
**Каучук бутадиеновый (BR) растворной
полимеризации. Методы оценки**

*Butadiene Rubber (BR) – Solution polymerized types – Evaluation
procedures*

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 2476:2009

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/dd5d3b78-406c-4434-8014-301ca13ab09c/iso-2476-2009>

Ответственность за подготовку русской версии несёт GOST R
(Российская Федерация) в соответствии со статьёй 18.1 Устава ISO



Ссылочный номер
ISO 2476:2009(R)

Отказ от ответственности при работе в PDF

Настоящий файл PDF может содержать интегрированные шрифты. В соответствии с условиями лицензирования, принятыми фирмой Adobe, этот файл можно распечатать или смотреть на экране, но его нельзя изменить, пока не будет получена лицензия на интегрированные шрифты и они не будут установлены на компьютере, на котором ведется редактирование. В случае загрузки настоящего файла заинтересованные стороны принимают на себя ответственность за соблюдение лицензионных условий фирмы Adobe. Центральный секретариат ISO не несет никакой ответственности в этом отношении.

Adobe - торговый знак фирмы Adobe Systems Incorporated.

Подробности, относящиеся к программным продуктам, использованные для создания настоящего файла PDF, можно найти в рубрике General Info файла; параметры создания PDF были оптимизированы для печати. Были приняты во внимание все меры предосторожности с тем, чтобы обеспечить пригодность настоящего файла для использования комитетами-членами ISO. В редких случаях возникновения проблемы, связанной со сказанным выше, просьба проинформировать Центральный секретариат по адресу, приведенному ниже.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 2476:2009

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/dd5d3b78-406c-4434-8014-301ca13ab09c/iso-2476-2009>



ДОКУМЕНТ ОХРАНЯЕТСЯ АВТОРСКИМ ПРАВОМ

© ISO 2009

Все права сохраняются. Если не указано иное, никакую часть настоящей публикации нельзя копировать или использовать в какой-либо форме или каким-либо электронным или механическим способом, включая фотокопии и микрофильмы, без предварительного письменного согласия ISO, которое должно быть получено после запроса о разрешении, направленного по адресу, приведенному ниже, или в комитет-член ISO в стране запрашивающей стороны.

ISO copyright office
Case postale 56 • CH-1211 Geneva 20
Tel. + 41 22 749 01 11
Fax + 41 22 749 09 47
E-mail copyright@iso.org
Web www.iso.org

Опубликовано в Швейцарии

Содержание

Страница

Предисловие	iv
1 Область применения	1
2 Нормативные ссылки	1
3 Отбор проб и их дальнейшая подготовка	2
4 Физические и химические испытания сырого каучука	2
4.1 Вязкость по Муни	2
4.2 Летучие вещества	2
4.3 Зола	2
5 Приготовление смесей для оценки бутадиеновых каучуков	2
5.1 Стандартные рецепты	2
5.2 Проведение испытания	3
6 Кондиционирование смесей	9
7 Оценка вулканизационных характеристик	9
7.1 Использование кюрметра с колеблющимся диском	9
7.2 Использование кюрметра без ротора	9
8 Оценка упругопрочностных характеристик при растяжении вулканизованных испытательных смесей	9
9 Прецизионность	10
10 Протокол испытания	10
Приложение А (информативное) Прецизионность	11
Библиография	17

Предисловие

Международная организация по стандартизации (ISO) представляет собой всемирную федерацию, состоящую из национальных органов по стандартизации (комитеты-члены ISO). Работа по разработке международных стандартов обычно ведется техническими комитетами ISO. Каждый комитет-член, заинтересованный в теме, для решения которой образован данный технический комитет, имеет право быть представленным в этом комитете. Международные организации, правительственные и неправительственные, поддерживающие связь с ISO, также принимают участие в работе. ISO тесно сотрудничает с Международной электротехнической комиссией (IEC) по всем вопросам стандартизации в области электротехники.

Международные стандарты разрабатываются в соответствии с правилами, приведенными в Части 2 Директив ISO-IEC.

Основное назначение технических комитетов заключается в разработке международных стандартов. Проекты международных стандартов, принятые техническими комитетами, направляются комитетам-членам на голосование. Для их опубликования в качестве международных стандартов требуется одобрение не менее 75 % комитетов-членов, участвовавших в голосовании.

Внимание обращается на тот факт, что отдельные элементы данного документа могут составлять предмет патентных прав. ISO не несет ответственность за идентификацию каких бы то ни было или всех подобных патентных прав.

ISO 2476 был подготовлен Техническим комитетом ISO/TC 45, *Резина и резиновые изделия*, Подкомитетом SC 3, *Сырье (включая латекс) для резиновой промышленности*.

Настоящее пятое издание отменяет и заменяет четвертое издание (ISO 2476:1996) после технического пересмотра.

Каучук бутадиеновый растворной полимеризации. Методы оценки

ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ — Пользователи данного международного стандарта должны быть знакомы с обычной лабораторной практикой. Настоящий международный стандарт не ставит цели решить все существующие проблемы безопасности, связанные с его использованием. Пользователь сам несет ответственность за технику безопасности и охрану здоровья с целью обеспечения соответствия условиям национальных регламентов.

1 Область применения

Настоящий международный стандарт устанавливает:

- физические и химические испытания сырых каучуков;
- стандартные образцы, стандартные рецепты для испытания, оборудование и методы обработки для оценки вулканизационных характеристик полимеризованных в растворе бутадиеновых каучуков (BR), включая маслonaполненные (OEBR), и определение упругопрочностных характеристик при растяжении вулканизованных смесей.

2 Нормативные ссылки

Следующие ниже стандарты являются обязательными для применения настоящего документа. В отношении жестких ссылок действительно только приведенное издание. В отношении плавающих ссылок действует последнее издание (включая любые изменения).

ISO 37, *Резина вулканизованная или термопластичная. Определение характеристик зависимости напряжение-деформация при растяжении*

ISO 247:2006, *Каучук. Определение содержания золы*

ISO 248, *Каучук сырой. определение содержания летучих веществ*

ISO 289-1, *Каучук невулканизованный. Определение вязкости вискозиметром со сдвиговым диском. Часть 1: Определение вязкости по Муни*

ISO 1795, *Каучук сырой натуральный и синтетический.. Отбор образцов и процедуры их подготовки*

ISO 2393, *Смеси резинове для испытаний. Приготовление, смешение и вулканизация. Оборудование и методы*

ISO 3417, *Каучук. Измерение вулканизационных характеристик кюрометром с колеблющимся диском*

ISO 6502, *Каучук. Руководство по использованию кюрометров*

ISO 23529, *Каучук. Общие методы подготовки и кондиционирования образцов для физических методов испытания*

3 Отбор проб и их дальнейшая подготовка

- 3.1 Отбирают лабораторную пробу массой примерно 1,5 кг методом, описанным в ISO 1795.
- 3.2 Образцы для испытания готовят в соответствии с ISO 1795.

4 Физические и химические испытания сырого каучука

4.1 Вязкость по Муни

Определяют вязкость по Муни в соответствии с ISO 289-1 на образце, приготовленном в соответствии с ISO 1795 (предпочтительно без вальцевания). Если требуется вальцевание, поддерживают температуру поверхности вальцов на уровне $35\text{ °C} \pm 5\text{ °C}$. Результат записывают как ML(1 + 4) при температуре 100 °C.

4.2 Летучие вещества

Определяют содержание летучих веществ в соответствии с ISO 248.

4.3 Зола

Определяют содержание золы в соответствии с ISO 247.

5 Приготовление смесей для оценки бутадиеновых каучуков

5.1 Стандартные рецепты

Два стандартных рецепта для испытания приведены в Таблице 1. Для приготовления смеси необходимо использовать национальные или международные аттестованные ингредиенты (или, если таких не имеется, то по согласованию между заинтересованными сторонами).

Таблица 1 — Стандартные рецепты для испытания

Наименование ингредиента	Массовая часть	
	Не наполненный маслом	Маслонаполненный
Бутадиеновый каучук	100,00	$100,00 + Y^a$
Оксид цинка	3,00	3,00
IRB ^b	60,00	$0,6 \times (100 + Y)$
Стеариновая кислота	2,00	2,00
Масло по ASTM 103 ^c	15,00	—
Сера	1,50	1,50
TBBS ^d	0,90	$0,009 \times (100 + Y)$
Итого	182,40	$167,40 + 1,609Y$
Рассчитанная плотность, г/см ³	1,11	—

^a Y = частей масла, на 100 частей основного полимера в маслонаполненном каучуке.

^b Используют очередную партию контрольного промышленного технического углерода. Сушат материал в течение 1 ч при температуре $125\text{ °C} \pm 3\text{ °C}$ и хранят в герметично закрытом контейнере.

^c Это масло, плотностью $0,92\text{ г/см}^3$, произведено компанией Sun Refining and Marketing Company, дистрибьютор R.E. Carroll, Inc., 1570 North Olden Avenue Ext, Trenton, NJ 08638-3204, USA. Запросы необходимо направлять в компанию Sunoco Overseas, Inc., 1801 Market Street, Philadelphia, PA 19103-1699, USA. Эта информация дается только для удобства пользователей данного международного стандарта и не указывает на предпочтение со стороны ISO в отношении названной продукции. Можно использовать другие масла, но при этом можно получить отличающиеся результаты.

^d *N*-трет-бутил –2-бензотиазолсульфенамид (ТББС). Поставляется в форме порошка, имеющего исходного содержание нерастворимого вещества, определенного в соответствии с ISO 11235, менее 0,3 %. Материал должен храниться при комнатной температуре в закрытой емкости, содержание нерастворимого вещества проверяют каждые 6 месяцев. Если содержание нерастворимого вещества составило более 0,75 %, материал бракуют или перекристаллизовывают.

5.2 Проведение испытания

5.2.1 Общие положения

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

5.2.2 Методы смешения

5.2.2.1 Общие положения

Установлено пять методов смешения:

- Метод A1: одностадийное смешение с использованием лабораторного закрытого резиносмесителя.
- Метод A2: двухстадийное смешение с использованием лабораторного закрытого резиносмесителя для начальной и конечной стадии.
- Метод B: двухстадийное смешение с использованием лабораторного закрытого резиносмесителя для начальной стадии и вальцов для конечной стадии.

Лабораторные резиносмесители малого размера не обеспечивают достаточного количества смеси для последующего вальцевания, поскольку для загрузки требуется масса, в четыре раза превышающая массу, указанную в рецепте. В таких случаях лабораторный закрытый резиносмеситель рекомендуется использовать и на конечной стадии. Стартовую температуру в камере смесителя или загружаемой массы можно отрегулировать, так чтобы конечная температура выгружаемой смеси не превышала 120 °С.

- Методы C1 и C2: вальцевание.

ПРИМЕЧАНИЕ 1 Эти процедуры могут дать отличающиеся результаты.

ПРИМЕЧАНИЕ 2 Вальцевание растворных бутадиеновых каучуков более затруднено, чем вальцевание других каучуков, и лучше выполнять смешение на резиносмесителе. Для некоторых типов бутадиенового каучука невозможно получить удовлетворительную смесь, используя вальцевание.

5.2.2.2 Метод A1 — Одностадийное смешение на закрытом лабораторном резиносмесителе

Для лабораторного закрытого резиносмесителя номинальной вместимостью от 65 см³ до приблизительно 2 000 см³, масса загружаемой смеси должна равняться номинальной вместимости смесителя, в кубических сантиметрах, умноженной на плотность резиновой смеси. Для каждой смеси параметры лабораторного смесителя должны быть одинаковыми при подготовке серии идентичных смесей. В начале каждой серии смесей для испытания нужно приготовить в резиносмесителе “подготовительную” смесь, используя тот же рецепт и режим, как и для смесей серии. Закрытый лабораторный резиносмеситель необходимо охладить до заданной температуры (60 °С считается подходящей температурой) по завершении обработки одной смеси и переходом к следующей смеси. Условия с контролируемой температурой не должны изменяться в процессе смешения серии смесей для испытания.

Техника смешения должна быть такой, чтобы получить хорошую дисперсию всех ингредиентов.

Температура выгружаемой по завершении процесса смеси не должна превышать 120 °С. Если необходимо, регулируют начальную температуру смеси или температуру в камере смесителя, так чтобы удовлетворить это требование.

ПРИМЕЧАНИЕ 1 Условия смешения, показанные в Таблице A.7 для закрытых лабораторных резиносмесителей различной мощности, может оказаться полезной информацией.

ПРИМЕЧАНИЕ 2 Обычная методика смешения для закрытого лабораторного резиносмесителя заключается в следующем:

	Время обработки (мин)	Общее время (мин)
a) Загружают в камеру каучук. Опускают затвор.	—	—
b) Смешивают каучук.	1,0	1,0
c) Поднимают затвор и вводят оксид цинка, масло, стеариновую кислоту и половину технического углерода. Обтирают края отверстия и опускают затвор.	1,0	2,0
d) Поднимают затвор и вводят TBBS, серу и остальную часть технического углерода. Затем обтирают края отверстия и опускают затвор.	1,0	3,0
e) Смешивают загруженную массу.	6,0	9,0
f) Выключают двигатель, поднимают затвор, извлекают камеру для смешения и выгружают смесь. Регистрируют максимальную температуру смеси.		

Сразу же после выгрузки смеси из смесителя пропускают ее через вальцы при температуре $50\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$ один раз при зазоре между вальцами 0,5 мм и затем дважды при величине зазора 3,0 мм.

Определяют и записывают массу смеси. Если она отличается от теоретического значения больше чем на + 0,5 % или – 1,5 %, смесь бракуют.

Готовят образец для определения вулканизационных характеристик в соответствии с ISO 3417 или ISO 6502, если требуется. Кондиционируют образец перед испытанием в течение от 2 ч до 24 ч, если можно при стандартной температуре и влажности в соответствии с ISO 23529.

Если требуется, листуют смесь до толщины 2,2 мм для получения пластин или до определенной толщины для получения образцов по ISO в форме колец в соответствии ISO 37. Чтобы получить каландровый эффект пропускают сложенную вдвое по длине пластину в том же направлении четыре раза между вальцами с зазором 2,1 мм и 2,5 мм и при температуре $50\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$.

5.2.2.3 Метод A2 — Двухстадийный режим смешения с использованием закрытого лабораторного резиносмесителя на обеих стадиях

5.2.2.3.1 Стадия 1 — Процедура начального смешения

См. 5.2.2.2.

Конечная температура смеси не должна превышать $170\text{ }^{\circ}\text{C}$. Если необходимо, регулируют начальную температуру загружаемой массы или температуру в камере смесителя, так чтобы это требование выполнялось.

ПРИМЕЧАНИЕ Обычная процедура смешения на начальной стадии с помощью лабораторного резиносмесителя закрытого типа заключается в следующем:

	Время обработки (мин)	Общее время (мин)
a) Регулируют температуру до $50\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$ и скорость ротора и давление затвора лабораторного резиносмесителя закрытого типа, так чтобы смесь выгружалась при температуре, указанной в е). Закрывают отверстие для выгрузки, включают мотор и поднимают затвор.	—	—
b) Загружают половину каучука, затем вводят оксид цинка, масло (вводят для маслонеполненного каучука BR), стеариновую кислоту и остаток каучука. Опускают затвор.	0,5	0,5
c) Проводят смешение загруженной массы.	3,0	3,5
d) Поднимают затвор и очищают отверстие смесителя и верхнюю часть затвора. Опускают затвор.	0,5	4,0
e) Выгружают смесь при температуре $170\text{ }^{\circ}\text{C}$ или по истечении общего времени 6 мин, в зависимости от того, что произойдет быстрее.	2,0	6,0

Непосредственно после выгрузки смеси пропускают ее три раза через лабораторные вальцы при зазоре между вальцами 5,0 мм и температуре $50\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$. Взвешивают смесь для контроля (см. ISO 2393). Если масса смеси отличается от теоретического значения больше чем на + 0,5 % или – 1,5 %, смесь бракуют и повторяют смешение.

5.2.2.3.2 Стадия 2 — Конечная процедура смешения

Техника смешения должна быть такой, чтобы получить хорошую дисперсию всех ингредиентов.

Конечная температура смеси не должна превышать $120\text{ }^{\circ}\text{C}$. Если необходимо, регулируют температуру смеси или температуру в камере смесителя, так чтобы это требование выполнялось.

ПРИМЕЧАНИЕ Обычная процедура смешения на конечной стадии с помощью закрытого лабораторного резиносмесителя заключается в следующем.

	Продолжительность (мин)	Суммарное время (мин)
a) Охлаждают смеситель до температуры $40\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$, наполнением прохладной водой, так чтобы закрыть роторы. Включают двигатель и поднимают затвор.	—	—
b) Воду для охлаждения оставляют, а пар спускают. Вводят всю серу и TBBS в половину маточной смеси каучука и загружают в смеситель. Вводят остальную часть смеси. Опускают затвор.	0,5	0,5
c) Дают смеси хорошо перемешаться при температуре $110\text{ }^{\circ}\text{C}$ или пока не пройдет 3 мин, в зависимости от того, что произойдет быстрее.	2,5	3,0

Сразу же после выгрузки смеси пропускают ее через лабораторные вальцы, с зазором между валками 0,8 мм и при температуре $50\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$.

Пропускают свернутую в рулон смесь концом рулона вперед через вальцы шесть раз.

Листуют массу до толщины примерно 6 мм. Выполняют контрольное взвешивание (см. ISO 2393). Если масса смеси отличается от теоретического значения более чем на + 0,5 % или – 1,5 %, эту смесь бракуют и проводят повторное смешение. Отбирают достаточно материала для измерений с помощью кюрметра.

Для приготовления пластин для испытания или достижения определенной толщины для вырезания образцов в форме кольца по ISO листуют смесь до толщины порядка 2,2 мм в соответствии с ISO 37.

5.2.2.4 Метод В. Двухстадийный режим смешения сначала на лабораторном закрытом резиносмесителе и затем на вальцах

5.2.2.4.1 Стадия 1 — Процедура первоначального смешения

Поступают в соответствии с 5.2.2.3.1.

5.2.2.4.2 Стадия 2 — Конечная процедура смешения на вальцах

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

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

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

	Время обработк и (мин)	Общее время (мин)
a) Устанавливают и поддерживают температуру поверхности валков на уровне 35 °C ± 5 °C и зазор между валками на уровне 1,5 мм. Образуют шкурку из резиновой смеси вокруг переднего валка.	1,0	1,0
b) Вводят серу и TBBS в массу медленно. Материал, выпавший из вальцов в поддон, собирают и снова пропускают через вальцы.	1,0	2,0
c) Выполняют по шесть подрезов на 3/4 валка с каждой стороны.	1,5	3,5
d) Срезают смесь с вальцов. Устанавливают зазор вальцов на 0,8 мм и пропускают свернутую рулоном смесь рулоном перпендикулярно поверхности валков шесть раз.	1,5	5,0
e) Листуют смесь до толщины примерно 6 мм. Выполняют контрольное взвешивание (см. ISO 2393). Если масса смеси отличается от теоретической, более чем на + 0,5 % или – 1,5 %, смесь бракуют и проводят повторное смешение. Берут часть материала, необходимую для измерений на кюрметре.		
f) Листуют оставшуюся смесь на вальцах до толщины приблизительно 2,2 мм для подготовки пластин или до требуемой толщины для подготовки образцов в форме колец по ISO в соответствии с ISO 37.		

5.2.2.5 Методы C1 и C2 . Процедуры смешения на вальцах

5.2.2.5.1 Общие положения

Полимеризованные в растворе бутадиеновые каучуки сложно обрабатывать на вальцах. Методы А и В, которые дают лучшую дисперсию ингредиентов, являются предпочтительными, если имеется

лабораторный резиносмеситель закрытого типа. В противном случае можно использовать две процедуры смешения на лабораторных вальцах:

- метод С1, который можно использовать для всех полимеризованных в растворе бутадиеновых каучуков, маслonaполненных или не наполненных маслом;
- метод С2, который ограничен применением маслonaполненных каучуков, но обеспечивает более легкое смешение и лучшую дисперсию ингредиентов.

Методы С1 и С2 необязательно дадут одинаковые результаты для не наполненных маслом растворных бутадиеновых каучуков. Поэтому при перекрестном лабораторном контроле или в серии оценок необходимо использовать во всех случаях одну и ту же процедуру.

5.2.2.5.2 Метод С1

Масса загрузки материалов в граммах для стандартных лабораторных вальцов должна быть втрое больше массы, указанной в рецепте (т.е. $3 \times 182,40 \text{ г} = 547,20 \text{ г}$ или $3 \times 167,40 \text{ г} = 502,20 \text{ г}$). Регулируют условия охлаждения вальцов, чтобы поддерживать температуру на уровне $35 \text{ °C} \pm 5 \text{ °C}$ в процессе смешения.

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

	Время обработки (мин)	Общее время (мин)
a) Пропускают каучук при зазоре между валками 1,3 мм.	1,0	1,0
ПРИМЕЧАНИЕ Не наполненные маслом каучуки могут потребовать более продолжительного смешения, чтобы получить хорошую шкурку. https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/dd5d3b78-406c-4434-8014-		
b) Вводят оксид цинка и стеариновую кислоту равномерно по длине валка. Выполняют по два подреза на 3/4 валка с каждой стороны.	2,0	3,0
c) Вводят технический углерод равномерно по длине валка с равномерной скоростью. После введения примерно половины требуемого технического углерода, увеличивают зазор между валками до 1,8 мм и затем вводят остаток технического углерода. Выполняют два надреза на 3/4 с каждой стороны с интервалом 30 с. Также вводят в смесь весь технический углерод, просыпавшийся в поддон вальцов.	от 15,0 до 18,0	от 18,0 до 21,0
d) Вводят масло (за исключением маслonaполненных каучуков BR) по капле, очень медленно.	от 8,0 до 10,0	от 26,0 до 31,0
e) Вводят серу и TBBS. Собирают материал, упавший в поддон, и возвращают в смесь.	2,0	от 28,0 до 33,0
f) Выполняют шесть последовательных подрезов на 3/4 валка с каждой стороны.	2,0	от 30,0 до 35,0
g) Срезают смесь с вальцов. Устанавливают зазор между валками 0,8 мм и пропускают свернутую в рулон массу концом рулона перпендикулярно поверхности валков еще шесть раз.	2,0	от 32,0 до 37,0