НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

КАУЧУК ИЗОПРЕНОВЫЙ РАСТВОРНОЙ ПОЛИМЕРИЗАЦИИ, НЕ НАПОЛНЕННЫЙ МАСЛОМ

Методы оценки

Издание официальное

БЗ 9—2003/167

ГОССТАНДАРТ РОССИИ
Москва

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Техническим комитетом по стандартизации ТК 126 «Каучуки и латексы» (ФГУП НИИСК)

ВНЕСЕН Управлением стандартизации Госстандарта России

2 ПРИНЯТ Постановлением Государственного комитета Российской Федерации по стандартизации и метрологии от 24 декабря 2003 г. № 380-ст

3 Настоящий стандарт представляет собой идентичный текст международного стандарта ИСО 2303—90 «Каучук изопреновый растворной полимеризации, не наполненный маслом. Методы оценки»

4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

© ИПК Издательство стандартов, 2004

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Госстандарта России

Содержание

1 Назначение и область применения 1
2 Нормативные ссылки. 1
3 Отбор проб 1
4 Физические и химические методы испытаний 2
5 Приготовление стандартных резиновых смесей для оценки качества изопреновых каучуков. . . . 2
6 Определение вулканизационных характеристик 4
7 Определение упругопрочностных свойств вулканизатов при растяжении 4
8 Протокол испытания 5
Приложение А Смешение ингредиентов на вальцах (метод 2). 6
Приложение Б Примеры определения медианы 7

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

КАУЧУК ИЗОПРЕНОВЫЙ РАСТВОРНОЙ ПОЛИМЕРИЗАЦИИ, НЕ НАПОЛНЕННЫЙ МАСЛОМ

Методы оценки

Isoprene rubber (IR). Non-oil-extended, solution-polymerized types.
Evaluation procedure

Дата введения 2005—01—01

1 Назначение и область применения

Настоящий стандарт устанавливает:

физические и химические методы испытаний каучука;

стандартные ингредиенты, стандартный рецепт, оборудование, режимы приготовления и вулканизации резиновой смеси для определения вулканизационных характеристик и упругопрочностных свойств вулканизатов на основе изопренового каучука растворной полимеризации, не наполненного маслом.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ ИСО 248—96 Каучук. Определение содержания летучих веществ

ГОСТ 269—66 Резина. Общие требования к проведению физико-механических испытаний

ГОСТ 270—75 Резина. Метод определения упругопрочностных свойств при растяжении

ГОСТ ИСО 1795—96 Каучук натуральный и синтетический. Отбор проб и дальнейшие подготовительные процедуры

ГОСТ 10722—76 Каучуки и резиновые смеси. Метод определения вязкости и способности к преждевременной вулканизации

ГОСТ 11358—89 Толщиномеры и стенкомеры индикаторные с ценой деления 0,01 и 0,1 мм. Технические условия

ГОСТ 11997—89 Прессы вулканизационные гидравлические. Типы, параметры и размеры

ГОСТ 12535—84 Смеси резиновые. Метод определения вулканизационных характеристик на вулкаметре

ГОСТ 14333—79 Вальцы резинообрабатывающие. Общие технические условия

ГОСТ 19816.4—91 (ИСО 247—90) Каучук и резина. Определение золы

ГОСТ 30263—96 (ИСО 2393—94) Смеси резиновые для испытания. Приготовление, смешение и вулканизация. Оборудование и методы

3 Отбор проб

3.1 Отбор проб — по ГОСТ ИСО 1795. Масса лабораторной пробы — 1500 г.

На предприятии-изготовителе допускается отбирать пробы каучука с потока.

3.2 При хранении каучука более 15 сут при температуре ниже 0 °С отобранные пробы перед испытанием выдерживают в течение 24—72 ч при температуре (25±5) °С.

Издание официальное

4 Физические и химические методы испытаний

4.1 Определение вязкости по Муни

Вязкость по Муни определяют по ГОСТ 10722 на образцах, приготовленных по ГОСТ ИСО 1795 без предварительного вальцевания каучука. Для этого от лабораторной пробы отрезают пробу каучука, не содержащую пузырей.

Испытания проводят при температуре (100,0±0,5) °С, используя большой ротор. Продолжительность предварительного прогревания каучука в приборе (1,00±0,05) мин. Вязкость по Муни определяют по истечении 4 мин от начала вращения ротора.

За результат испытания партии принимают среднеарифметическое результатов испытаний проб.

Результат округляют до целого числа.

Запись результата испытаний — МБ (1 + 4) при 100 °С.

Примечание — Ежедневно перед испытанием проб каучука рекомендуется проверять работу прибора по контрольным (стандартным) образцам пластоэластических свойств, предпочтительно международным или национальным.

4.2 Определение летучих веществ

4.2.1 Массовую долю летучих веществ определяют по ГОСТ ИСО 248 методом с применением термостата.

4.2.2 Каждую лабораторную пробу испытывают отдельно.

Образец для испытания в виде вальцованного листа помещают в термостат на 2 ч. Повторяют нагревание образца продолжительностью по 30 мин до тех пор, пока уменьшение массы образца при последовательных взвешиваниях не будет равно или менее 0,004 г.

Если получение вальцованного листа невозможно, образец каучука нарезают вручную.

Результат определения округляют до второго десятичного знака.

За результат испытания пробы принимают среднеарифметическое результатов двух параллельных определений, расхождение между которыми не превышает 0,10 % (по массе). Результат округляют до первого десятичного знака.

За результат испытания партии принимают среднеарифметическое результатов испытаний проб.

4.3 Определение золы

Массовую долю золы определяют по ГОСТ 19816.4, метод А.

Образцы для испытания массой (5,0±0,2) г отбирают от объединенной лабораторной пробы, приготовленной по ГОСТ ИСО 1795 при температуре вальцов (70±5) °С. Образцы заворачивают в фильтровальную бумагу, помещают в тигли или чашки и обугливают на электрической плитке или горелке Бунзена до прекращения выделения дыма.

После обугливания образцы каучука прокаливают в муфельной печи.

Прокаливание, охлаждение и взвешивание повторяют до тех пор, пока расхождение между двумя последовательными взвешиваниями не будет равно или менее 0,0004 г.

Результаты определений округляют до второго десятичного знака.

За результат испытания партии принимают среднеарифметическое результатов двух параллельных определений, расхождение между которыми не превышает 0,03 % (по массе). Результат округляют до первого десятичного знака.

5 Приготовление стандартных резиновых смесей для оценки качества изопреновых каучуков

При производственном контроле качества каучуков резиновую смесь готовят на основе объединенной лабораторной пробы, загружая на смесительное оборудование равные количества каучука, взятого от отдельных лабораторных проб. Пробы смешивают на начальной стадии приготовления резиновой смеси.

По согласованию между изготовителем и потребителем допускается испытывать смеси и вулканизаты на основе отдельных лабораторных проб.

5.1 Стандартный рецепт

Резиновую смесь готовят по рецепту, приведенному в таблице 1. Используют отечественные аттестованные либо эквивалентные национальные или международные ингредиенты. Замена ингредиентов может привести к получению отличающихся результатов. Допускается использовать ингредиенты, согласованные между заинтересованными сторонами.

Таблица 1 — Стандартный рецепт резиновой смеси

Наименование ингредиента	Массовая часть
Каучук	100,00
Стеариновая кислота	2,00
Оксид цинка	5,00
Сера	2,25
Очередная партия промышленного контрольного технического углерода	35,00
N-трет-бутил-2-бензотиазолсульфенамид (ТББС)	0,70
Всего	144,95

5.2 Общие требования к оборудованию и процедуре смешения

Оборудование, подготовка ингредиентов, взвешивание и смешение должны соответствовать требованиям ГОСТ 30263.

По согласованию между изготовителем и потребителем допускается применять резинообрабатывающие вальцы по ГОСТ 14333, типа $Л_б$ 320 160/160 или $П_д$ 320 160/160 с корректировкой загрузки ингредиентов и режима смешения, обеспечивающей получение аналогичных результатов.

5.3 Методы смешения ингредиентов

Смешение проводят на вальцах методом 1 или 2.

Эти методы могут привести к разным результатам. В межлабораторных испытаниях или при проведении серии испытаний во всех случаях должны быть использованы одни и те же методы.

Масса загрузки материалов в граммах для стандартных лабораторных вальцов должна в четыре раза превышать массу, указанную в рецепте.

Температура поверхности валков при смешении должна быть (70±5) °С.

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

Ингредиенты вводят в смесь равномерно по всей длине валка. Смесь не подрезают до тех пор, пока в запасе или на поверхности остаются ингредиенты, не вошедшие в каучук.

Метод 1 (приведенный ниже) предусматривает проведение смешения за более короткий промежуток времени.

Метод 2 приведен в приложении А.

Смешение по методу 1 проводят в следующей последовательности:

	Время обработки, мин	Общее время, мин
а) Пропускают каучук дважды, не вальцуя его, между валками при зазоре (0,5±0,1) мм. Затем вальцуют каучук, постепенно увеличивая зазор до 1,4 мм	2,0	2,0
б) Вводят стеариновую кислоту. Делают по одному подрезу на $^3/_4$ валка с каждой стороны	2,0	4,0
в) Вводят серу и оксид цинка. Делают по два подреза на $^3/_4$ валка с каждой стороны	3,0	7,0
г) Вводят половину технического углерода. Делают по два подреза на $^3/_4$ валка с каждой стороны	3,0	10,0
д) Вводят оставшуюся половину технического углерода и технический углерод, просыпавшийся на поддон вальцов. Делают по три подреза на $^3/_4$ валка с каждой стороны	5,0	15,0
е) Вводят ТББС. Делают по три подреза на $^3/_4$ валка с каждой стороны	3,0	18,0
ж) Срезают смесь с вальцов. Устанавливают зазор вальцов (0,5±0,1) мм и пропускают свернутую рулоном смесь рулоном перпендикулярно поверхности валков шесть раз	2,0	20,0

и) Листуют смесь на вальцах до толщины приблизительно 6 мм и проверяют ее массу по ГОСТ 30263. Если масса отличается от расчетной более чем на 0,5 %, смесь бракуют и проводят повторное смешение. От приготовленной смеси отбирают достаточное количество смеси для испытания на вулкаметре

к) Оставшуюся смесь листуют до толщины приблизительно 2,2 мм для подготовки пластин или до другой требуемой толщины для подготовки образцов в форме колец по ГОСТ 270.

5.4 Кондиционирование смесей

Приготовленные любым методом смеси выдерживают после смешения до вулканизации от 2 до 24 ч при стандартных температуре и влажности в соответствии с требованиями ГОСТ 269.

6 Определение вулканизационных характеристик

6.1 Вулканизационные характеристики стандартных резиновых смесей определяют на вулкаметре с колеблющимся ротором в соответствии с требованиями ГОСТ 12535.

Испытания проводят при следующих условиях:

Частота колебания ротора . . . . . 1,7 Гц (100 циклов в мин)
Амплитуда колебаний . . . . . 1°
Температура полуформ . . . . . (160,0±0,3) °С
Предварительный прогрев . . . . . —
Чувствительность. . . . . смещение не менее 75 % шкалы.

Ежедневно перед проведением испытаний рекомендуется проверять работу прибора по контрольной резиновой смеси.

Определяют следующие характеристики:

M_L — минимальный крутящий момент, Н·м;

M_{HF} — максимальный крутящий момент, Н·м;

t_S1 — время, необходимое для достижения крутящего момента на 0,1 Н·м выше M_L;

t_c' (50) — время, необходимое для достижения крутящего момента $M_L + 0{,}5(M_{HF} - M_L)$, мин;

t_c' (90) — время, необходимое для достижения крутящего момента $M_L + 0{,}9(M_{HF} - M_L)$, мин.

При производственном контроле испытывают один образец от смеси, если в нормативной документации на продукцию не указано по-другому.

7 Определение упругопрочностных свойств вулканизатов при растяжении

7.1 Общие требования

Оборудование, подготовка резиновой смеси к вулканизации и проведение вулканизации должны соответствовать требованиям ГОСТ 30263.

По согласованию изготовителя с потребителем допускается использовать:

гидравлический вулканизационный пресс по ГОСТ 11997;

вулканизационные пресс-формы глубиной ячейки 1,9—2,0 мм и размерами предпочтительно 140 × 120 мм или 180 × 140 мм.

Для измерения толщины резиновых пластин используют толщиномеры по ГОСТ 11358 ценой деления 0,01 мм и диаметром измерительной площадки не более 16 мм.

7.2 Вулканизация

После кондиционирования резиновой смеси в соответствии с 5.4 из нее готовят пластины для каждого времени вулканизации. Размеры пластин должны соответствовать размерам ячейки пресс-формы. Масса приготовленной пластины должна быть на 15—20 % больше теоретической массы пластины. На пластине должно быть указано направление вальцевания.

Пластины вулканизуют при температуре (135±1) °С и давлении на площадь ячейки формы не менее 3,5 МПа в течение 30 и 40 мин, для арбитражных и сертификационных испытаний — в течение трех периодов, выбранных из серии 20, 30, 40 и 60 мин. Три выбранных периода вулканизации должны включать недовулканизацию, оптимум и перевулканизацию резиновой смеси.

Удаленные из пресс-формы пластины охлаждают в воде в течение 10—15 мин при комнатной температуре или ниже, затем насухо вытирают и сохраняют для испытаний.

7.3 Кондиционирование вулканизатов

При производственном контроле вулканизованные пластины выдерживают не менее 4 ч при

стандартных температуре и влажности в соответствии с требованиями ГОСТ 269. При сертификационных и арбитражных испытаниях пластины выдерживают от 16 до 96 ч при стандартных температуре и влажности в соответствии с требованиями ГОСТ 269.

7.4 Приготовление образцов

Образцы для испытания готовят на вырубном прессе. В качестве подложки используют эбонитовую пластину (паронит, ремень), на которую помещают два слоя картона. Второй слой картона смачивают водой. Образцы вырубают таким образом, чтобы нижний слой картона не вырубался ножом.

7.5 Проведение испытания

Упругопрочностные свойства вулканизатов при растяжении определяют по ГОСТ 270, используя для вырубки образцов нож типа I. По согласованию между изготовителем и потребителем допускается использовать нож типа III, а также испытывать образцы в виде колец. Из одной пластины вырубают и испытывают пять образцов. Допускается испытывать меньшее количество образцов, но не менее трех.

7.6 Обработка результатов

Определяют следующие показатели:

- условное напряжение при 300 %-ном удлинении, МПа;
- условную прочность при растяжении, МПа;
- относительное удлинение при разрыве, %.

За результат испытания каждого показателя принимают медиану. Для ее определения результаты испытания отдельных образцов располагают в порядке возрастания (без отбраковки). При нечетном числе образцов медианой является результат, при котором количество больших и меньших результатов одинаково. При четном числе образцов медианой является среднеарифметическое двух результатов из полученной серии, образующих пару, по отношению к которой количество больших и меньших результатов одинаково.

Пример определения медианы приведен в приложении Б.

Результаты определений условного напряжения при 300 %-ном удлинении и условной прочности при растяжении округляют до первого десятичного знака, относительного удлинения при разрыве — до целого числа.

8 Протокол испытания

Протокол испытания должен содержать следующие данные:

а) обозначение настоящего стандарта;

б) данные, необходимые для идентификации образца;

в) метод подготовки образцов для испытания при определении массовой доли летучих веществ;

г) использованные ингредиенты;

д) метод смешения;

е) время вулканизации;

ж) тип применяемого оборудования;

и) тип образца и ножа;

к) температуру полуформы, использованную для испытания на вулкаметре;

л) отклонения, отмеченные при испытаниях;

м) операции, не предусмотренные настоящим стандартом или стандартами, на которые приведены ссылки, а также любые необязательные операции;

н) результаты испытаний и единицы, в которых они выражены;

п) дату проведения испытаний.

ПРИЛОЖЕНИЕ А
(обязательное)

Смешение ингредиентов на вальцах по методу 2

Смешение по методу 2 проводят в следующей последовательности:

	Время обработки, мин	Общее время, мин
а) Пропускают каучук дважды, не вальцуя его, между валками при зазоре 0,5	Приблизительно 2	
б) Взвешивают каучук		
в) Вальцуют каучук при зазоре 1,4 мм и делают по два подреза на $^3/_4$ валка с каждой стороны	2,0	2,0
Примечание — Некоторые типы изопреновых каучуков переходят на задний валок, в этом случае вводят стеариновую кислоту, после этого каучук легко переходит на передний валок. Кроме того, некоторые типы жестких изопреновых каучуков требуют более продолжительной пластикации перед введением других ингредиентов для того, чтобы получить хорошо обрабатываемый запас смеси.		
г) Устанавливают зазор между валками 1,7 мм и вводят стеариновую кислоту. Делают по одному подрезу на $^3/_4$ валка с каждой стороны	2,0	4,0
д) Вводят оксид цинка и серу. Делают по одному подрезу на $^3/_4$ валка с каждой стороны	3,0	7,0
е) Вводят технический углерод равномерно, с постоянной скоростью по всей длине валка. После того, как в смесь введено около половины технического углерода, увеличивают зазор между валками до 1,9 мм и делают по одному подрезу на $^3/_4$ валка с каждой стороны. Затем вводят оставшийся технический углерод, а также технический углерод, просыпавшийся на поддон вальцов. После введения всего технического углерода делают по одному подрезу на $^3/_4$ валка с каждой стороны	13,0	20,0
ж) Вводят ТББС при зазоре между валками 1,9 мм. Делают по три подреза на $^3/_4$ валка с каждой стороны	3,0	23,0
и) Срезают смесь с вальцов. Устанавливают зазор 0,8 мм и пропускают смесь рулоном перпендикулярно поверхности валков шесть раз	3,0	26,0
Общее время		26,0

к) Листуют смесь на вальцах до толщины приблизительно 6 мм и проверяют ее массу по ГОСТ 30263. Если масса смеси отличается от расчетной более чем на 0,5 %, смесь бракуют и проводят повторное смешение. Отбирают достаточное количество смеси для испытания на вулкаметре.

л) Листуют смесь до толщины приблизительно 2,2 мм для подготовки пластин или другой требуемой толщины для заготовки образцов в форме колец по ГОСТ 270.

ПРИЛОЖЕНИЕ Б
(справочное)

Примеры определения медианы

Б.1 При испытании пяти образцов получены следующие значения условной прочности при растяжении: 28,7; 29,6; 30,8; 31,4; 33,3 МПа.

Медианой является «срединное» значение 30,8.

Б.2 При испытании четырех образцов получены следующие значения условной прочности при растяжении: 28,2; 29,6; 30,8; 31,4 МПа.

Медианой является среднеарифметическое двух «срединных» значений, т. е.

$$\frac{29,6 + 30,8}{2} = 30,2$$

УДК 678.4:543.06:006.354 ОКС 83.040.10 Л69 ОКСТУ 2209

Ключевые слова: каучук изопреновый, не наполненный маслом, методы испытаний

Редактор *Р.С. Федорова*
Технический редактор *Л.А. Гусева*
Корректор *М.В. Бучная*
Компьютерная верстка *И.А. Налейкиной*

Изд. лиц. № 02354 от 14.07.2000. Сдано в набор 26.01.2004. Подписано в печать 11.02.2004. Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд.л. 0,80.
Тираж 160 экз. С 797. Зак. 167.

ИПК Издательство стандартов, 107076 Москва, Колодезный пер., 14.
gost.e-ecolog.ru e-mail: gost.e-ecolog.ru
Набрано в Издательстве на ПЭВМ
Отпечатано в филиале ИПК Издательство стандартов — тип. «Московский печатник», 105062 Москва, Лялин пер., 6.
Плр № 080102

gost.e-ecolog.ru