МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

КАУЧУКИ СИНТЕТИЧЕСКИЕ СТЕРЕОРЕГУЛЯРНЫЕ БУТАДИЕНОВЫЕ

МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ВАЛЬЦУЕМОСТИ, ВЯЗКОСТИ ПО МУНИ И СПОСОБНОСТИ К ПРЕЖДЕВРЕМЕННОЙ ВУЛКАНИЗАЦИИ РЕЗИНОВЫХ СМЕСЕЙ

Издание официальное

БЗ 6—99

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва

gost.e-ecolog.ru

УДК 678.762.2.001.4:006.354 Группа Л69

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

КАУЧУКИ СИНТЕТИЧЕСКИЕ СТЕРЕОРЕГУЛЯРНЫЕ БУТАДИЕНОВЫЕ

Методы определения вальцуемости, вязкости по Муни и способности к преждевременной вулканизации резиновых смесей

ГОСТ 19920.19—74*

Stereoregular butadiene synthetic rubbers. Methods for determination of millability. Mooney viscosity and scorching qualities of rubber compounds

ОКСТУ 2509

Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 16 июля 1974 г. № 1689 дата введения установлена

01.01.75

Снято ограничение срока действия Постановлением Госстандарта от 28.11.91 № 1834

Настоящий стандарт распространяется на бутадиеновые стереорегулярные синтетические каучуки и устанавливает методы определения вальцуемости, вязкости по Муни и способности к преждевременной вулканизации резиновых смесей на их основе и оценки вулканизационных характеристик.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

1а. АППАРАТУРА И МАТЕРИАЛЫ

Вальцы лабораторные по ГОСТ 27109—86 (1-й вариант).

Точность установки величины зазора между валками проверяют по ГОСТ 27109—86.

Весы лабораторные по ГОСТ 24104—88 3-го класса с наибольшим пределом взвешивания 1 кг.

Толщиномер по ГОСТ 11358—89.

Термопара лучковая градуировки ХК, предел измерения от 0 до 150 °С, класс точности 2,5.

Материалы в соответствии с рецептурой резиновой смеси.

Разд. 1а. **(Измененная редакция, Изм. № 3, 4).**

1. ПОДГОТОВКА К ИСПЫТАНИЮ

1.1. Приготовление резиновой смеси

Резиновые смеси готовят по рецептурам А и Б, указанным в табл. 1 и 2.

Рецепт А

Таблица 1

Наименование ингредиента	Массовая доля
Каучук	100,0
Битум нефтяной марки А-30, высшей категории качества по ГОСТ 781—78	5,0
Кислота стеариновая техническая сорт 1 по ГОСТ 6484—96	2,0
Сантокюр или сульфенамид Ц, протертый и просеянный через сито 014 по ГОСТ 6613—86	0,7
Белила цинковые марки БЦОМ по ГОСТ 202—84	5,0
Технический углерод марки КТУ или типа ХАФ	50,0
Сера техническая природная молотая, сорт 9995 или 9990, 1 или 2-го классов по ГОСТ 127.1-93—ГОСТ 127.5-93	2,0

Издание официальное **Перепечатка воспрещена**

** Издание (июль 2000 г.) с Изменениями № 1, 2, 3, 4, утвержденными в декабре 1979 г., июне 1984 г., июне 1987 г., сентябре 1992 г. (ИУС 2—80, 9—84, 10—87, 12—92)*

© Издательство стандартов, 1974
© ИПК Издательство стандартов, 2000

Рецепт Б

Таблица 2

Наименование ингредиента	Номер стандартного ингредиента НБС*	Массовая доля в каучуке	
		немаслонаполненном	маслонаполненном
Бутадиеновый каучук	—	100,00	100,00
Оксид цинка	370	3,0	3,0
Печной технический углерод из масляного сырья (HAF)[1]	378	60,00	60,00
Стеариновая кислота	372	2,00	2,00
Нафтеновое масло типа 103 (нефтяное)[2]	—	15,00	—
Сера	371	1,50	1,50
TBBS[3]	384	0,90	0,90
Всего:		182,40	167,40
Рассчитанная плотность, мг/м^3		1,11	1,14—1,16[4]

* Национальное бюро стандартов США.

[1] Вместо технического углерода НБС 378 может быть использован контрольный технический углерод марок ТУК или КТУ.

[2] Масло плотностью 0,92 г/см^3. Подходят также масла sircosol 4240 или schellflex 724, но результаты могут быть различными.

Масло ASTM, тип 103 имеет следующие характеристики:

кинематическая вязкость при 100 °С — (16,8±1,2) мм^2/с;

вязкостно-весовая константа (ВВК) — 0,889±0,002.

ВВК рассчитывают из универсальной вязкости Saybolt при температуре 37,8 °С и относительной плотности при 15,5/15,5 °С. Для расчета используют уравнение

$$\text{ВВК} = \frac{10d - 1{,}075 \cdot 2 \cdot \log_{10}(\nu - 38)}{10 - \log_{10}(\nu - 38)},$$

где d — относительная плотность при 15,5/15,5 °С;

ν — универсальная вязкость saybolt при 37,8 °С.

N-трет-бутил-2-бензотиазол сульфенамид.

[3] Его поставляют в виде порошка с исходной массовой долей не растворимого в эфире или этаноле вещества менее 0,3 %. Материал хранят при комнатной температуре в закрытом контейнере и каждые 6 мес проверяют содержание не растворимого в эфире или этаноле вещества. Если массовая доля превысит 0,75 %, материал бракуют или перекристаллизовывают.

Ингредиенты должны соответствовать эталонным ингредиентам НБС или эквивалентным национальным стандартам. Допускается применять отечественные контрольные ингредиенты, аттестованные в качестве стандартных.

[4] Рассчитано на 37,5 %-ный маслонаполненный бутадиеновый каучук.

(Измененная редакция, Изм. № 3, 4).

1.1.2. Для приготовления смеси по рецепту А от средней пробы, приготовленной по ГОСТ 27109—86, берут 400 г каучука.

(Измененная редакция, Изм. № 4).

1.2. Режимы смешения

1.2.1. Для приготовления смеси по рецепту А от объединенной пробы, приготовленной по ГОСТ 27109—86, берут 200 г каучука и смешивают с ингредиентами на вальцах при температуре поверхности валков (35±5) °С по режиму, указанному в табл. 3.

Таблица 3

Операция смешения	Время начала смешения с момента подачи каучука на вальцы, мин	Время обработки, мин
Разогрев: каучук пропускают 2 раза между валками свисающей шкуркой при зазоре 0,5—0,6 мм, затем вальцуют с подрезкой на $^3/_4$ валка с каждой стороны с интервалом в 20 с	0	2

Окончание табл. 3

Операция смешения	Время начала смешения с момента подачи каучука на вальцы, мин	Время обработки, мин
Введение битума	2	2
Подрезка смеси на 3/4 валка не менее 3 раз с каждой стороны	—	—
Введение стеарина	4	2
Подрезка смеси на 3/4 валка не менее 4 раз с каждой стороны	—	—
Введение сантокюра или сульфенамида Ц	6	3
Подрезка смеси на 3/4 валка не менее 4 раз с каждой стороны с последующим пропуском смеси треугольником после каждого подреза	—	—
Введение цинковых белил	9	2
Подрезка смеси на 3/4 валка не менее 4 раз с каждой стороны	—	—
Срезка смеси, сдвиг валков до зазора 0,2—0,3 мм и пропуск смеси треугольником не менее 6 раз (При последующем введении ингредиентов величину зазора регулируют так, чтобы между валками находился хорошо обрабатываемый запас смеси)	11	2
Введение технического углерода. Технический углерод вводят медленно небольшими порциями, равномерно по всей длине валка. После введения примерно половины количества технического углерода подрезают смесь на 3/4 валка не менее 7 раз с каждой стороны	13	6
Медленно небольшими порциями, равномерно по всей длине валка вводят вторую половину технического углерода и технический углерод с противня	19	7
Подрезают смесь на 3/4 валка не менее 7 раз с каждой стороны	—	—
Срезка смеси, сдвиг валков до зазора 0,2—0,3 мм и пропуск смеси треугольником не менее 6 раз	—	—
Введение серы	26	4
Подрезка смеси на 3/4 валка не менее 5 раз с каждой стороны с последующим пропуском смеси треугольником после каждого подреза	—	—
Срезка смеси, сдвиг валков до зазора 0,2—0,3 мм и пропуск смеси треугольником не менее 15 раз	30	5
Снятие смеси с вальцев по истечении 35-й минуты в виде листа толщиной 1,0—1,2 мм		

Ингредиенты вводят в смесь равномерно по всей длине валка.

Смесь не подрезают, если в запасе имеются ингредиенты, не вошедшие в каучук. Битум и стеариновую кислоту, залипающие на поверхности валков, срезают металлическим скребком или ножом.

При провисании смеси в процессе смешения ее подают в зазор без подрезания и уменьшают зазор.

(Измененная редакция, Изм. № 3, 4).

1.2.2. Для приготовления смеси по рецепту Б от объединенной пробы, приготовленной по ГОСТ 27109—86, берут такое количество каучука, чтобы получить массу стандартной смеси в граммах, превышающую в два раза массу всех ингредиентов, указанных в табл. 2. Смешение проводят при температуре поверхности валков (35±5) °С по режиму, указанному в табл. 4.

Ингредиенты вводят в смесь медленно и равномерно по всей длине валка. Смесь не подрезают, если в запасе имеются ингредиенты, не вошедшие в каучук.

В процессе смешения в зазоре вальцев необходимо поддерживать хорошо обрабатываемый запас смеси. Если этого нельзя достичь при установленном зазоре, его следует слегка отрегулировать.

Таблица 4

Последовательность операций смешения	Продолжительность, мин	Общее время, мин
а) Загружают каучук два раза на валки при зазоре (0,45±0,01) мм, затем его листуют. Делают по два подреза на 3/4 валка с каждой стороны	2	2

Окончание табл. 4

Последовательность операций смешения	Продолжительность, мин	Общее время, мин
б) Вводят стеариновую кислоту и оксид цинка. Делают по три подреза на 3/4 валка с каждой стороны	2	4
в) Вводят (попеременно) 1/2 части масла и 1/2 части технического углерода. Делают по семь подрезов на 3/4 валка с каждой стороны	12	16
г) Вводят (попеременно) 1/2 части масла и 1/2 части технического углерода. Собирают технический углерод с поддона и вводят в смесь. Делают по семь подрезов на 3/4 валка с каждой стороны	12	28
д) Вводят TBBS и серу. Делают по шесть подрезов на 3/4 валка с каждой стороны	4	32
е) Срезают смесь с вальцев, устанавливают зазор между валками (0,7—0,8) мм и пропускают смесь рулоном вертикально шесть раз	3	35
	Общее время 35 мин	
ж) Листуют смесь до толщины приблизительно 6 мм и проверяют массу. При необходимости отбирают образец для испытаний на вулкаметре		
з) Листуют смесь до толщины приблизительно 2,2 мм для заготовки пластин к испытанию или другой требуемой толщины для заготовки образцов в форме колец		

Примечание. Для облегчения введения в каучук масла рекомендуется предварительно готовить пасту, состоящую из 100 см^3 масла и 30 г технического углерода.

Смесь после смешения до вулканизации кондиционируют от 2 до 24 ч при температуре (23±2) °С.

(Измененная редакция, Изм. № 4).

1.3. Подготовка пробы и приготовление образцов

1.3.1. Вальцуемость определяют без предварительной обработки резиновой смеси.

1.3.2. Для определения вязкости по Муни и способности резиновой смеси к преждевременной вулканизации (150±1) г резиновой смеси, приготовленной по п. 1.1, рецепт А, пропускают три раза через зазор вальцев, техническая характеристика которых дана в ГОСТ 27109—86 (I вариант) при фрикции 1:1,24+1,27, зазоре между валками (1,5±0,15) мм и температуре поверхности валков (35±5) °С.

Смесь вытягивают в виде свободно свисающего листа; перед вторым пропуском лист складывают вдвое или втрое, в зависимости от его длины, и подают боковой стороной в зазор между валками; третий раз лист пропускают развернутым.

Толщина листа смеси непосредственно после снятия с вальцев должна быть 3—4 мм. Образцы заготавливают по ГОСТ 10722—76 (разд. *А*) из шкурки, охлажденной на воздухе не менее 30 мин.

Допускается определять вязкость образцов, заготовленных непосредственно из смеси, снятой с вальцев в виде листа толщиной не более 8 мм.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2, 3, 4).

2. ПРОВЕДЕНИЕ ИСПЫТАНИЯ

2.1. Определение вальцуемости

Вальцуемость характеризуется величиной критического зазора между валками (по свинцу с каучуком) в миллиметрах, при котором резиновая смесь начинает отставать от валков в зазоре и самопроизвольно сходит с валков.

2.1.1. Величину зазора между валками (по свинцу с каучуком) устанавливают по ГОСТ 27109—86.

2.1.2. (150±1) г резиновой смеси, приготовленной по п. 1.1, рецепт А, не менее чем за 2 ч до испытания, подают на нагретые до (80±5) °С вальцы, техническая характеристика которых указана в ГОСТ 27109—86 (I вариант), при зазоре 0,50 мм и пропускают ее один раз. Затем смесь разогревают на вальцах в течение 1 мин, подрезая на 3/4 валка по пять раз с каждой стороны, и вальцуют еще 1 мин без подрезов.

По истечении этого времени дают визуальную оценку вальцуемости. Величина критического

зазора 0,50 мм и менее, если смесь отстает в зазоре по всей длине переднего валка и самопроизвольно сходит с него. В противном случае величиной критического зазора считают 0,51 мм и более.

При необходимости определения точной величины критического зазора осторожным попеременным вращением нажимных винтов увеличивают зазор до тех пор, пока смесь самопроизвольно не сойдет с валков, затем очень осторожным попеременным вращением нажимных винтов, уменьшая зазор и загружая смесь на вальцы, устанавливают момент, когда смесь «сядет» на валки, и измеряют после снятия смеси зазор между валками (d_1) с погрешностью не более 0,05 мм. Снова загружают смесь на вальцы и измеряют величину зазора (d_2), при котором смесь начинает сходить с валков.

Если разница между d_1 и d_2 составляет не более 0,2 мм, определение можно считать законченным и при этом

$$d_{\text{критич}} = \frac{d_1 + d_2}{2}.$$

(Измененная редакция, Изм. № 1, 3, 4).

2.2. Вязкость по Муни определяют по ГОСТ 10722—76 на большом роторе при температуре 100 °С через 4 мин от начала вращения ротора.

Время предварительной выдержки образца в приборе 1 мин.

2.3. Способность к преждевременной вулканизации на приборе типа Муни определяют по ГОСТ 10722—76 при (120±1) °С.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2.4. Оценка с помощью вулкаметра с колеблющимся диском

Измеряют показатели согласно ГОСТ 12535—84 при следующих условиях испытаний:

частота колебаний — 1,7 Гц (100 циклов в минуту);

амплитуда колебаний — 1 °;

чувствительность должна обеспечивать не менее 75 % полного смещения;

температура полуформ — (160,0±0,1) °С;

время предварительного прогрева — не прогревают, если применяют малый ротор; 1 мин, если применяют большой ротор.

(Введен дополнительно, Изм. № 4).

Редактор *М.И. Максимова*
Технический редактор *Н.С. Гришанова*
Корректор *М.С. Кабашова*
Компьютерная верстка *А.Н. Золотаревой*

Изд. лиц. № 02354 от 14.07.2000. Сдано в набор 22.06.2000. Подписано в печать 21.08.2000. Усл.печ.л. 0,93. Уч.-изд.л. 0,65.
Тираж 102 экз. С 5686. Зак. 731.

ИПК Издательство стандартов, 107076, Москва, Колодезный пер., 14.
Набрано в Издательстве на ПЭВМ
Филиал ИПК Издательство стандартов — тип. "Московский печатник", 103062, Москва, Лялин пер., 6.
Плр № 080102

gost.e-ecolog.ru