
Каучук бутадиенстирольный (SBR), эмульсионной и растворной полимеризации. Методы оценки

*Styrene-butadiene rubber (SBR) – Emulsion- and solution-polymerized
types – Evaluation procedures*

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 2322:2009

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/77488a76-d996-4d27-9db8-
c72b36a6c31e/iso-2322-2009](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/77488a76-d996-4d27-9db8-c72b36a6c31e/iso-2322-2009)

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



Ссылочный номер
ISO 2322:2009(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 2322:2009

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/77488a76-d996-4d27-9db8-c72b36a6c31e/iso-2322-2009>



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	2
3 Отбор проб и подготовка образцов для испытания	2
4 Физические и химические испытания сырого каучука	2
4.1 Определение вязкости по Муни	2
4.2 Определение летучих веществ	3
4.3 Определение золы	3
5 Приготовление смесей для испытания	3
5.1 Стандартные рецепты	3
5.2 Альтернативные рецепты для маслonaполненных каучуков	4
5.3 Процедура	4
6 Оценка вулканизационных характеристик с помощью кюрометра	9
6.1 Применение кюрометра с колеблющимся диском	9
6.2 Применение безроторного кюрометра	10
7 Оценка упругопрочностных характеристик при растяжении испытуемых вулканизированных смесей	10
8 Прецизионность	10
9 Протокол испытания	10
Приложение А (информативное) Прецизионность	12
Приложение В (информативное) Замечания по результатам прецизионности, полученным для метода смешения на вальцах в программе ITP 1986 г.	19
Библиография	20

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 2322 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 2322:1996) после технического пересмотра.

ISO 2322:2009

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/77488a76-d996-4d27-9db8-c72b36a6c31e/iso-2322-2009>

Каучук бутадиенстирольный (SBR), эмульсионной и 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 стандарт устанавливает:

- физические и химические испытания сырых каучуков;
- стандартные образцы, стандартные рецепты для испытания, оборудование и методы обработки для оценки вулканизационных характеристик полимеризованных в эмульсии и в растворе бутадиенстирольных каучуков (SBR), включая маслонаполненные каучуки.

Стандарт распространяется на каучуки, приведенные в Таблице 1, которые обычно используются в вулканизированной форме.

ISO 2322:2009

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/77488a76-d996-4d27-9db8->

Таблица 1 — Типы сырых бутадиенстирольных каучуков

Каучук (маслонаполненный или не наполненный маслом)	Стирол		
	Тип сополимера	Общее содержание % (по массе)	Содержание блок- сополимера % (по массе)
Группа А			
Эмульсионный SBR	Статистический	≤ 50	0
Растворный SBR	Статистический	≤ 50	0
Растворный SBR	Частично блок-сополимер	≤ 50	≤ 30
Группа В			
Эмульсионный SBR	Статистический	> 50	0
Растворный SBR	Статистический	> 50	0
Растворный SBR	Частично блок-сополимер	≤ 50	> 30

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 напряжение-деформация при растяжении*

ISO 247:2006, *Каучук и резина. Определение золы*

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

ISO 289-1, *Каучук невулканизованный. Определения на вискозиметре со сдвиговым диском. Часть 1. Определение вязкости по Муни*

ISO 1795, *Каучук сырой натуральный и синтетический. Отбор проб и подготовка образцов для испытания*

ISO 2393, *Смеси резиновые для испытания. Приготовление, смешение и вулканизация. Оборудование и методы*

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

ISO 6502, *Каучук. руководство по применению кюрометров*

ISO 23529, *Каучук. Общие методы подготовки и кондиционирования образцов для испытания физическими методами*

3 Отбор проб и подготовка образцов для испытания

3.1 Лабораторную пробу массой приблизительно 1,5 кг получают методом, описанным в ISO 1795.

3.2 Готовят образцы для испытания в соответствии с ISO 1795.

4 Физические и химические испытания сырого каучука

4.1 Определение вязкости по Муни

Определяют вязкость по Муни в соответствии с ISO 289-1 на образцах, приготовленных в соответствии с предпочтительным методом по ISO 1795 (без предварительного вальцевания каучука). Результат испытаний записывают как ML(1 + 4) при температуре 100 °C.

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

Альтернативно, вязкость по Муни можно определить на образцах, приготовленных способом вальцевания в соответствии с ISO 1795. Однако этот метод дает плохую воспроизводимость, и результаты можно получить отличающиеся.

4.2 Определение летучих веществ

Массовую долю летучих веществ определяют методом горячего вальцевания или с применением термостата по ISO 248.

4.3 Определение золы

Массовую долю золы определяют по методу А или методу В международного стандарта ISO 247:2006.

5 Приготовление смесей для испытания

5.1 Стандартные рецепты

Стандартные рецепты для испытаний приведены в Таблице 2.

Для приготовления смеси необходимо использовать национальные или международные аттестованные ингредиенты.

В отсутствие аттестованных ингредиентов допускается использовать материалы по согласованию между заинтересованными сторонами.

Таблица 2 — Стандартные рецепты

Наименование ингредиента	Массовая часть	
	Группа А	Группа В
Бутадиенстирольный каучук (SBR) (включая масло в маслonaполненном SBR)	100,00	—
Стандартный SBR 1500 ^a	—	65,00
Группа В SBR	—	35,00
Сера	1,75	1,75
Стеариновая кислота	1,00	1,00
Промышленный контрольный технический углерод ^b	50,00	35,00
Оксид цинка	3,00	3,00
TBBS ^c	1,00	1,00
Итого	156,75	141,75

^a Используемый ранее SBR 1500 EST больше не применяется. Поэтому необходимо использовать другой имеющийся в продаже SBR 1500. Тип должен быть согласован между заинтересованными сторонами.

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

^c *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 перекристаллизуют.

5.2 Альтернативные рецепты для маслонаполненных каучуков

ASTM D 3185 устанавливает рецепты, приведенные в Таблице 3, для оценки маслонаполненного SBR общего назначения, в зависимости от содержания в нем масла. Такие рецепты смесей для испытаний можно использовать в качестве альтернативы рецептам, приведенным в Таблице 2.

Таблица 3 — Альтернативные рецепты для маслонаполненных каучуков

	Количество массовых частей					
	1B	2B	3B	4B	5B	6B
Частей 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
Промышленный контрольный 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	$(100 + Y)/100$
Итого	194,50	213,38	232,25	251,13	270,00	

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

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

^c *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 перекристаллизуют.

5.3 Процедура

5.3.1 Оборудование и процедура

Оборудование и процедура для приготовления, смешения и вулканизации должны соответствовать ISO 2393.

Установлено три альтернативных процедуры смешения:

- метод А: вальцевание;
- метод В: одностадийное смешение с использованием лабораторного резиносмесителя закрытого типа;
- метод С: двухстадийное смешение с использованием лабораторного резиносмесителя закрытого типа для начального смешения и вальцов для окончательного смешения.

5.3.2 Метод А — Процедура вальцевания

Масса загрузки в граммах для стандартных лабораторных вальцов должна в четыре раза превышать массу, указанную в рецепте (т.е. $4 \times 156,75 \text{ г} = 627 \text{ г}$ или $4 \times 141,75 \text{ г} = 567 \text{ г}$). Температуру поверхности валков поддерживают на уровне $50 \text{ }^{\circ}\text{C} \pm 5 \text{ }^{\circ}\text{C}$. При смешении в зазоре вальцов поддерживают хорошо обрабатываемый запас смеси. Если при установленном зазоре между валками вальцов это не достигается, зазор необходимо отрегулировать.

	Группа А		Группа В	
	Время обработки (мин)	Общее время (мин)	Время обработки (мин)	Общее время (мин)
а) Гомогенизируют каучуки группы В при зазоре между валками 1,1 мм при температуре $100 \text{ }^{\circ}\text{C} \pm 5 \text{ }^{\circ}\text{C}$.	—	—	1,0	1,0
б) Вальцуют каучук с образованием шкурки резиновой смеси на валках при зазоре 1,1 мм и делают подрезы на 3/4 валка каждые 30 с с каждой стороны поочередно.	7,0	7,0	—	—
После образования шкурки SBR 1500, добавляют каучук [гомогенизированный в соответствии с а)] и делают подрезы на 3/4 валка с обеих сторон каждые 30 с.	—	—	8,0	9,0
в) Вводят серу медленно и равномерно по поверхности каучука.	2,0	9,0	2,0	11,0
г) Вводят стеариновую кислоту. Делают по одному подрезу на 3/4 валка с каждой стороны.	2,0	11,0	2,0	13,0
е) Вводят технический углерод вдоль поверхности валка с равномерной скоростью. После введения половины требуемой массы увеличивают зазор между валками до 1,4 мм и делают по одному подрезу на 3/4 валка с каждой стороны. Затем вводят оставшуюся часть технического углерода. Также вводят в смесь весь технический углерод, просыпавшийся в поддон вальцов. После этого 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
ф) Вводят оксид цинка и TBBS, не меняя зазор между валками 1,8 мм.	3,0	26,0	3,0	28,0
г) 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 свернутую рулоном смесь рулоном перпендикулярно поверхности валков шесть раз.	2,0	30,0	2,0	32,0

- i) Листуют смесь на вальцах до толщины 6 мм, открывая вальцы и пропуская через них смесь четыре раза, каждый раз заворачивая полотно вдвое само на себя. Определяют массу смеси (см. ISO 2393). Если масса отличается от теоретической больше чем на + 0,5 % или – 1,5 %, смесь бракуют и проводят повторное смешение. Отбирают достаточное количество материала для измерения на кюрометре.
- j) 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.
- k) Кондиционируют смесь в течение 2 ч - 24 ч после перемешивания и перед вулканизацией, если возможно, при стандартной температуре и влажности, в соответствии с ISO 23529.

5.3.3 Метод В — Одностадийное смешение на лабораторном резиносмесителе закрытого типа

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 60 °C по завершении обработки одной смеси и перед переходом к следующей. 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 °C. Если необходимо, регулируют начальную температуру смеси или температуру в камере смесителя, так чтобы удовлетворить это требование.

ПРИМЕЧАНИЕ 1 Рекомендуется использовать условия смешения, приведенные в Таблице А.6 для закрытых лабораторных резиносмесителей различного размера.

Ингредиенты резиновой смеси, кроме каучука, технического углерода и масла, можно вводить в смеси в закрытом лабораторном резиносмесителе более точно и легко, если предварительно соединить их вместе в пропорциях, указанных в рецепте. Такие смеси можно приготовить с помощью ступки и пестика, посредством перемешивания в течение 10 мин в двуконусном блендере с вращающимся стержнем усилителя, или в блендере другого типа в течение периодов по 3 с, соскабливая материал с внутренней стороны блендера после каждого 3-секундного периода перемешивания. Подходящим для данного метода считается блендер Уоринга (Waring). Внимание! если перемешивание происходит более 3 с, стеариновая кислота может расплавиться и повредить хорошему диспергированию.

ПРИМЕЧАНИЕ 2 Общая процедура смешения в лабораторном резиносмесителе закрытого типа включает следующее:

	Время обработки (min)	Общее время (min)
a) Загружают каучук, опускают затвор и платифицируют каучук.	1,0	1,0
b) Поднимают затвор и вводят, заранее смешанные, оксид цинка, серу, стеариновую кислоту и TBBS, следя за тем, чтобы обойтись без потерь. Затем вводят технический углерод, обметают края отверстия и опускают затвор.	1,0	2,0
c) Проводят смешение.	7,0	9,0
d) Отключают двигатель, поднимают затвор, извлекают камеру для смешения и выгружают смесь. Записывают максимальную температуру смеси.		

После выгрузки смесь пропускают через вальцы, поддерживаемые при температуре $50\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$ один раз при зазоре между валками 0,5 мм и затем дважды при зазоре 3,0 мм.

Определяют и записывают массу смеси. Если масса отличается от теоретического значения более чем на + 0,5 % или – 1,5 %, смесь бракуют и проводят повторное смешение.

Готовят образец для определения вулканизационных характеристик в соответствии с ISO 3417 или ISO 6502, если требуется. Кондиционируют образцы в течение 2 ч - 24 ч, если возможно, при стандартной температуре и влажности в соответствии с ISO 23529, перед испытаниями.

Если требуется, листуют смесь до толщины приблизительно 2,2 мм для получения пластин, или до определенной толщины для получения образцов в форме колец в соответствии с ISO 37. Чтобы получить каландровый эффект, пропускают свернутую вдвое пластину между валками, установленными с определенным зазором при температуре $50\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$ четыре раза. Охлаждают пластину на плоской сухой поверхности.

Кондиционируют смесь в течение от 2 ч до 24 ч после смешения и перед вулканизацией, если возможно при стандартной температуре и влажности в соответствии с ISO 23529.

5.3.4 Метод С — Двухстадийное смешение с использованием закрытого лабораторного резиносмесителя для начального смешения и вальцов для окончательного смешения

5.3.4.1 Стадия 1 — Процедура начального смешения

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

Температура выгружаемой смеси по завершении смешения должна быть от $150\text{ }^{\circ}\text{C}$ до $170\text{ }^{\circ}\text{C}$. Если этого не получается, регулируют массу смеси или начальную температуру в смесителе, так чтобы указанное условие удовлетворялось.

ПРИМЕЧАНИЕ 1 Подходящими считаются следующие условия для лабораторного закрытого резиносмесителя номинальной вместимостью $1\text{ }170\text{ см}^3 \pm 40\text{ см}^3$:

- масса смеси: в 8,5 раз больше массы, указанной в рецепте ($8,5 \times 156,75\text{ г} = 1\text{ }332,37\text{ г}$) для каучуков группы А,
в 9,5 раз больше массы, указанной в рецепте ($9,5 \times 141,75\text{ г} = 1\text{ }346,62\text{ г}$) для каучуков группы В;
- скорость ротора: $77\text{ об/мин} \pm 10\text{ об/мин}$.

ПРИМЕЧАНИЕ 2 Общая процедура смешения для начальной стадии с использованием закрытого лабораторного резиносмесителя включает следующее: