МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)

INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ ISO 2322— 2013

КАУЧУК БУТАДИЕН-СТИРОЛЬНЫЙ (SBR) ЭМУЛЬСИОННОЙ И РАСТВОРНОЙ ПОЛИМЕРИЗАЦИИ

Методы оценки

(ISO 2322:2009, IDT)

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2014

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

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

Сведения о стандарте

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

2 ВНЕСЕН Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии (Росстандарт)

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

За принятие проголосовали:

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

4 Настоящий стандарт идентичен международному стандарту ISO 2322:2009 Styrene-butadiene rubber (SBR) — Emulsion- and solution-polymerized types — Evaluation procedures (Бутадиен-стирольный каучук (SBR). Эмульсионного и растворного типа полимеризации. Методы оценки).

Международный стандарт разработан подкомитетом SC 2 «Сырье (включая латекс) для резиновой промышленности» технического комитета ISO/TC 45 «Каучук и резиновые изделия» Международной организации по стандартизации (ISO).

Перевод с английского языка (en).

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

В разделе «Нормативные ссылки» и тексте стандарта ссылки на международные стандарты актуализированы.

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

Степень соответствия — идентичная (IDT)

5 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 14 марта 2014 г. № 142-ст межгосударственный стандарт ГОСТ ISO 2322—2013 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 января 2016 г.

6 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодном информационном указателе «Национальные стандарты», а текст изменений и поправок — в ежемесячных

информационных указателях «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». Соответствующая информация, уведомление и тексты размещаются также в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет

© Стандартинформ, 2014

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

Содержание

1 Область применения 1
2 Нормативные ссылки 1
3 Отбор 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) Комментарии к показателям прецизионности по программе ITP 1986 г. (смешение на вальцах) 14
Приложение ДА (справочное) Сведения о соответствии межгосударственных стандартов ссылочным международным 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

Styrene-butadiene rubber (SBR) of emulsion- and solution- polymerized types. Evaluation methods

Дата введения — 2016—01—01

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

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на бутадиен-стирольные каучуки (SBR) эмульсионной и растворной полимеризации, в том числе маслонаполненные, и устанавливает физические и химические методы испытаний.

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

В таблице 1 приведены каучуки, обычно 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

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

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

Издание официальное

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

ISO 248 Rubber, raw — Determination of volatile-matter content (Каучук. Определение содержания летучих веществ)[1)]

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

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

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

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

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

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

3 Отбор проб и дальнейшие подготовительные процедуры

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

3.2 Подготовка пробы — по ISO 1795.

4 Физические и химические методы испытаний каучука

4.1 Определение вязкости по Муни

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

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

Вязкость по Муни можно также определить на пробе, подготовленной вальцеванием по ISO 1795, но при этом получают худшую воспроизводимость и результаты могут отличаться.

4.2 Определение летучих веществ

Содержание летучих веществ определяют по ISO 248 методом вальцевания или с использованием термостата.

4.3 Определение золы

Золу определяют по ISO 247 (метод А или В).

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 ингредиенты или ингредиенты, согласованные между заинтересованными сторонами при отсутствии стандартных ингредиентов.

[1)] Действует ISO 248-1:2011 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).

Таблица 2 — Стандартные рецептуры

Наименование	Массовая часть для каучука 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 при температуре (125 ± 3) °C в течение 1 ч и хранят в герметичном сосуде.

[c)] N-*трет*-бутилбензотиазол-2-сульфенамид (TBBS) поставляют в виде порошка с содержанием нерастворимого вещества не более 0,3 %, определяемого по ISO 11235. TBBS должен храниться в закрытом сосуде при температуре окружающей среды, содержание нерастворимого вещества следует проверять каждые 6 мес. Если содержание нерастворимого вещества превышает 0,75 %, материал бракуют или перекристаллизовывают.

5.2 Альтернативные рецептуры для маслонаполненных каучуков

В таблице 3 приведены стандартные рецептуры по ASTM D 3185, 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	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 при температуре (125 ± 3) °C в течение 1 ч и хранят в герметичном сосуде.

[c)] N-*трет*-бутилбензотиазол-2-сульфенамид (TBBS). Поставляют в виде порошка с исходным содержанием нерастворимого вещества не более 0,3 %, определяемого по ISO 11235. TBBS должен храниться в закрытом сосуде при температуре окружающей среды, содержание нерастворимого вещества следует проверять каждые 6 мес. Если содержание нерастворимого вещества 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.

Используют три альтернативных метода смешения:

- метод А — смешение на вальцах;
- метод В — одностадийное смешение в закрытом резиносмесителе;
- метод С — двухстадийное смешение: начальная стадия — смешение в закрытом резиносмесителе, завершающая стадия смешения — на вальцах.

5.3.2 Метод А — смешение на вальцах

Масса загрузки ингредиентов в граммах для стандартных 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 между валками поддерживают хорошо обрабатываемый запас смеси. Если при установленном зазоре, как указано ниже, это не обеспечивается, регулируют зазор 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 3/4 валка с каждой стороны через каждые 30 с	7,0	7,0	—	—
	После вальцевания каучука SBR 1500 добавляют каучук, гомогенизированный по перечислению а) и делают подрезы на 3/4 валка с каждой стороны через каждые 30 с	—	—	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 3/4 валка с каждой стороны	2,0	11,0	2,0	13,0
e)	Вводят технический углерод, равномерно распределяя по всей длине валка. После введения 50 % требуемой массы увеличивают зазор между валками до 1,4 мм и делают по одному подрезу на 3/4 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 3/4 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 3/4 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 пополам. Определяют массу смеси (см. ISO 2393). Если масса отличается от расчетной более чем на плюс 0,5 % или минус 1,5 %, смесь бракуют и проводят повторное смешение. Отбирают достаточное количество смеси 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 по ISO 37.

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

5.3.3 Метод B — одностадийное смешение в закрытом резиносмесителе

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

При смешении должно быть обеспечено равномерное распределение всех ингредиентов.

Температура выгружаемой смеси после смешения должна превышать 120 °С. Для выполнения данного требования при необходимости регулируют массу загрузки или начальную температуру в смесителе.

Примечание 1 — Для закрытых резиносмесителей разных размеров рекомендуемые 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, смешением в течение 10 мин в биконическом смесителе с преобразователем частоты вращения или в смесителе другого типа в течение пяти периодов по 3 с, счищая материал с внутренней поверхности резиносмесителя после каждого смешения в течение 3 с. Можно использовать смеситель Уоринга (Waring blender).

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

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

	Процедура смешения	Время обработки, мин	Общее время, мин
a)	Загружают каучук, опускают затвор и пластифицируют каучук	1,0	1,0
b)	Поднимают затвор и вводят, не допуская потерь, предварительно смешанные оксид цинка, серу, стеариновую кислоту и TBBS. Затем вводят технический углерод, очищают отверстия и опускают затвор	1,0	2,0
c)	Смешивают загруженные ингредиенты	7,0	9,0
d)	Выключают двигатель, поднимают затвор, извлекают камеру для смешения и выгружают смесь. Записывают максимальную температуру смеси.		

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

Определяют и записывают массу смеси. Если масса отличается от расчетной более чем на плюс 0,5 % или минус 1,5 %, смесь бракуют и проводят повторное смешение.

Для определения вулканизационных характеристик по ISO 3417 или ISO 6502 готовят образцы (при необходимости). Перед проведением испытания выдерживают образцы 2—24 ч, по возможности при стандартной температуре и влажности по ISO 23529.

При необходимости листуют смесь до толщины 2,2 мм для подготовки пластин для испытаний или до определенной толщины для подготовки образцов в форме колец по ISO 37. Для получения каландрового эффекта четыре раза пропускают сложенную вдвое пластину между валками при соответствующем зазоре при температуре поверхности валков (50 ± 5) °С. Охлаждают лист на плоской сухой поверхности.

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

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

5.3.4.1 Начальная стадия смешения

При смешении должно быть равномерное распределение всех ингредиентов.

Температура выгружаемой смеси после смешения должна быть 150 °С—170 °С. При необходимости регулируют массу загрузки или начальную температуру в смесителе для выполнения данного условия.

Примечание 1 — Для закрытого резиносмесителя номинальным объемом (1170 ± 40) см^3 условия смешения следующие:

- масса загрузки для каучуков группы А должна превышать в 8,5 раз массу, указанную в рецептуре (8,5 × 156,75 г = 1332,37 г), для каучуков группы В — в 9,5 раз (9,5 × 141,75 г = 1346,62 г);
- угловая скорость вращения ротора — (77 ± 10) об/мин.

Примечание 2 — Используют следующую процедуру начального смешения в закрытом резиносмесителе.

	Процедура смешения	Время обработки, мин	Общее время, мин
a)	Устанавливают температуру закрытого резиносмесителя (50 ± 3) °С. Закрывают дверцу загрузки ингредиентов, устанавливают угловую скорость вращения ротора и поднимают затвор	—	—
b)	Загружают каучук, опускают затвор и пластифицируют 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)	Смешивают загруженные ингредиенты	1,5	5,0
g)	Выгружают смесь.		

Сразу после выгрузки проверяют температуру смеси пригодным 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 определяют массу. Если масса отличается от расчетной более чем на плюс 0,5 % или минус 1,5 %, смесь бракуют и повторяют смешение.

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

Закрытые резиносмесители небольшого объема не обеспечивают получение достаточного количества смеси для окончательного смешения на вальцах, т. к. масса загрузки должна в три раза превышать массу, требуемую по рецептуре. В таких случаях для окончательного смешения можно использовать закрытый резиносмеситель. Может потребоваться регулировка температуры в смесителе или массы загрузки, чтобы конечная температура выгружаемой смеси не превышала 120 °С.

5.3.4.2 Окончательное смешение на вальцах

При окончательном смешении на вальцах в зазоре между валками поддерживают хорошо обрабатываемый запас смеси. Если при установленном зазоре между валками, как указано ниже, это требование не обеспечивается, регулируют зазор.

	Процедура 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. Смесь не подрезают до тех пор, пока сера или ускоритель полностью не диспергируются в каучуке	1,5	2,5
e)	Делают три подреза на 3/4 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 поверхности валков, вводя рулон то одним, то другим концом поочередно	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 по ISO 37. Определяют и записывают массу смеси. Если масса отличается от расчетной более чем на плюс 0,5 % или минус 1,5 %, смесь бракуют и проводят повторное смешение.

h) Перед вулканизацией выдерживают смесь 2—24 ч, по возможности при стандартной температуре и влажности по 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 $t'_c(90)$ по ISO 3417 при следующих условиях испытаний:

- частота колебаний: 1,7 Гц (100 циклов в мин);
- амплитуда колебаний: 1° дуги;
- 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 $t'_c(90)$ по ISO 6502 при следующих условиях испытаний:

- частота колебаний: 1,7 Гц (100 циклов в мин);
- амплитуда колебаний: 0,5° дуги;
- 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. Результаты, полученные при указанных 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 16 ч—96 ч при стандартной температуре и по возможности при стандартной влажности по ISO 23529.

Упругопрочностные свойства вулканизатов при растяжении определяют по ISO 37.

8 Прецизионность

Сведения о прецизионности приведены в приложении А.

9 Протокол испытаний

Протокол испытаний должен содержать:

a) обозначение настоящего стандарта;

b) подробную информацию, необходимую для идентификации пробы;

c) метод определения содержания летучих веществ (метод вальцевания или метод с использованием термостата);

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

e) информацию о стандартных образцах;

f) стандартную рецептуру смеси;

g) процедуру смешения;

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

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

j) время определения M_H на реометре;

k) температуру и время вулканизации по разделу 7;

l) любые отклонения, отмеченные при испытаниях по настоящему стандарту;

m) процедуры, не предусмотренные настоящим стандартом или ссылочными стандартами, а также необязательные процедуры;

n) результаты испытаний с указанием единиц измерения;

o) дату проведения испытания.

Приложение А
(справочное)

Прецизионность

А.1 Общие положения

В 1986 и 2003 гг. были проведены две программы межлабораторных испытаний (ITP). В ITP 1986 г. испытывали смесь, приготовленную на вальцах, в ITP 2003 г. — на вальцах и закрытом резиносмесителе.

Прецизионность, установленную по результатам ITP, не используют для приемочных испытаний какой-либо группы материалов или продукции без документального подтверждения пригодности к этим материалам или продукции.

А.2 Прецизионность по ITP 1986 г. (смешение на вальцах)

А.2.1 Информация о ITP

А.2.1.1 Испытывали две серии смесей, приготовленных по рецептуре на основе каучуков группы А:

- А-1 — на основе маслонаполненного каучука SBR типа 1712;
- А-2 — на основе каучука SBR типа 1500, не наполненного маслом.

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

В ITP принимали участие 13 лабораторий. В каждой лаборатории из специальных образцов материалов, направленных перед проведением испытаний, готовили смеси в каждый из двух дней с интервалом примерно 1 неделя. Для каждого материала отбирали образцы однородной смеси. Упругопрочностные свойства при растяжении определяли на вулканизованных пластинках каждой смеси или композиции в соответствии с программой испытаний.

А.2.1.2 Модуль (напряжение при удлинении 300 %), прочность при растяжении и относительное удлинение при разрыве определяли на образцах в форме двухсторонней лопатки по ISO 37, за результат испытаний принимали медианное значение пяти определений. Определяли прецизионность типа 2, период времени для повторяемости и воспроизводимости выбирали по шкале дней.

В приложении В приведены комментарии к показателям прецизионности.

А.2.2 Прецизионность

Прецизионность (повторяемость и воспроизводимость) определяли по ISO/TR 9272.

Показатели прецизионности приведены в таблице А.1, использованы следующие обозначения с пояснениями.

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

(*r*) — относительная повторяемость, % отн.

Результаты двух испытаний, полученные в одной лаборатории с использованием одного и того же метода на номинально идентичных материалах в одинаковых условиях (одни оператор, оборудование и лаборатория) в течение установленного периода времени. Если нет других указаний, установленная вероятность равна 95 %.

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

(*R*) — относительная воспроизводимость, % отн.

Результаты двух испытаний, полученные в разных лабораториях с использованием одного и того же метода на номинально идентичных материалах в разных условиях (разные операторы, оборудование и лаборатории) в течение установленного периода времени. Если нет других указаний, установленная вероятность равна 95 %.

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

Рецептура	Среднее значение	Внутрилабораторная прецизионность		Межлабораторная прецизионность	
		r	(*r*)	*R*	(*R*)
Напряжение при удлинении 300 %, МПа					
SBR А-2	12,3	1,62	13,1	3,83	31,1
SBR А-1	14,6	1,80	12,3	3,86	26,5
SBR А-3	16,0	2,36	14,8	6,12	38,2

Окончание таблицы А.1

Рецептура	Среднее значение	Внутрилабораторная прецизионность		Межлабораторная прецизионность	
		r	(r)	R	(R)
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
Относительное 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 по ITP 2003 г. (смешение на вальцах и в закрытом резиносмесителе)

А.3.1 Информация о ITP

Испытывали смесь, приготовленную по рецептуре на основе каучука группы А — SBR 1500 (Europrene 1500 EST8) с использованием вальцов и закрытых резиносмесителей разного объема. Программа межлабораторных испытаний (ITP) была проведена в рамках технического пересмотра ISO 2393:1994.

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

ITP проводили по ISO/TR 9272:2005. Во время проведения ITP ISO/TR 9272:2005 (разработка взамен ISO/TR 9272:1986) был на стадии голосования. Использовали термины и другие статистические элементы по ISO/TR 9272:1986.

Определяли упругопрочностные свойства при растяжении и вулканизационные характеристики на реометре для каждого метода смешения. Прецизионность определения упругопрочностных свойств вулканизатов вычисляли для напряжения при удлинении 100 %, 200 % и 300 %, относительного удлинения при разрыве и прочности при растяжении. Прецизионность измерения вулканизационных характеристик на реометре вычисляли для M_H (максимального крутящего момента), M_L (минимального крутящяго момента), t_{s1} (времени подвулканизации или времени, необходимого для повышения крутящего момента на 1 дН·м), $t'_c(50)$ (времени, достижения 50 % от полного крутящего момента) и $t'_c(90)$ (времени достижения 90 % от полного крутящего момента). Определяли прецизионность типа 2. Резиновые смеси были приготовлены и испытаны в каждый из двух дней с интервалом 1 неделя.

Для проведения испытаний каждой приготовленной смеси (определение упругопрочностных свойств вулканизатов и измерений на реометре) в каждый из двух дней для каждого типа вулканизата были приготовлены отдельные смеси из однородных ингредиентов. За результат испытаний принимали среднеарифметическое значение двух повторных определений, проведенных в каждый из двух дней испытаний, прецизионность вычисляли по результатам проведенных испытаний.

В программе испытаний с использованием закрытых резиносмесителей разных типов или объемов принимали участие 9 лабораторий. При этом в каждой лаборатории были использованы закрытые резиносмесители разных типов или объемов. В ITP применяли резиносмесители следующих объемов — 80, 270, 379, 588, 1580 и 1600 $см^3$.

Кроме определения прецизионности оценивали влияние типа резиносмесителя (объема и других параметров) на результаты испытаний (также см. комментарии по данному вопросу в ISO 2393:2008, приложение С). Некоторые лаборатории предоставили результаты, полученные при использовании резиносмесителей разного объема. Результаты, полученные при использовании резиносмесителей разного объема, были включены в базу ITP как полученные отдельной лабораторий. Это позволило получить базу данных, эквивалентную участию 12 лабораторий. Каждая комбинация резиносмеситель — лаборатория была обозначена как условная лаборатория (псевдолаборатория).

А.3.2 Прецизионность

Прецизионность определения упругопрочностных свойств вулканизатов и измерений на реометре при использовании двух методов приготовления смесей приведена в таблицах А.2—А.5. Результаты были получены при применении варианта 1 исключения выбросов по ISO/TR 9272:2005. 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).

Таблица А.2 — Прецизионность (типа 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)	
Напряжение при удлинении 100 %, (S_{100}), МПа	3,02	0,068	0,19	6,35	0,178	0,50	16,5	4
Напряжение при удлинении 200 %, (S_{200}), МПа	9,03	0,22	0,63	6,94	0,64	1,79	19,8	4
Напряжение при удлинении 300 %, (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, в единицах измерения;
r — повторяемость, в единицах измерения;
(r) — повторяемость, % отн.;
s_R — межлабораторное стандартное отклонение (для общего межлабораторного разброса в единицах измерения);
R — воспроизводимость, в единицах измерения;
(R) — воспроизводимость, % отн.

Таблица А.3 — Прецизионность (типа 2) определения вулканизационных характеристик на реометре (смешение на вальцах)

Характеристика	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 — Использованы следующие обозначения:
s_r — внутрилабораторное стандартное отклонение, в единицах измерения;
r — повторяемость, в единицах измерения;
(r) — повторяемость, % отн.;
s_R — межлабораторное стандартное отклонение (для общего межлабораторного разброса в единицах измерения);
R — воспроизводимость, в единицах измерения;
(R) — воспроизводимость, % отн.

Таблица А.4 — Прецизионность (типа 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)	
Напряжение при удлинении 100 %,(S_{100}), МПа	3,06	0,076	0,220	7,15	0,144	0,402	13,1	7
Напряжение при удлинении 200 %, (S_{200}), МПа	9,12	0,222	0,622	6,81	0,411	1,24	13,5	7
Напряжение при удлинении 300 %, (S_{300}), МПа	16,7	0,444	1,24	7,32	0,841	2,36	13,9	10
Относительное удлинение при разрыве, %	446	19,25	53,9	11,8	46,90	131,5	28,8	11
Прочность при растяжении, 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 — Использованы следующие обозначения:
s_r — внутрилабораторное стандартное отклонение, в единицах измерения;
r — повторяемость, в единицах измерения;
(r) — повторяемость, % отн.;
s_R — межлабораторное стандартное отклонение (для общего межлабораторного разброса в единицах измерения);
R — воспроизводимость, в единицах измерения;
(R) — воспроизводимость, % отн.

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

Характеристика	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 — Использованы следующие обозначения:
s_r — внутрилабораторное стандартное отклонение, в единицах измерения;
r — повторяемость, в единицах измерения;
(r) — повторяемость, % отн.;
s_R — межлабораторное стандартное отклонение (для общего межлабораторного разброса в единицах измерения);
R — воспроизводимость, в единицах измерения;
(R) — воспроизводимость, % отн.

Повторяемость

В таблицах А.2—А.5 приведены значения повторяемости или прецизионности локальной области для каждого метода испытания. Результаты двух отдельных испытаний, полученные в одной и той же лаборатории (при правильном применении настоящего стандарта), отличающиеся более чем на приведенные в таблицах 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

В таблицах А.2—А.5 приведены показатели и значения воспроизводимости или прецизионности общей области для каждого метода испытания. Результаты двух отдельных испытаний, полученные в разных лабораториях (при правильном применении настоящего стандарта), которые отличаются более чем на приведенные в таблицах 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 значение или общая относительная воспроизводимость (*R*), значения которой приведены в таблицах А.2—А.5, указывают на расхождение относительной воспроизводимости результатов, полученных при испытании смесей, полученных смешением на вальцах и в резиносмесителе закрытого типа.

Общее среднее значение (*R*) определения упругопрочностных свойств вулканизатов и вулканизационных характеристик на реометре для смесей, приготовленных на вальцах (см. таблицы А.2 и А.3), составляет 19,0 % и 20,3 % соответственно, общее среднее значение (*R*) определения упругопрочностных свойств вулканизатов и вулканизационных характеристик на реометре для смесей, приготовленных в закрытом смесителе (см. таблицы А.4 и А.5), — 17,9 % и 28,7 % соответственно.

Значение общей относительной воспроизводимости определения упругопрочностных свойств вулканизатов для смесей, приготовленных на вальцах и в закрытом резиносмесителе, практически одинаковое и составляет 19,0 % и 17,9 % соответственно. Однако значение общей относительной воспроизводимости определения вулканизационных характеристик на реометре смесей, приготовленных на вальцах и в закрытом резиносмесителе, отличается и составляют 20,3 % и 28,7 % соответственно. Большой разброс значений в основном обусловлен использованием в разных лабораториях закрытых резиносмесителей разного типа.

А.3.4 Смещение

Смещение — разность между средним значением результатов определений и опорным (или действительным) значением определяемой характеристики. Опорных значений для настоящего метода испытания не существует, следовательно, смещение не установлено.

А.3.5 Режимы смешения в закрытом резиносмесителе

В таблице А.6 приведены режимы смешения для закрытых резиносмесителей, использованных в лабораториях — участницах ITP 2003 г.

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

Параметр	Значение					
Начальная температура в камере, °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)

Комментарии к показателям прецизионности, полученным по программе ITP 1986 г.
(смешение на вальцах)

В.1 Согласно таблице А.1 значения повторяемости и воспроизводимости определения прочности при растяжении для каучука SBR А-3 одинаковые, что объясняется небольшой базой данных (небольшим количеством лабораторий), когда разброс значений для первого и второго дня значителен наряду с тем, что среднее значение за первый и второй день снижает межлабораторный разброс.

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

В.3 Прецизионность методов испытаний каучуков SBR других типов, по сравнению с прецизионностью, полученной при испытании в рамках данной программы, может отличаться.

Приложение ДА
(справочное)

Сведения о соответствии межгосударственных стандартов ссылочным международным стандартам

Таблица ДА.1

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

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

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

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

Библиография

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

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

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

[4] ASTM D 3185—06(10) Standard test methods for rubber-evaluation of SBR (styrene-butadiene rubber) including mixtures with oil [Стандартные методы испытаний каучука SBR (бутадиен-стирольного каучука), включая смеси с маслом]

УДК 678.766.2:006.354 МКС 83.060 IDT

Ключевые слова: бутадиен-стирольный каучук, методы оценки

Редактор *П.М. Смирнов*
Технический редактор *Е.В. Беспрозванная*
Корректор *В.И. Варенцова*
Компьютерная верстка *О.Д. Черепковой*

Сдано в набор 29.05.2014. Подписано в печать 07.07.2014. Формат 60 ×84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 2,32. Уч.-изд. л. 1,80. Тираж 38 экз. Зак. 2503.

Издано и отпечатано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.

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

gost.e-ecolog.ru