с ценой деления 0,1 с.

Часы механические с сигнальным устройством по ГОСТ 3145.

Целлофан по ГОСТ 7730 толщиной не более 0,03 мм и номинальной поверхностной плотностью 45 г/м^2.

Свинец по ГОСТ 3778 в виде пластин.

Смесь резиновая любого состава вязкостью по Муни от 50 до 75 MML 1+4 (100 °С).

7.3.2 Подготовка к проведению испытания

7.3.2.1 Проверка точности установки величины зазора между валками вальцов (по свинцу)

Проверяют зазор между валками вальцов с использованием свинцовых пластин следующим образом: разогревают валки до температуры проведения вальцевания, устанавливают по краям валков (примерно на расстоянии 25 мм от направляющего устройства вальцов) две свинцовые пластины шириной (10 ± 3) мм, длиной не менее 50 мм и толщиной, превышающей измеряемый зазор на 0,25—0,50 мм.

Пропускают свинцовые пластины один раз между валками вальцов при рабочей температуре поверхности валков одновременно с резиновой смесью в виде пластины размером примерно 75 × 75 × 6 мм, располагаемой в центральной части зазора. За величину зазора между валками вальцов принимают среднеарифметическое значение толщины развальцованных свинцовых пластин после прохождения между валками, измеряемой в трех разных точках средней части пластины с погрешностью не более ±0,01 мм. Допустимое отклонение величины зазора — не более ±10 % отн. или 0,05 мм, в зависимости от того, что больше.

Допускается проверять точность установки величины зазора между валками вальцов по ГОСТ 27109—86, пункт 2.1.

7.3.2.2 Подготовка образца

Вальцуют пробу каучука массой (250 ± 5) г при температуре поверхности валков (50 ± 5) °С и зазоре между валками (1,4 ± 0,1) мм.

---

* См. также [2]. Арбитражные испытания проводят по [2]. В Российской Федерации — также по ГОСТ Р 54552—2011 «Каучуки и резиновые смеси. Определение вязкости, релаксации напряжения и характеристик подвулканизации с использованием вискозиметра Муни».

Складывают вдвое пластину каучука, полученную после первого пропуска и каждого последующего до девятого включительно, подают боковой стороной в зазор между валками. В десятый раз пропускают пластину между валками вальцов в развернутом виде. Вальцованные пробы выдерживают перед определениями вязкости по Муни не менее 30 мин при комнатной температуре.

Вырубают из пластины каучука образец, состоящий из двух частей, общей массой (27 ± 3) г.

Допускается перестилать каждую часть образца целлофановой пленкой толщиной не более 0,03 мм для исключения загрязнения полуформ и ротора вискозиметра испытуемым материалом (из-за его повышенной липкости).

Определяют вязкость по Муни на большом роторе при температуре (100,0 ± 0,5) °С через 4 мин от начала вращения ротора. Продолжительность предварительного прогревания образца в приборе — 1 мин.

За результат испытания принимают среднеарифметическое значение результатов испытаний отдельных проб при условии их соответствия требованиям таблицы 1.

Результат испытания пробы округляют до целого числа.

Стандартный формат записи результатов испытаний:

50—MML 1+4 (100 °С),

где 50 — значение вязкости;

M — предварительно гомогенизированный образец;

M — условные единицы Муни;

L — использован большой ротор;

1 — время предварительного прогрева образца, мин;

+4 — продолжительность испытания образца, мин;

100 °С — температура испытания.

7.4 Разброс вязкости по Муни

Разброс вязкости по Муни внутри партии каучука вычисляют как разность между максимальным и минимальным значениями, полученными при проведении испытаний отдельных проб.

7.5 Определение массовой доли летучих веществ

Для определения массовой доли летучих веществ* используют пробы от каждой упаковочной единицы, отобранной по 7.2. Каждую пробу испытывают отдельно.

7.5.1 Аппаратура и материалы

Вальцы смесительные по ГОСТ ISO 2393. Допускается применять смесительные вальцы по ГОСТ 27109.

Термометр цифровой малогабаритный для контактных измерений температуры поверхности валков в диапазоне 20 °С — 300 °С с разрешающей способностью 1 °С.

Термостат с принудительной циркуляцией воздуха, обеспечивающий поддержание температуры (100 ± 5) °С, и кратностью воздухообмена не менее 50 объемов за 1 ч.

Весы неавтоматического действия класса точности II с наибольшим пределом взвешивания 200 г, с погрешностью взвешивания 0,0002 г, с действительной ценой деления 0,0001 г по ГОСТ OIML R 76-1 или по ГОСТ 24104.

Часы механические с сигнальным устройством по ГОСТ 3145.

Эксикатор 2—140, или 2—190, или 2—250 по ГОСТ 25336.

Тарелочки размером 100 × 75 × 8 мм из алюминиевой фольги по ГОСТ 745.

Кальций хлористый технический по ГОСТ 450.

Осушитель — силикагель или оксид алюминия технический.

7.5.2 Подготовка к проведению испытания

7.5.2.1 Устанавливают зазор между валками по 7.3.2.1. Пропускают пробу каучука массой (250 ± 5) г дважды на лабораторных вальцах при зазоре между валками (0,50 ± 0,05) мм и температуре поверхности валков, не превышающей 50 °С.

7.5.2.2 Сушат тарелочки из алюминиевой фольги до постоянной массы (допустимое расхождение между двумя последовательными взвешиваниями не должно превышать 0,0004 г), охлаждают в эксикаторе, заполненном свежепрокаленным хлористым кальцием, или силикагелем, или окисью алюминия, до комнатной температуры и взвешивают, фиксируя показания весов с точностью до четвертого десятичного знака.

* См. также [3]. Арбитражные испытания проводят по [3]. В Российской Федерации — также по ГОСТ Р 54546—2011 «Каучуки синтетические. Определение массовой доли летучих веществ», метод С.

7.5.3 Проведение испытания

7.5.3.1 Отбирают от пластины каучука образец массой (10,0 ± 0,1) г, разрезают на кусочки объемом приблизительно 25 мм^3, помещают на подготовленные по 7.5.2.2 тарелочки из алюминиевой фольги и взвешивают.

Помещают образец в термостат с принудительной циркуляцией воздуха, нагретый до температуры (100 ± 5) °С. Располагают образец таким образом, чтобы воздействию горячего воздуха подвергалась максимальная площадь поверхности. Выдерживают образец в термостате 2 ч, охлаждают в эксикаторе до комнатной температуры и взвешивают.

Результаты взвешиваний регистрируют с точностью до четвертого десятичного знака.

7.5.3.2 Обработка результатов

Массовую долю летучих веществ в каучуке X, %, вычисляют по формуле

$$X = \frac{m_s - m}{m_s} 100, \quad (1)$$

где m_s — масса каучука перед помещением в термостат, г;

m — масса каучука после сушки в термостате, г.

Результат вычисления округляют до второго десятичного знака.

За результат испытания принимают среднеарифметическое значение результатов двух определений, полученных в условиях повторяемости, расхождение между которыми не превышает 15 % среднего значения при доверительной вероятности 0,95.

Результат испытания пробы округляют до первого десятичного знака.

За результат испытания партии принимают среднеарифметическое значение результатов испытаний отдельных проб, при этом массовая доля летучих веществ каждой пробы должна соответствовать значению, указанному в таблице 1.

Результат испытания партии округляют до первого десятичного знака.

7.6 Определение массовой доли антиоксиданта ВТС-150

7.6.1 Аппаратура, лабораторная посуда, материалы и реактивы

Фотоэлектроколориметр или спектрофотометр любого типа, обеспечивающий измерение оптической плотности при длине волны (440 ± 10) нм.

Весы неавтоматического действия класса точности II с наибольшим пределом взвешивания 200 г, с погрешностью взвешивания 0,0002 г и с действительной ценой деления 0,0001 г по ГОСТ OIML R 76-1 или по ГОСТ 24104.

Плитка электрическая.

Баня песчаная.

Электротермостат.

Термостат жидкостный ТС-16 А или аналогичный.

Секундомер III класса с ценой деления 0,1 с.

Часы механические с сигнальным устройством по ГОСТ 3145.

Холодильник воздушный с пришлифованной колбой вместимостью 100 см^3.

Пипетки по ГОСТ 29169 вместимостью 1, 2, 5 и 10 см^3.

Колбы мерные 2—25—2, 2—50—2, 2—250—2, 2—1000—2 по ГОСТ 1770.

Бюретки по ГОСТ 29252 вместимостью 2 и 5 см^3.

Стаканы В-1—25, В-1—250 ТС по ГОСТ 25336.

Цилиндры 1—25—1, 1—1000 по ГОСТ 1770.

п-Нитроанилин солянокислый (реактив), раствор с массовой долей 0,2 %.

Смесь этанол-толуольная, получаемая смешением этилового спирта и толуола в соотношении 70:30 по объему.

Спирт этиловый технический по ГОСТ 17299 или спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300.

Толуол по ГОСТ 5789.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Кислота соляная по ГОСТ 3118.

Натрий азотисто-кислый по ГОСТ 4197, х. ч., раствор с массовой долей 0,1 %.

п-Нитрофенилдиазоний хлористый, водный раствор с массовой долей 0,1 %.

Антиоксидант ВТС-150 с массовой долей основного вещества не менее 95,0 %.

7.6.2 Подготовка к проведению испытания

7.6.2.1 Приготовление раствора солянокислого *п*-нитроанилина с массовой долей 0,2 %

Помещают в стакан 2 г *п*-нитроанилина, взвешенного с точностью не более 0,02 г, добавляют 20 см^3 концентрированной соляной кислоты и тщательно растирают желтые кристаллы стеклянной палочкой. Затем при перемешивании добавляют дистиллированную воду до полного растворения кристаллов. Полученный раствор разбавляют водой в мерной колбе вместимостью 1000 см^3.

7.6.2.2 Приготовление раствора хлористого *п*-нитрофенилдиазония с массовой долей 0,1 %

Перед анализом смешивают раствор азотистокислого натрия с массовой долей 0,1 % с раствором солянокислого *п*-нитроанилина с массовой долей 0,2 % в соотношении 1:1 по объему в количестве, необходимом для испытания.

7.6.2.3 Приготовление стандартного раствора ВТС-150

Взвешивают в стакане с точностью до четвертого десятичного знака (0,020 ± 0,001) г ВТС-150 в расчете на продукт с массовой долей основного вещества 100 %, растворяют в 10—20 см^3 толуола и переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3. Доводят объем раствора в колбе до метки толуолом. Полученный раствор содержит 0,0002 г ВТС-150 в 1 см^3 толуола (раствор А).

Отбирают пипеткой 10 см^3 раствора А, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, добавляют 20 см^3 толуола, используя цилиндр. Доводят объем раствора в колбе до метки спиртом. Полученный раствор содержит 0,00002 г ВТС-150 в 1 см^3 толуола (раствор Б).

7.6.2.4 Построение градуировочного графика для определения массовой доли ВТС-150

В мерные колбы вместимостью 25 см^3 наливают из бюретки: 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0; 6,0 см^3 стандартного раствора Б, что соответствует массе: 0,00002, 0,00004, 0,00006, 0,00008, 0,00010, 0,00012 г ВТС-150 в объеме 25 см^3 градуировочных растворов; затем добавляют до 15 см^3 этанол-толуольной смеси, используя цилиндр. Вносят в каждую колбу поочередно с интервалом 2 мин по 2 см^3 свежеприготовленного раствора хлористого *п*-нитрофенилдиазония, перемешивают (если растворы мутные, добавляют этанол-толуольную смесь до исчезновения мутности), помещают в термостат при температуре (25 ± 1) °С и выдерживают 30 мин в темноте. Затем удаляют поочередно из термостата каждую колбу с интервалом 2 мин, доводят объем раствора в колбе до метки этанол-толуольной смесью, перемешивают и измеряют оптическую плотность D на фотоэлектроколориметре при длине волны (440 ± 10) нм, в кюветах с толщиной поглощающего свет слоя жидкости 30 мм. Наполняют рабочую кювету градуировочными растворами, кювету сравнения — дистиллированной водой.

Проводят контрольное испытание с этанол-толуольной смесью, при этом повторяют все процедуры, указанные выше, без раствора Б. Измеряют оптическую плотность D_0.

Строят градуировочный график, откладывая на оси абсцисс массу ВТС-150 в граммах в объеме 25 см^3 градуировочных растворов, на оси ординат — соответствующие им значения оптических плотностей $D - D_0$, полученные при проведении параллельных определений.

7.6.2.5 Приготовление этанол-толуольного экстракта

Готовят этанол-толуольный экстракт по ГОСТ ISO 7781. Допускается готовить этанол-толуольный экстракт с уменьшенной навеской каучука.

Взвешивают 0,1 г мелконарезанного каучука, помещают в колбу для экстрагирования, добавляют 15 см^3 этанол-толуольной смеси, присоединяют к обратному воздушному холодильнику и кипятят на песчаной бане в течение 15 мин считая с момента закипания. Затем снимают прибор для экстрагирования, охлаждают, отсоединяют колбу от холодильника и сливают экстракт в мерную колбу вместимостью 50 см^3.

Экстрагирование пробы каучука повторяют еще дважды, прибавляя каждый раз по 15 см^3 этанол-толуольной смеси. Продолжительность каждого экстрагирования — 15 мин. Сливают экстракты в ту же колбу. После третьего экстрагирования промывают в экстракционной колбе пробу каучука 5 см^3 этанол-толуольной смеси, которые также сливают в мерную колбу с экстрактом. Охлаждают содержимое колбы до температуры (23 ± 5) °С, доводят до метки этанол-толуольной смесью и перемешивают.

7.6.3 Проведение испытания

7.6.3.1 Этанол-толуольные экстракты, приготовленные по ГОСТ ISO 7781, предварительно разбавляют. Для этого 5 см^3 экстракта вносят пипеткой в мерную колбу вместимостью 25 см^3, доводят до метки этанол-толуольной смесью. Закрывают колбу пробкой и перемешивают.

Вносят в мерную колбу вместимостью 25 см^3 пипеткой 2 см^3 разбавленного экстракта, добавляют 2 см^3 свежеприготовленного раствора хлористого *п*-нитрофенилдиазония.

Термостатируют и определяют оптическую плотность D приготовленного раствора в условиях, указанных в 7.6.2.4.

Определяют массовую долю антиоксиданта, используя экстракт каучука, полученный по 7.6.2.5.

7.6.3.2 Вносят в мерную колбу вместимостью 25 см^3 пипеткой 2 см^3 экстракта, добавляют 15 см^3 этанол-толуольной смеси и 2 см^3 свежеприготовленного раствора хлористого *п*-нитрофенилдиазония, перемешивают, закрывают пробкой и выдерживают 30 мин в затемненном термостате при температуре (25 ± 1) °С.

Термостатируют и определяют оптическую плотность *D* приготовленного раствора в условиях, указанных в 7.6.2.4.

7.6.4 Обработка результатов

Массовую долю антиоксиданта в каучуке $X_{\text{ВТС-150}}$, %, вычисляют по формуле

$$X_{\text{ВТС-150}} = \frac{m_s V_1 K}{m V_2} 100, \qquad (2)$$

где m_s — масса антиоксиданта, определенная по градуировочному графику и соответствующая оптической плотности $D—D_0$, г;

V_1 — объем этанол-толуольного экстракта каучука (см. 7.6.2.5), см^3;

K — коэффициент разбавления этанол-толуольного экстракта каучука этанол-толуольной смесью (5 — при определении ВТС-150 по 7.6.3.1; 1 — при определении ВТС-150 по 7.6.3.2);

m — масса каучука, г;

V_2 — объем этанол-толуольного экстракта каучука для фотоэлектроколориметрирования, см^3.

Результат вычисления округляют до второго десятичного знака.

Расхождение между двумя результатами определения, полученными последовательно одним исполнителем на одной и той же пробе каучука в условиях повторяемости, не должно превышать 0,20 % при доверительной вероятности 0,95.

Результат испытания округляют до первого десятичного знака.

Допускается определять массовую долю ВТС-150 спектрофотометрическим методом.

7.7 Определение массовой доли антиоксиданта ВС-30А

7.7.1 Аппаратура, лабораторная посуда, материалы и реактивы

Хроматограф газовый лабораторный с пламенно-ионизационным детектором.

Колонка длиной 1 м, внутренним диаметром 3 мм.

Весы неавтоматического действия класса точности II с наибольшим пределом взвешивания 200 г, с погрешностью взвешивания 0,0002 г и с действительной ценой деления 0,0001 г по ГОСТ OIML R 76-1 или по ГОСТ 24104.

Лупа измерительная по ГОСТ 25706 с ценой деления 0,1 мм.

Баня водяная или песчаная любого типа.

Термометр по ГОСТ 28498 диапазоном измеряемых температур от 0 °С до 100 °С.

Плитка электрическая по ГОСТ 14919.

Часы механические с сигнальным устройством по ГОСТ 3145.

Колба Кн-1—100—14/23 ТС или Кн-1—100—29/32 ТС по ГОСТ 25336 с пришлифованным воздушным холодильником (с длиной трубки от 800 до 1000 мм, диаметром — от 12 до 14 мм).

Цилиндр 1—50—2 по ГОСТ 1770.

Колба К-2—250—34 ТХС по ГОСТ 25336.

Колба Кн-1—50—14/23 ТС по ГОСТ 25336.

Колба 2—100—2 по ГОСТ 1770.

Пипетка 1—1—2—2 по ГОСТ 29227.

Микрошприц МШ-10.

Стакан Н-1—100 ТХС по ГОСТ 25336.

Носитель твердый хроматон N-AW-HMDS, фракция — от 0,250 до 0,315 мм.

Фаза неподвижная апиезон L.

Эйкозан, х. ч. (внутренний стандарт).

Гексан.

Спирт этиловый технический по ГОСТ 17299 или спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300.

Хлороформ по ГОСТ 20015.

Газ-носитель аргон по ГОСТ 10157 или гелий.

Антиоксидант ВС-30А с массовой долей основного вещества не менее 97,0 %.

Воздух сжатый очищенный по ГОСТ 17433 для приборов.

Водород по ГОСТ 3022 или электролитический.

7.7.2 Подготовка к проведению испытания

7.7.2.1 Приготовление сорбента

Помещают в круглодонную колбу вместимостью 250 $см^3$ твердый носитель в объеме, превышающем на 10 % — 12 % расчетный объем колонки.

Растворяют апиезон L в количестве 5 % массы твердого носителя в (30 ± 5) $см^3$ хлороформа. Переносят раствор в колбу с твердым носителем, выдерживают 30 мин. После пропитки твердого носителя удаляют растворитель на водяной бане, нагретой до температуры (65 ± 5) °С, в токе воздуха до полного отсутствия запаха.

Допускается использовать готовый сорбент.

7.7.2.2 Заполнение колонки и ее кондиционирование

Готовят и заполняют колонку в соответствии с требованиями инструкции по эксплуатации хроматографа. Устанавливают колонку в термостат хроматографа и, не подсоединяя к детектору, кондиционируют в токе газа-носителя, повышая температуру на 20 °С в час от 60 °С до 240 °С, выдерживают колонку при конечной температуре в течение 2 ч. Затем охлаждают колонку до температуры (20 ± 5) °С, подсоединяют к детектору и подбирают оптимальные параметры хроматографического разделения:

- температура колонки — от 190 °С до 210 °С;
- температура испарителя — 280 °С;
- температура детектора — 280 °С;
- скорость газа-носителя — от 30 до 40 $см^3$/мин;
- скорость диаграммной ленты — 240 мм/ч;
- объем вводимой пробы — от 1,0 до 2,0 $мм^3$.

7.7.2.3 Приготовление раствора внутреннего стандарта

В мерную колбу вместимостью 100 $см^3$ помещают 0,5 г эйкозана, взвешенного с точностью до четвертого десятичного знака, и растворяют его в 60 $см^3$ гексана. Доводят раствор в мерной колбе до метки гексаном, закрывают колбу пробкой и тщательно перемешивают.

Хранят раствор внутреннего стандарта в плотно закрывающейся склянке.

Массовую концентрацию эйкозана C в гексане, г/$см^3$, вычисляют по формуле

$$C = \frac{m}{100}, \tag{3}$$

где m — масса навески эйкозана, г.

Результат вычисления округляют до четвертого десятичного знака.

7.7.2.4 Приготовление этанол-гексановой смеси

Смешивают этиловый спирт и гексан в соотношении 70:30 по объему.

7.7.2.5 Определение относительного градуировочного коэффициента

Для определения относительного градуировочного коэффициента готовят не менее трех искусственных смесей.

Для этого в колбе вместимостью 50 $см^3$ взвешивают с точностью до четвертого десятичного знака 0,07—0,15 г ВС-30А и эйкозана. Растворяют навески в 20 $см^3$ гексана.

Микрошприцем вводят искусственную смесь в испаритель хроматографа и снимают хроматограмму при условиях, указанных в 7.7.2.2.

Для каждой искусственной смеси снимают не менее трех хроматограмм.

Вычисляют относительный градуировочный коэффициент K по формуле

$$K = \frac{m_x S_{ст}}{m_{ст} S_x}, \tag{4}$$

где m_x — масса ВС-30А, г;

$S_{ст}$ — площадь пика внутреннего стандарта (эйкозана), $мм^2$;

$m_{ст}$ — масса внутреннего стандарта (эйкозана), г;

S_x — площадь пика ВС-30А, $мм^2$.

Результат вычисления округляют до третьего десятичного знака.

Вычисляют среднеарифметическое значение относительного градуировочного коэффициента по результатам обработки не менее девяти хроматограмм. При этом расхождение между максимальным

и минимальным значениями в группе из девяти и более результатов, отнесенное к среднеарифметическому значению, не должно превышать 10 %.

Результат испытания округляют до второго десятичного знака.

Проверку относительного градуировочного коэффициента проводят не реже одного раза в полгода на одной смеси. При этом относительное отклонение градуировочного коэффициента не должно превышать 12 %.

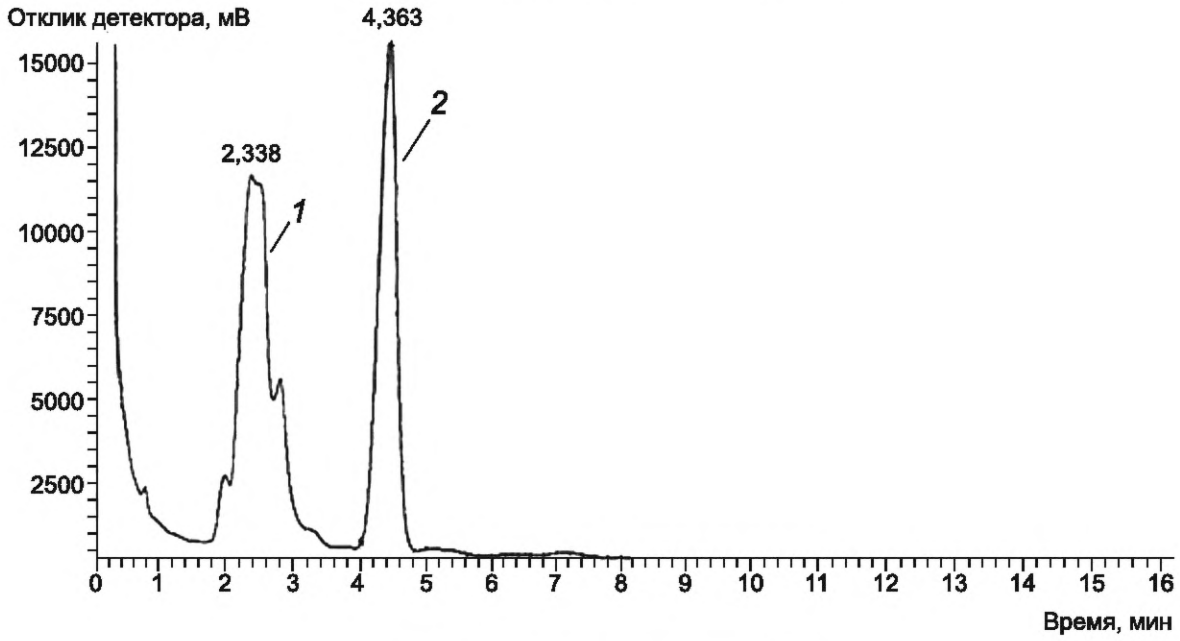
Относительный градуировочный коэффициент вычисляют каждый раз при замене сорбента хроматографической колонки или других элементов хроматографической системы.

7.7.3 Проведение испытания

Взвешивают (1,0 ± 0,1) г мелко нарезанного каучука с точностью до четвертого десятичного знака, помещают в колбу вместимостью 100 см^3, снабженную воздушным холодильником, и экстрагируют при кипячении на песчаной бане дважды по 30 мин, используя на каждую экстракцию по 20 см^3 этанол-гексановой смеси. Собирают экстракты в стакан. Ополаскивают колбу с экстрагируемым каучуком 10 см^3 этанол-гексановой смеси и добавляют смесь в тот же стакан.

Упаривают экстракт на песчаной бане до объема 0,2—0,5 см^3. К полученному остатку добавляют 2,0 см^3 раствора внутреннего стандарта и перемешивают. Микрошприцем вводят пробу в испаритель хроматографа и снимают хроматограмму в режиме по 7.7.2.2.

Хроматограмма определения антиоксиданта ВС-30А приведена на рисунке 1.



1 — ВС-30А; *2* — внутренний стандарт (эйкозан)

Рисунок 1 — Хроматограмма определения антиоксиданта ВС-30А

7.7.4 Вычисление

Массовую долю антиоксиданта ВС-30А в каучуке $X_{\text{ВС-30А}}$, %, вычисляют по формуле

$$X_{\text{ВС-30А}} = \frac{K S_x m_{\text{ст}}}{S_{\text{ст}} m} 100, \quad (5)$$

где K — относительный градуировочный коэффициент;

S_x — площадь пика антиоксиданта ВС-30А, мм^2;

$m_{\text{ст}}$ — масса внутреннего стандарта (эйкозана), г, вычисляемая как произведение массовой концентрации раствора внутреннего стандарта (г/см^3) и введенного объема (см^3);

$S_{\text{ст}}$ — площадь пика внутреннего стандарта (эйкозана), мм^2;

m — масса каучука, г.

Результат вычисления округляют до второго десятичного знака.

За результат испытания принимают среднеарифметическое значение результатов двух определений, полученных в условиях повторяемости, расхождение между которыми не превышает 0,1 % среднего значения при доверительной вероятности 0,95.

Результат испытания округляют до первого десятичного знака.

7.8 Определение массовой доли антиоксиданта агидола-30

7.8.1 Аппаратура, лабораторная посуда и реактивы

Хроматограф газовый лабораторный с пламенно-ионизационным детектором.

Колонка хроматографическая длиной 1 м, внутренним диаметром 3 мм.

Весы неавтоматического действия класса точности II с наибольшим пределом взвешивания 200 г, с погрешностью взвешивания 0,0002 г и с действительной ценой деления 0,0001 г по ГОСТ OIML R 76-1 или по ГОСТ 24104.

Баня песчаная.

Баня водяная лабораторная.

Насос вакуумный масляный или водоструйный.

Лупа измерительная по ГОСТ 25706 с ценой деления 0,1 мм.

Часы механические с сигнальным устройством по ГОСТ 3145.

Колба Кн-1—100—29/32 ТХС по ГОСТ 25336.

Колба 2—100—1 (2) по ГОСТ 1770.

Колба К-1—250—34 ТХС по ГОСТ 25336.

Холодильник ХШ-1—200—29/32—14/23 ХС по ГОСТ 25336.

Цилиндр 1—25—1(2), 1—50—1(2), 1—100—1(2) по ГОСТ 1770.

Стакан Н-2—50 ТХС по ГОСТ 25336.

Микрошприц типа МШ-10М.

Пузырек пенициллиновый.

Палочка стеклянная.

Носитель твердый хроматон N-AW-HMDS, фракция — от 0,25 до 0,315 мм.

Неподвижная фаза апиезон L.

Внутренний стандарт докозан.

Стандартный раствор докозана в хлороформе концентрацией 0,01 г/см^3.

Ацетон по ГОСТ 2603.

Спирт этиловый технический по ГОСТ 17299 или спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300.

Хлороформ по ГОСТ 20015 или х. ч.

Антиоксидант агидол-30 с массовой долей основного вещества не менее 95 %.

Воздух сжатый очищенный по ГОСТ 17433 для приборов.

Гелий газообразный.

Водород по ГОСТ 3022 марки А или высшей очистки.

7.8.2 Подготовка к проведению испытания

7.8.2.1 Приготовление неподвижной фазы и заполнение хроматографической колонки

Помещают в круглодонную колбу вместимостью 250 см^3 твердый носитель в объеме, превышающем на 10 % — 12 % расчетный объем колонки, растворяют апиезон L в количестве 5 % массы твердого носителя в 50 см^3 хлороформа и переносят в колбу с твердым носителем. После пропитки твердого носителя удаляют растворитель при нагревании на водяной бане при температуре 30 °С — 40 °С при перемешивании до сыпучего состояния.

Промывают хроматографическую колонку ацетоном, этиловым спиртом, продувают воздухом в течение 20 мин. Заполняют чистую, сухую колонку сорбентом с использованием воронки и вакуумного насоса, который подсоединяют к одному из концов колонки, предварительно закрытому тампоном из стекловаты. Уплотняют сорбент вибратором или постукиванием стеклянной палочкой, другой конец колонки также закрывают тампоном из стекловаты.

Устанавливают подготовленную таким образом хроматографическую колонку в термостат хроматографа и, не присоединяя к детектору, кондиционируют 30 мин в потоке газа-носителя со скоростью 40 см^3/мин при температуре (60 ± 5) °С, затем выдерживают 30 мин при температуре 120 °С. Отключают подачу газа-носителя и выдерживают колонку в течение 4 ч при температуре 240 °С, затем включают подачу газа-носителя и при этой температуре выдерживают колонку еще 30 мин.

Охлаждают колонку до температуры окружающей среды, подсоединяют к детектору и устанавливают следующие параметры хроматографического разделения:

- температура колонки — 230 °С — 235 °С;
- температура испарителя — 280 °С;
- скорость газа-носителя — 40 $см^3$/мин;
- скорость диаграммной ленты — 200—240 мм/ч.

7.8.2.2 Приготовление стандартного раствора докозана

Помещают 0,3 г докозана в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$ и растворяют его в 50—70 $см^3$ хлороформа. Доводят полученный раствор в мерной колбе до метки этим же растворителем и перемешивают. Полученный раствор содержит 0,003 г докозана в 1 $см^3$.

Массовую концентрацию внутреннего стандарта C в растворе, г/$см^3$, вычисляют по формуле

$$C = \frac{m}{100}, \tag{6}$$

где m — масса докозана, г.

Хранят раствор в плотно закрытой емкости.

7.8.2.3 Определение относительного градуировочного коэффициента

Готовят не менее трех искусственных смесей агидола-30 и докозана в хлороформе. Для этого во взвешенный с точностью до 0,0002 г пенициллиновый пузырек помещают 0,1 г агидола-30, взвешенного с такой же точностью, добавляют взвешенный с точностью до 0,0002 г раствор докозана и растворяют в 5 $см^3$ хлороформа.

Тщательно перемешивают приготовленные смеси, вводят микрошприцем 1 $мкдм^3$ смеси в испаритель хроматографа и записывают хроматограмму. Каждую смесь хроматографируют не менее трех раз.

Относительный градуировочный коэффициент K вычисляют по формуле

$$K = \frac{m_x S_{ст}}{m_{ст} S_x}, \tag{7}$$

где m_x — масса агидола-30, г;

$S_{ст}$ — площадь пика внутреннего стандарта (докозана), $мм^2$;

$m_{ст}$ — масса внутреннего стандарта (докозана), г;

S_x — площадь пика агидола-30, $мм^2$.

7.8.3 Проведение испытания

Взвешивают 1 г мелко нарезанного каучука с точностью до 0,0002 г, помещают в коническую колбу со шлифом вместимостью 100 $см^3$, присоединяют обратный холодильник и экстрагируют каучук этиловым спиртом дважды по 30 мин на песчаной бане, используя на каждую экстракцию по 20 $см^3$ этилового спирта. После экстракции охлаждают колбу до комнатной температуры, переносят экстракт в другую колбу вместимостью 100 $см^3$, промывают колбу с экстрагируемым каучуком 10 $см^3$ этилового спирта и добавляют к экстракту.

Упаривают экстракт в колбе на песчаной бане при температуре 105 °С — 110 °С до объема 0,2—0,3 $см^3$, не допуская сильного кипения.

После охлаждения к полученному остатку добавляют 2 $см^3$ стандартного раствора, перемешивают и микрошприцем вводят в испаритель хроматографа 1—10 $мкдм^3$ пробы.

7.8.4 Обработка результатов

Массовую долю антиоксиданта агидола-30 в каучуке $X_{А\text{-}30}$, %, вычисляют по формуле

$$X_{А\text{-}30} = \frac{K S_x m_{ст}}{S_{ст} m} 100, \tag{8}$$

где K — относительный градуировочный коэффициент;

S_x — площадь пика агидола-30, $мм^2$;

$m_{ст}$ — масса введенного внутреннего стандарта (докозана), г;

$S_{ст}$ — площадь пика внутреннего стандарта (докозана), $мм^2$;

m — масса каучука, г.

Результат вычисления округляют до третьего десятичного знака.

За результат испытания принимают среднеарифметическое значение результатов двух определений, полученных в условиях повторяемости, расхождение между которыми не превышает 10 % среднего значения при доверительной вероятности 0,95.

Результат испытания округляют до второго десятичного знака.

7.9 Определение массовой доли золы*

7.9.1 Аппаратура и материалы

Весы неавтоматического действия класса точности II с наибольшим пределом взвешивания 200 г и с погрешностью взвешивания 0,0002 г и с действительной ценой деления 0,0001 г по ГОСТ OIML R 76-1 или по ГОСТ 24104.

Печь муфельная, обеспечивающая температуру (550 ± 25) °С.

Тигель фарфоровый по ГОСТ 9147, или кварцевый по ГОСТ 19908, или платиновый по ГОСТ 6563 вместимостью 50 $см^3$. Допускается использовать тигель минимальной вместимости 25 $см^3$ на 1 г испытуемой пробы.

Фильтр беззольный диаметром 150 мм из фильтровальной лабораторной бумаги по ГОСТ 12026.

Часы механические с сигнальным устройством по ГОСТ 3145.

Эксикатор 2—140, или 2—190, или 2—250 по ГОСТ 25336.

Кальций хлористый технический по ГОСТ 450.

Осушитель — силикагель или оксид алюминия технический.

7.9.2 Подготовка к проведению испытания

Нагревают чистый тигель в муфельной печи в течение 30 мин при температуре (550 ± 25) °С, затем охлаждают в эксикаторе, заполненном свежепрокаленным хлористым кальцием, или силикагелем, или оксидом алюминия, до комнатной температуры и взвешивают с точностью до четвертого десятичного знака.

Прокаливают тигель до постоянной массы. Расхождение между результатами последовательных взвешиваний не должно превышать 0,0004 г.

7.9.3 Проведение испытания

Заворачивают в беззольный фильтр от 3 до 5 г каучука, подготовленного по 7.2.2 и взвешенного с точностью до четвертого десятичного знака, и помещают в тигель.

Помещают тигель с каучуком в муфельную печь при температуре (550 ± 25) °С и выдерживают до полного окисления углеродсодержащего вещества в каучуке (до получения светлой золы без черных включений). Затем охлаждают тигель в эксикаторе до комнатной температуры и взвешивают с точностью до четвертого десятичного знака. Повторно прокаливают тигель с образцом в течение 30 мин при температуре (550 ± 25) °С, охлаждают в эксикаторе до комнатной температуры и взвешивают тигель. Прокаливание, охлаждение и взвешивание тигля с золой повторяют до получения расхождения между результатами двух последовательных взвешиваний, не превышающего 0,0004 г.

7.9.4 Обработка результатов

Массовую долю золы в каучуке X_0, %, вычисляют по формуле

$$X_0 = \frac{m_2 - m_1}{m_0} 100 , \qquad (9)$$

где m_2 — масса тигля с золой, г;

m_1 — масса тигля, г;

m_0 — масса каучука, г.

Результат вычисления округляют до второго десятичного знака.

За результат испытания принимают среднеарифметическое значение результатов двух определений, полученных в условиях повторяемости, расхождение между которыми не превышает 0,03 % среднего значения при доверительной вероятности 0,95.

Результат испытания округляют до первого десятичного знака.

7.10 Определение массовой доли металлов

Массовую долю железа и меди определяют по ГОСТ 19816.2.

Допускается определять массовую долю меди по ГОСТ 29083.

7.11 Определение массовой доли органических кислот и мыл органических кислот

7.11.1 Аппаратура, лабораторная посуда и реактивы

Весы неавтоматического действия класса точности II с наибольшим пределом взвешивания 200 г, с погрешностью взвешивания 0,0002 г и с действительной ценой деления 0,0001 г по ГОСТ OIML R 76-1 или по ГОСТ 24104.

* См. также [4]. Арбитражные испытания проводят по [4]. В Российской Федерации — также по ГОСТ Р 54545—2011 «Каучуки синтетические. Определение общей и водорастворимой золы».

Плитка электрическая по ГОСТ 14919.

Баня песчаная любого типа.

Часы механические с сигнальным устройством по ГОСТ 3145.

Колба П-1—250—29/32 ТС по ГОСТ 25336.

Холодильник воздушный с трубкой длиной 1000 мм, диаметром от 12 до 14 мм, с приваренным шлифом 29/32.

Колба Кн-2—250 ТС по ГОСТ 25336.

Бюретка 1—2—2—1—0,01; 1—2—2—5—0,02; 1—2—2—10—0,05; 1—2—2—50—0,1 по ГОСТ 29251.

Цилиндр 1—100—2, 1—1000—2 по ГОСТ 1770.

Пипетка 2—2—100 по ГОСТ 29169.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300.

Толуол по ГОСТ 5789.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, раствор молярной концентрации c(HCl) = 0,05 моль/дм^3.

Калия гидроокись по ГОСТ 24363, растворы молярных концентраций c(KOH) = 0,1 моль/дм^3 и c(KOH) = 0,01 моль/ дм^3.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, растворы молярных концентраций c(NaOH) = 0,1 моль/дм^3, c(NaOH) = 0,01 моль/дм^3 и c(NaOH) = 0,02 моль/дм^3.

Тимоловый синий, водный раствор массовой концентрации 1,2 г/дм^3.

м-Крезоловый пурпуровый, спиртовой раствор массовой концентрации 1 г/дм^3.

7.11.2 Подготовка к проведению испытания

7.11.2.1 Приготовление этанол-толуольной смеси

Смешивают этиловый спирт и толуол в соотношении 70:30 по объему.

7.11.2.2 Приготовление растворов индикаторов

Приготовление раствора индикатора *м*-крезолового пурпурового

Растворяют в мерной колбе вместимостью 100 см^3 (0,100 ± 0,001) г индикатора *м*-крезолового пурпурового в 26,2 см^3 раствора гидроокиси натрия или гидроокиси калия молярной концентрации c(NaOH) = 0,01 моль/дм^3 или c(KOH) = 0,01 моль/дм^3. Полученный раствор разбавляют этиловым спиртом до объема 100 см^3.

Приготовление раствора индикатора тимолового синего

Растворяют (0,060 ± 0,001) г индикатора тимолового синего в 6,45 см^3 раствора гидроокиси натрия молярной концентрации c(NaOH) = 0,02 моль/дм^3, переносят в мерную колбу вместимостью 50 см^3. Доводят объем до метки дистиллированной водой.

7.11.3 Проведение испытания

Нарезают каучук, подготовленный по 7.2.2, на полоски шириной от 2 до 3 мм, длиной от 20 до 30 мм.

7.11.3.1 Приготовление экстракта каучука

Взвешивают (6,00 ± 0,01) г полосок каучука с точностью до четвертого десятичного знака, помещают в экстракционную колбу, содержащую 100 см^3 этанол-толуольной смеси, опуская отдельно каждую полоску каучука и перемешивая каждый раз содержимое колбы таким образом, чтобы полоски были смочены растворителем во избежание слипания. Присоединяют колбу к воздушному холодильнику и кипятят в течение 1 ч. Переносят экстракт в мерную колбу вместимостью 250 см^3, промывают каучук 20 см^3 этанол-толуольной смеси, сливая промывной раствор в ту же мерную колбу. Добавляют в колбу для экстрагирования 100 см^3 этанол-толуольной смеси и снова кипятят содержимое колбы с воздушным холодильником 1 ч.

Переносят экстракт в ту же мерную колбу и промывают каучук 20 см^3 этанол-толуольной смеси, сливая промывной раствор в ту же колбу. Охлаждают экстракт в мерной колбе до температуры окружающей среды и доводят объем раствора до метки этанол-толуольной смесью. Закрывают колбу пробкой и хорошо перемешивают.

7.11.3.2 Определение массовой доли органических кислот

Отбирают пипеткой порцию экстракта объемом 100 см^3, переносят в коническую колбу вместимостью 250 см^3, добавляют шесть капель раствора индикатора *м*-крезолового пурпурового и титруют раствором гидроокиси калия молярной концентрации c(KOH) = 0,1 моль/дм^3 или гидроокиси натрия молярной концентрации c(NaOH) = 0,1 моль/дм^3 до первого изменения окраски.

В таких же условиях проводят контрольное испытание, заменяя экстракт таким же объемом этанол-толуольной смеси.

7.11.3.3 Определение массовой доли мыл органических кислот

Порцию экстракта объемом 100 см^3, оставшуюся от определения содержания органических кислот, переносят пипеткой в коническую колбу вместимостью 250 см^3, добавляют шесть капель раствора индикатора тимолового синего и титруют раствором соляной кислоты молярной концентрации c(HCl) = 0,05 моль/дм^3 до первого изменения окраски.

В таких же условиях проводят контрольное определение, заменяя экстракт каучука таким же объемом этанол-толуольной смеси.

7.11.4 Обработка результатов

7.11.4.1 Массовую долю органических кислот в каучуке X_1, %, вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{0,25(V_1 - V_2)C_1 K_1 K_0}{m}, \quad (10)$$

где V_1 — объем раствора гидроокиси калия или гидроокиси натрия, израсходованный на титрование пробы, см^3;

V_2 — объем раствора гидроокиси калия или гидроокиси натрия, израсходованный на титрование при контрольном определении, см^3;

C_1 — заданная молярная концентрация раствора гидроокиси калия или гидроокиси натрия, равная 0,1 моль/ дм^3;

K_1 — коэффициент поправки раствора гидроокиси калия или гидроокиси натрия, использованного для титрования;

K_0 — коэффициент, зависящий от соотношения веществ, по которым ведут вычисление: 315 — по смеси смоляных и жирных кислот в соотношении 1,0:1,0; 333 — по смеси смоляных и жирных кислот в соотношении 3,0:1,0;

m — масса каучука, г.

Результат вычисления округляют до второго десятичного знака.

За результат испытания принимают среднеарифметическое значение результатов двух определений, полученных в условиях повторяемости, расхождение между которыми не превышает 3,7 % среднего значения при доверительной вероятности 0,95.

Результат испытания округляют до первого десятичного знака.

7.11.4.2 Обработка результатов

Массовую долю мыл органических кислот в каучуке X_2, %, вычисляют по формуле

$$X_2 = \frac{0,25(V_3 - V_4)C_2 K_2 K_s}{m}, \quad (11)$$

где V_3 — объем раствора соляной кислоты, израсходованный на титрование пробы, см^3;

V_4 — объем раствора соляной кислоты, израсходованный на титрование при контрольном определении, см^3;

C_2 — заданная молярная концентрация раствора соляной кислоты, равная 0,05 моль/дм^3;

K_2 — коэффициент поправки раствора соляной кислоты, использованного для титрования;

K_s — коэффициент, зависящий от соотношения веществ, по которым ведут вычисление: 353 — по смеси смоляных и жирных кислот в соотношении 1,0:1,0; 368 — по смеси смоляных и жирных кислот в соотношении 3,0:1,0;

m — масса каучука, г.

Результат вычисления округляют до третьего десятичного знака.

За результат испытания принимают среднеарифметическое значение результатов двух определений, полученных в условиях повторяемости, расхождение между которыми не превышает 10 % среднего значения при доверительной вероятности 0,95.

Результат испытания округляют до второго десятичного знака.

Допускается определять массовую долю органических кислот и массовую долю мыл органических кислот по ГОСТ ISO 7781*.

7.12 Определение массовой доли связанного второго мономера (стирола или α-метилстирола)

Массовую долю связанного стирола или α-метилстирола определяют по ГОСТ 24654** в пробе каучука, подготовленной по 7.2.2, при этом допускается:

* См. также [5]. Арбитражные испытания проводят по [5]. В Российской Федерации — также по ГОСТ Р 54550—2011 «Каучуки синтетические. Определение массовой доли экстрагируемых веществ».

** См. также [6]. Арбитражные испытания проводят по [6]. В Российской Федерации — также по ГОСТ Р 54551—2011 «Каучуки бутадиен-стирольные. Определение массовой доли связанного стирола по показателю преломления».

- изготовлять прессованную пластину в холодном прессе при комнатной температуре при условии получения пластины с гладкой поверхностью;

- готовить пластину на микровальцах: каучук, экстрагированный и высушенный в соответствии с требованиями ГОСТ 24654, вальцуют в течение 20 мин при температуре (50 ± 5) °С и снимают с валков в виде пластины толщиной от 0,5 до 0,7 мм;

- использовать каучук после экстрагирования при определении органических кислот и их мыл (см. 7.11);

- охлаждать прессованную пластину в эксикаторе до комнатной температуры.

За результат испытания принимают среднеарифметическое значение результатов двух определений, полученных в условиях повторяемости, расхождение между которыми не превышает 0,5 % среднего значения при доверительной вероятности 0,95.

Результат испытания округляют до целого числа.

Два результата испытаний, полученных на идентичных пробах одной партии каучука в двух разных лабораториях, признают приемлемыми при доверительной вероятности 0,95, если расхождение между ними не превышает 3,0 %.

7.13 Определение вулканизационных характеристик

7.13.1 Аппаратура и материалы

Вулкаметр безроторный типа MDR-2000.

Вальцы смесительные по ГОСТ ISO 2393. Допускается применять смесительные вальцы по ГОСТ 27109.

Весы лабораторные среднего класса точности с наибольшим пределом взвешивания 2000 г по ГОСТ OIML R 76-1 или по ГОСТ 24104.

Термокамера, обеспечивающая поддержание температуры (23 ± 2) °С.

Часы механические с сигнальным устройством по ГОСТ 3145.

Секундомер III класса с ценой деления 0,1 с.

Термометр жидкостный стеклянный по ГОСТ 28498 с ценой деления шкалы 1 °С.

Термометр цифровой малогабаритный для контактных измерений температуры поверхности валков в диапазоне 20 °С — 300 °С с разрешающей способностью 1 °С.

Термостат с естественной циркуляцией воздуха, обеспечивающий поддержание температуры (125 ± 3) °С.

Свинец по ГОСТ 3778 в виде пластин.

Ингредиенты резиновой смеси (см. таблицу 3) по ГОСТ ISO 2322.

Примечание — Для приготовления стандартной резиновой смеси для арбитражных испытаний используют стандартные (контрольные) национальные или международные ингредиенты, соответствующие требованиям, предъявляемым к контрольным ингредиентам. При отсутствии контрольных ингредиентов используют ингредиенты, применение которых согласовывает изготовитель с потребителем. Замена ингредиентов может привести к получению отличающихся результатов.

7.13.2 Подготовка к проведению испытания

Масса объединенной пробы каучука и других ингредиентов (в граммах) должна в три раза превышать значения массовых частей ингредиентов, указанных в рецептуре. Смешение проб для приготовления объединенной пробы проводят на начальной стадии приготовления резиновой смеси. Рецептура резиновой смеси приведена в таблице 3*.

Таблица 3 — Рецептура резиновой смеси

Наименование ингредиента	Массовая часть
Каучук	100,00
Технический углерод, соответствующий IRB	50,00
Оксид цинка	3,00
Стеариновая кислота	1,00
Сера	1,75
Сульфенамид Т (TBBS) (N-*трет*-бутил-2-бензтиазолилсульфенамид)	1,00
Всего:	156,75

* См. также [7]. В Российской Федерации — также по ГОСТ Р 54555—2011 «Каучуки бутадиен-стирольные (SBR). Приготовление и испытание резиновых смесей».

Точность навесок ингредиентов, правила ввода ингредиентов, проведение подрезов — по ГОСТ ISO 2393.

Технический углерод перед взвешиванием предварительно высушивают в термостате с естественной циркуляцией воздуха при температуре (125 ± 3) °С в течение 1 ч. Технический углерод помещают в открытую емкость таким образом, чтобы толщина насыпного слоя во время кондиционирования не превышала 10 мм. Высушенный технический углерод помещают в герметичный влагонепроницаемый контейнер до полного охлаждения и дальнейшего использования.

Проверку точности установки зазора между валками вальцов (по свинцу) проводят по 7.3.2.1. Каучук смешивают с ингредиентами на вальцах при температуре поверхности валков (50 ± 5) °С по режиму, приведенному в таблице 4*.

Таблица 4 — Процедура смешения

Последовательность смешения	Продолжительность, мин	Общее время, мин
Вальцуют каучук при зазоре между валками (1,15 ± 0,05) мм и делают подрезы на 3/4 валка с каждой стороны через каждые 30 с	7	7
Медленно и равномерно вводят серу	2	9
Вводят стеариновую кислоту. Делают по одному подрезу на 3/4 валка с каждой стороны	2	11
Вводят технический углерод равномерно, с постоянной скоростью, по всей длине валка. После того как в смесь введена примерно половина технического углерода, увеличивают зазор между валками до 1,25 мм и делают по одному подрезу на 3/4 валка с каждой стороны. Вводят оставшийся технический углерод и технический углерод с поддона вальцов. Когда в смесь войдет весь технический углерод, увеличивают зазор между валками до 1,4 мм и делают по одному подрезу на 3/4 валка с каждой стороны	10	21
Вводят оксид цинка и сульфенамид Т при зазоре между валками примерно 1,4 мм	3	24
Делают по три подреза на 3/4 валка с каждой стороны	2	26
Срезают смесь с вальцов. Устанавливают зазор между валками примерно 0,8 мм и пропускают смесь рулоном перпендикулярно к поверхности валков шесть раз	2	28
Листуют смесь на вальцах до толщины примерно 6 мм, увеличив зазор между валками и пропуская смесь через вальцы четыре раза, каждый раз складывая ее пополам. Проверяют массу смеси. Если она отличается от расчетной более чем на плюс 0,5 % или минус 1,5 %, смесь бракуют и проводят повторное смешение. Отбирают достаточное количество резиновой смеси (от 40 до 44 г) для определения вулканизационных характеристик. Листуют смесь до толщины примерно 2,2 мм, снимают с вальцов в развернутом виде и охлаждают на гладкой, сухой металлической поверхности	1	29
Примечание — При смешении в зазоре вальцов необходимо поддерживать хорошо обрабатываемый запас смеси. Ингредиенты вводят в смесь медленно и равномерно вдоль валков. Смесь не следует подрезать до тех пор, пока ингредиенты полностью не войдут в каучук.		

Вулканизационные характеристики образца резиновой смеси определяют на безроторном вулкаметре типа MDR-2000** при следующих условиях испытания:

- продолжительность выдержки образцов перед испытанием — от 2 до 24 ч при температуре (23 ± 2) °С;
- частота колебаний — (1,7 ± 0,1) Гц (100 циклов в минуту);
- амплитуда колебаний — 0,50° ± 0,03°;
- продолжительность испытания — 30 мин;
- температура испытания — (160,0 ± 0,3) °С.

За результат испытания принимают значения вулканизационных характеристик одного образца.

* См. также [8]. В Российской Федерации — также по ГОСТ Р 54554—2011 «Смеси резиновые стандартные. Материалы, оборудование, методы смешения и приготовления вулканизованных пластин».

** См. также [9]. В Российской Федерации — также по ГОСТ Р 54547—2011 «Смеси резиновые. Определение вулканизационных характеристик с использованием безроторных реометров».

7.14 Определение упругопрочностных свойств резин при растяжении (условного напряжения при 300 %-ном удлинении, условной прочности при растяжении и относительного удлинения при разрыве)*

Упругопрочностные свойства резин при растяжении определяют на образцах, приготовленных из резиновой смеси по 7.13.

После приготовления резиновую смесь кондиционируют не менее 4 ч и не более 24 ч при температуре (23 ± 3) °С и относительной влажности воздуха не более 55 %.

7.14.1 Аппаратура, материалы

Пресс вулканизационный по ГОСТ 11997**.

Машина разрывная по ГОСТ 28840 или другая, обеспечивающая требования ГОСТ 270.

Толщиномер по ГОСТ 11358 с ценой деления 0,01 мм.

Часы механические с сигнальным устройством по ГОСТ 3145.

Пресс-форма для вулканизации пластин по ГОСТ ISO 2393.

Термометр цифровой малогабаритный для контактных измерений температуры в диапазоне 20 °С — 300 °С с разрешающей способностью 1 °С.

Нож штанцевый типа I по ГОСТ 270 или типа С*.

Термометр цифровой малогабаритный для контактных измерений температуры в диапазоне 20 °С — 300 °С с разрешающей способностью 1 °С.

7.14.2 Подготовка образцов для испытания

Разрезают резиновую смесь на пластины, соответствующие размеру ячейки пресс-формы, указывая направление вальцевания.

Помещают пластины в предварительно нагретые в прессе не менее 20 мин до температуры (145,0 ± 0,5) °С четырехместные вулканизационные пресс-формы с ячейкой глубиной (2,0 ± 0,2) мм. При отсутствии четырехместных пресс-форм допускается использовать двухместные. Закрывают формы и помещают в пресс, предварительно нагретый до температуры (145,0 ± 0,5) °С.

Вулканизуют резиновую смесь при температуре (145,0 ± 0,5) °С и давлении на площадь ячейки гнезда формы не менее 3,5 МПа в течение 25, или 35, или 50 мин для определения оптимума вулканизации.

Выдерживают пластины после вулканизации до испытания при температуре (23 ± 2) °С не менее 16 ч, но не более 96 ч.

7.14.3 Проведение испытания

Условную прочность при растяжении, условное напряжение при 300 %-ном удлинении и относительное удлинение при разрыве определяют по ГОСТ 270 на образцах толщиной от 1,80 до 2,20 мм; используют штанцевые ножи.

Для вычисления результатов испытаний используют все результаты определений при условии нормального разрыва в узкой части лопаток. При разрыве образца за пределами узкой части результат определения не учитывают. За результат испытания каждого показателя принимают медиану.

Для определения медианы результаты испытаний, признанные годными, выстраивают в ряд по возрастанию. Медиана равна значению срединного члена ряда, если количество результатов нечетное, и среднеарифметическому значению двух срединных членов ряда, если количество результатов четное.

Значение относительного удлинения при разрыве округляют до целого десятка, значение условного напряжения и условной прочности — до первого десятичного знака. Результаты испытаний должны соответствовать требованиям таблицы 1 при вулканизации в течение 25, или 35, или 50 мин.

7.15 Определение механических включений и включений структурированного полимера

Наличие крупных механических включений определяют визуально до вальцевания навески.

7.15.1 Аппаратура

Вальцы смесительные по ГОСТ ISO 2393. Допускается применять смесительные вальцы по ГОСТ 27109.

Весы лабораторные среднего класса точности с наибольшим пределом взвешивания 1000 г по ГОСТ OIML R 76-1 или по ГОСТ 24104.

---

* См. также [10]. Арбитражные испытания проводят по [10]. В Российской Федерации — также по ГОСТ Р 54553—2011 «Резина и термопластичные эластомеры. Определение упругопрочностных свойств при растяжении», метод А.

** Допускается использовать пресс по [8]. В Российской Федерации — также по ГОСТ Р 54554—2011 «Смеси резиновые стандартные. Материалы, оборудование, методы смешения и приготовления вулканизованных пластин».

Термометр цифровой малогабаритный для контактных измерений температуры поверхности валков в диапазоне 20 °С — 300 °С с разрешающей способностью 1 °С.

Часы механические с сигнальным устройством по ГОСТ 3145.

Толщиномер по ГОСТ 11358 с ценой деления 0,01 мм.

7.15.2 Подготовка к проведению испытания

Готовят образец для испытания массой (200 ± 1) г из проб каучука, отобранных по ГОСТ ИСО 1795, вальцеванием в течение 1 мин при температуре поверхности валков не выше 50 °С и зазоре между валками (0,25 ± 0,05) мм.

Проверку точности установки зазора между валками вальцов (по свинцу) проводят по 7.3.2.1.

7.15.3 Проведение испытания

Полученную тонкую пластину просматривают в проходящем свете. Наличие механических включений и включений структурированного полимера определяют визуально.

За результат испытания принимают наличие или отсутствие механических включений и включений структурированного полимера.

8 Транспортирование и хранение

8.1 Каучук транспортируют транспортом всех видов в крытых транспортных средствах в соответствии с правилами перевозки грузов, действующими на транспорте данного вида.

При транспортировании каучука, упакованного в ящичные поддоны или в контейнеры, в железнодорожных вагонах поддоны или контейнеры устанавливают в два-три яруса по высоте вагона и раскрепляют.

8.2 Каучук, упакованный в ящичные поддоны, или в гофроконтейнеры, или в полимерные контейнеры, хранят в штабелях, состоящих не более чем из трех поддонов по высоте. Каучук, упакованный в металлические контейнеры, хранят в штабелях, состоящих не более чем из четырех поддонов по высоте.

8.3 Каучук следует хранить в неогнеопасном сухом помещении при температуре не выше плюс 30 °С. При хранении каучук должен быть защищен от загрязнения, а также от воздействия прямых солнечных лучей и атмосферных осадков.

9 Гарантии изготовителя

9.1 Изготовитель гарантирует соответствие каучука требованиям настоящего стандарта при соблюдении потребителем условий хранения и транспортирования, установленных настоящим стандартом.

9.2 Гарантийный срок хранения каучуков — один год с даты изготовления.

9.3 По истечении гарантийного срока хранения каучуки могут быть использованы по назначению после предварительной проверки их качества на соответствие требованиям настоящего стандарта.

Библиография

[1]	АСТМ Д3896	Стандартная практика для синтетических каучуков. Отбор проб
	(ASTM D3896)	(Standard practice for rubber from synthetic sources — Sampling)
[2]	АСТМ Д1646	Стандартные методы испытания каучуков. Вязкость, релаксация напряжений и характеристики предварительной вулканизации (вискозиметр Муни)
	(ASTM D1646)	[Standard test methods for rubber — Viscosity, stress relaxation, and pre-vulcanization characteristics (Mooney viscometer)]
[3]	АСТМ Д5668	Стандартные методы испытаний синтетических каучуков. Летучие вещества
	(ASTM D5668)	(Standard test methods for rubber from synthetic sources — Volatile matter)
[4]	АСТМ Д5667	Стандартные методы испытаний синтетических каучуков. Общая и растворимая в воде зола
	(ASTM D5667)	(Standard test method for rubber from synthetic sources — Total and water soluble ash)
[5]	АСТМ Д5774	Стандартные методы испытания каучуков. Химический анализ экстрагируемых веществ
	(ASTM D5774)	(Standard test methods for rubber — Chemical analysis of extractables)
[6]	АСТМ Д5775	Стандартный метод испытаний каучуков. Определение связанного стирола в бутадиен-стирольных каучуках с помощью показателя преломления
	(ASTM D5775)	(Standard test method for rubber — Determination of bound styrene in styrene butadiene rubber by refractive index)
[7]	АСТМ Д3185	Стандартные методы испытаний каучуков. Оценка SBR (стирол-бутадиенового каучука), включая смеси с маслом
	(ASTM D3185)	[Standard test methods for rubber — Evaluation of SBR (styrene butadiene rubber) including mixtures with oil]
[8]	АСТМ Д3182	Стандартная практика для каучуков. Материалы, оборудование и процедуры приготовления стандартных смесей и подготовка стандартных вулканизованных пластин
	(ASTM D3182)	(Standard practice for rubber — Materials, equipment, and procedures for mixing standard compounds and preparing standard vulcanized sheets)
[9]	АСТМ Д5289	Стандартный метод определения свойств каучуков. Вулканизация с использованием безроторных реометров
	(ASTM D5289)	(Standard test method for rubber property — Vulcanization using rotorless curemeters)
[10]	АСТМ Д412	Стандартные методы испытаний вулканизованной резины и термопластичных эластомеров. Растяжение
	(ASTM D412)	(Standard test methods for vulcanized rubber and thermoplastic elastomers — Tension)

УДК 678.766.2:006.354 МКС 83.060

Ключевые слова: синтетические каучуки, бутадиен-метилстирольный СКМС-30АРК, бутадиен-стирольный СКС-30АРК, технические условия

БЗ 11—2019/77

Редактор *Л.И. Нахимова*
Технический редактор *И.Е. Черепкова*
Корректор *Л.С. Лысенко*
Компьютерная верстка *Е.О. Асташина*

Сдано в набор 19.11.2019. Подписано в печать 23.12.2019. Формат 60×84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 3,26. Уч.-изд. л. 2,95.
Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

Создано в единичном исполнении во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» для комплектования Федерального информационного фонда стандартов, 117418 Москва, Нахимовский пр-т, д. 31, к. 2.

gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru