
**Каучук изопреновый (IR). Растворной
полимеризации, не наполненный
маслом. Методы оценки**

*Isoprene rubber (IR) — Non-oil-extended, solution-polymerized types —
Evaluation procedures*

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 2303:2011

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a95db07c-4bf9-4da1-b948-a54a671b8039/iso-2303-2011>

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



Ссылочный номер
ISO 2303:2011(R)

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

ISO 2303:2011

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a95db07c-4bf9-4da1-b948-a54a671b8039/iso-2303-2011>



ДОКУМЕНТ ЗАЩИЩЕН АВТОРСКИМ ПРАВОМ

© ISO 2011

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 и подготовка проб.....	2
4 Физические и химические методы испытаний каучука.....	2
4.1 Вязкость по Муни	2
4.2 Летучие вещества	2
4.3 Зола	2
5 Приготовление резиновых смесей для оценки изопреновых каучуков	2
5.1 Стандартный рецепт	2
5.2 Методы приготовления резиновых смесей.....	3
5.2.1 Требования к оборудованию и методу	3
5.2.2 Методы смешения на вальцах.....	3
5.2.3 Методы смешения в закрытом лабораторном резиносмесителе (LIM)	4
6 Определение вулканизационных характеристик с помощью реометра.....	8
6.1 Использование реометра с колеблющимся ротором	8
6.2 Использование безроторного реометра	8
7 Определение упругопрочностных свойств вулканизатов при растяжении.....	9
8 Прецизионность.....	9
9 Протокол испытания.....	9
Приложение А (информационное) Данные прецизионности смешения на вальцах и в закрытом лабораторном смесителе	10
Приложение В (информационное) Дополнительные данные прецизионности для натурального каучука	12
Библиография	14

Предисловие

Международная организация по стандартизации (ISO) представляет собой международное объединение национальных организаций по стандартизации (комитеты-члены ISO). Работа по подготовке международных стандартов обычно осуществляется через технические комитеты ISO. Каждая организация-член ISO может принимать участие в работе любого технического комитета по интересующему её вопросу. Другие международные организации, правительственные и неправительственные, поддерживающие связь с ISO, также принимают участие в этой 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 организациям-членам ISO на голосование. Для публикации документа в качестве международного стандарта требуется одобрение не менее 75 % организаций-членов, участвующих в голосовании

Необходимо иметь в виду, что некоторые аспекты настоящего международного стандарта могут быть предметом патентных прав. ISO не несет ответственности за установление частично или полностью таких прав.

ISO 2303 был подготовлен Техническим комитетом ISO/TC 45, *Резина и резиновые изделия*, Подкомитетом SC 3, *Сырье (включая латекс) для использования в резиновой промышленности*.

Настоящее пятое издание отменяет и заменяет четвертое издание (ISO 2303:2003), в которое были внесены следующие технические изменения:

- стандарт дополнен Подразделом 5.2.3, содержащим процедуру приготовления смеси в лабораторном закрытом смесителе (LIM);
- исключено старое Приложение А, которое предусматривало альтернативный метод смешения с использованием закрытого резиносмесителя и вальцов;
- данные по прецизионности перенесены из Раздела 8 в новое Приложение А;
- стандарт дополнен Таблицей А.2, включающей данные по прецизионности процедуры смешения в лабораторном закрытом смесителе (LIM);
- стандарт дополнен Приложением В, содержащим взятые из ISO 1658:2009 данные по прецизионности для натурального каучука, полученной с использованием смешения на вальцах и в лабораторном закрытом смесителе (LIM).

Каучук изопреновый (IR). Растворной полимеризации, не наполненный маслом. Методы оценки

ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ — Применяющие настоящий международный стандарт должны быть хорошо знакомы с обычной лабораторной практикой. Стандарт не преследует цели отразить все проблемы безопасности, связанные с его использованием. На применяющих стандарт лежит ответственность по установлению необходимых правил безопасности и охраны здоровья и по обеспечению соответствия их национальным правилам и предписаниям

1 Область применения

Настоящий международный стандарт распространяется на изопреновые каучуки общего назначения (IR), полученные методом растворной полимеризации, не наполненные маслом, и устанавливает:

- физические и химические методы испытаний каучуков;
- стандартные ингредиенты, стандартный рецепт, оборудование, режимы приготовления резиновых смесей и вулканизатов для определения вулканизационных характеристик.

2 Нормативные ссылки

Приведенные ниже ссылочные документы необходимы для использования настоящего стандарта. При наличии датированных ссылок применяют только указанное издание документа. При недатированных ссылках необходимо использовать самое последнее издание документа (включая дополнения).

ISO 37, *Каучук вулканизированный или термопластичный. Определение упруго-прочностных свойств при растяжении*

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

ISO 248-1, *Каучук. Определение содержания летучих веществ. Часть 1. Метод горячего вальцевания и метод с использованием термостата*

ISO 289-1, *Каучук и резиновая смесь. Испытания с использованием сдвигового роторного вискозиметра. Часть 1. Определение вязкости по Муни*

ISO 1795, *Каучук натуральный и синтетический. Отбор проб и дальнейшие подготовительные процедуры*

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

ISO 3417, *Резиновая смесь. Определение вулканизационных характеристик с использованием реометра с колеблющимся ротором*

ISO 6502, *Каучук и резина. Руководство по применению реометров*

ISO 23529, *Каучук и резина. Общие процедуры приготовления и кондиционирования образцов для испытаний физических свойств*

3 Отбор и подготовка проб

3.1 Лабораторную пробу массой около 1,5 кг отбирают методом, описанным в ISO 1795.

3.2 Подготовку образцов для испытаний проводят в соответствии с ISO 1795.

4 Физические и химические методы испытаний каучука

4.1 Вязкость по Муни

Вязкость по Муни определяют по ISO 289-1 на образцах, приготовленных по ISO 1795 (без вальцевания).

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

4.2 Летучие вещества

Содержание летучих веществ определяют в соответствии с ISO 248-1.

4.3 Зола

Содержание золы определяют в соответствии с ISO 247.

5 Приготовление резиновых смесей для оценки изопреновых каучуков

5.1 Стандартный рецепт

Стандартный рецепт резиновой смеси приведен в Таблице 1.

Должны применяться национальные или международные стандартные контрольные ингредиенты. При их отсутствии используемые ингредиенты должны быть согласованы между заинтересованными сторонами.

Таблица 1 — Стандартный рецепт резиновой смеси для оценки изопреновых каучуков

Ингредиент	Массовая часть
Изопреновый каучук (IR)	100,00
Стеариновая кислота	2,00
Оксид цинка	5,00
Сера	2,25
Промышленный контрольный технический углерод (N330)	35,00
ТББС ^а	0,70
Всего	144,95

^а ТББС или *N*-трет-бутилбензотиазол-2-сульфенамид по ISO 6472. Должен поставляться в порошковой форме с исходным содержанием нерастворимых веществ в соответствии с ISO 11235 менее 0,3 %. Продукт следует хранить при комнатной температуре в закрытом контейнере; содержание нерастворимых веществ необходимо проверять каждые 6 месяцев. Если оно превысит 0,75 %, ТББС должен быть очищен перекристаллизацией; описание этой процедуры выходит за рамки настоящего Международного Стандарта.

5.2 Методы приготовления резиновых смесей

5.2.1 Требования к оборудованию и методу

Оборудование и процессы подготовки материалов, смешения и вулканизации должны соответствовать ISO 2393

5.2.2 Методы смешения на вальцах

5.2.2.1 Общая часть

Смешение проводят по одному из двух методов А и В. Метод В предусматривает более короткое время смешения, чем метод А.

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.

При использовании обоих методов смешения масса загрузки материалов, в граммах, для стандартных лабораторных вальцов должна в четыре раза превышать массу, указанную в рецепте. В процессе смешения должна поддерживаться температура поверхности валков $70\text{ °C} \pm 5\text{ °C}$.

В процессе смешения в зазоре вальцов необходимо поддерживать хорошо обрабатываемый запас смеси. Если этого нельзя достичь при зазоре, указанном в 5.2.2.2 и 5.2.2.3, его следует слегка отрегулировать.

5.2.2.2 Метод А

	Время обработки (мин)	Общее время (мин)
a) Пропускают каучук дважды, не вальцуя его, между валками при зазоре 0,5 мм приблизительно 2 мин и взвешивают каучук.	2,0	2,0
b) Вальцуют каучук при зазоре 1,4 мм и делают по два подреза на 3/4 валка с каждой стороны.	2,0	4,0
ПРИМЕЧАНИЕ Некоторые типы изопреновых каучуков переходят на задний валок, в этом случае вводят стеариновую кислоту, после чего каучук легко переходит на передний валок. Кроме того, некоторые типы жестких изопреновых каучуков требуют несколько более продолжительной пластикации перед введением других ингредиентов для того, чтобы получить хорошо обрабатываемый запас смеси..		
c) Устанавливают зазор между валками 1,7 мм и вводят стеариновую кислоту. Делают по одному подрезу на 3/4 валка с каждой стороны	2,0	6,0
d) Вводят оксид цинка и серу. Делают по два подреза на 3/4 валка с каждой стороны	3,0	9,0
e) Вводят технический углерод равномерно по всей длине валка с постоянной скоростью. После введения примерно половины технического углерода увеличивают зазор до 1,9 мм и делают по одному подрезу на 3/4 валка с каждой стороны. Затем вводят оставшийся и просыпавшийся на поддон вальцов технический углерод. После введения всего технического углерода делают по одному подрезу на 3/4 валка с каждой стороны.	13,0	22,0
f) Вводят ТББС при зазоре 1,9 мм. Делают по три подреза на 3/4 валка с каждой стороны.	3,0	25,0
g) Срезают смесь с вальцов. Устанавливают зазор 0,8 мм и пропускают смесь рулоном перпендикулярно поверхности валков шесть раз.	3,0	28,0

ISO 2303:2011(R)

- h) Листуют смесь до толщины приблизительно 6 мм и проверяют ее массу (см. ISO 2393). Если масса смеси отличается от расчетной более, чем на $\pm 0,5\%$, смесь бракуют и проводят повторное смешение.
- i) Отбирают достаточное количество смеси для определения вулканизационных характеристик в соответствии с ISO 3417 или ISO 6502. Перед испытанием кондиционируют смесь от 2 ч до 24 ч, если возможно, при стандартных температуре и влажности в соответствии с ISO 23529.
- j) Листуют смесь до толщины приблизительно 2,2 мм для подготовки пластин или до другой требуемой толщины для подготовки образцов-колец в соответствии с ISO 37.
- k) Кондиционируют смесь от 2 ч до 24 ч перед вулканизацией, если возможно, при стандартных температуре и влажности в соответствии с ISO 23529.

5.2.2.3 Метод В

	Время обработки (мин)	Общее время (мин)
a) Пропускают каучук дважды, не вальцуя его, между валками, при зазоре $0,5 \text{ мм} \pm 0,1 \text{ мм}$, затем вальцуют каучук, постепенно увеличивая зазор до 1,4 мм.	2,0	2,0
b) Вводят стеариновую кислоту. Делают по одному подрезу на 3/4 валка с каждой стороны.	2,0	4,0
c) Вводят серу и оксид цинка. Делают по два подреза на 3/4 валка с каждой стороны.	3,0	7,0
d) Вводят половину технического углерода. Делают по два подреза на 3/4 валка с каждой стороны.	3,0	10,0
e) 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
f) Вводят ТББС. Делают по три подреза на 3/4 валка с каждой стороны.	3,0	18,0
g) Срезают смесь с вальцов. Устанавливают зазор $0,5 \text{ мм} \pm 0,1 \text{ мм}$ и пропускают свернутую рулоном смесь вертикально шесть раз.	2,0	20,0
h) Листуют смесь до толщины приблизительно 6 мм и проверяют массу смеси (см. ISO 2393). Если масса смеси отличается от расчетной более чем на $\pm 0,5\%$, смесь бракуют и проводят повторное смешение.		
i) Отбирают достаточное количество смеси для определения вулканизационных характеристик в соответствии с ISO 3417 или ISO 6502. Перед испытанием кондиционируют смесь от 2 ч до 24 ч, если возможно, при стандартных температуре и влажности по ISO 23529.		
j) Листуют смесь до толщины приблизительно 2,2 мм для подготовки пластин или до другой требуемой толщины для подготовки образцов-колец в соответствии с ISO 37.		
k) Кондиционируют смесь от 2 ч до 24 ч перед вулканизацией, если возможно, при стандартных температуре и влажности по ISO 23529.		

5.2.3 Методы смешения в закрытом лабораторном резиносмесителе (LIM)

5.2.3.1 Общая часть

Для лабораторного закрытого резиносмесителя номинальной вместимостью от 65 см^3 до приблизительно $2\,000 \text{ см}^3$, масса загружаемой смеси должна равняться номинальной вместимости

смесителя, в кубических сантиметрах, умноженной на плотность резиновой смеси. Во время приготовления серии идентичных смесей условия работы резиносмесителя должны быть постоянными. В начале каждой серии резиновых смесей нужно приготовить в резиносмесителе "подготовительную" смесь, используя тот же рецепт, как и для испытуемых смесей. Между окончанием приготовления одной смеси и началом загрузки следующей резиносмеситель охлаждают до температуры 60 °С. Состояние регулировки температуры резиносмесителя не должно изменяться в течение приготовления всей серии смесей.

5.2.3.2 Одностадийное смешение

Методика смешения должна обеспечивать хорошее распределение всех ингредиентов смеси. Температура выгружаемой по завершении приготовления смеси не должна превышать 120 °С. Если необходимо, регулируют массу смеси, температуру головки и/или скорость ротора так, чтобы это условие соблюдалось.

ПРИМЕЧАНИЕ 1 Ингредиенты резиновой смеси кроме каучука, технического углерода и масла могут вводиться в смесь, приготавливаемую в закрытом микросмесителе, более точно и легко, если предварительно смешать их в пропорции, предусмотренной рецептом. Смешение можно провести при помощи пестика и ступки, либо перемешиванием в течение 10 мин в высокоскоростном биконическом смесителе или же перемешиванием в смесителе 1), в течение пяти трёхсекундных периодов. В последнем случае после каждого трёхсекундного смешения производят очистку внутренности смесителя для удаления прилипших к стенкам материалов. Предостережение: при продолжительности смешения более 3 с стеариновая кислота может расплавиться и препятствовать хорошему диспергированию.

ПРИМЕЧАНИЕ 2 Пример процедуры смешения в закрытом лабораторном смесителе:

	Время обработки (мин)	Общее время (мин)
a) Загружают в камеру каучук, опускают затвор, перемешивают каучук.	1,0	1,0
b) Поднимают затвор и вводят предварительно смешанные оксид цинка, серу, стеариновую кислоту и ТББС, избегая потерь. Затем вводят технический углерод, обтирают края отверстия и опускают затвор.	1,0	2,0
c) Смешивают загруженную массу.	7,0	9,0
d) Выключают двигатель, поднимают затвор, извлекают камеру для смешения и выгружают смесь. Регистрируют максимальную температуру смеси.		
e) Сразу же после выгрузки смеси из смесителя пропускают ее через вальцы при температуре 70 °С ± 5 °С один раз при зазоре между вальцами 0,5 мм и затем дважды при величине зазора 0,3 мм.		
f) Листуют смесь до толщины приблизительно 6 мм и проверяют массу смеси (см. ISO 2393). Если она отличается от теоретического значения больше чем на $\begin{matrix} +0,5 \\ -1,5 \end{matrix}$ %, смесь бракуют и проводят повторное .		
g) Отбирают необходимое количество смеси для оценки вулканизационных характеристик в соответствии с ISO 3417 или ISO 6502. Кондиционируют материал перед испытанием от 2 ч до 24 ч, если возможно, при стандартных температуре и влажности по ISO 23529.		
h) Листуют смесь до толщины приблизительно 2,2 мм для приготовления пластин или до необходимой толщины для приготовления образцов по ISO в форме колец в соответствии с ISO 37.		
i) Кондиционируют смесь до вулканизации от 2 ч до 24 ч, если возможно, при стандартных температуре и влажности по ISO 23529.		

¹⁾ Единственным известным поставщиком оборудования является Waring Products, Inc. (www.waringproducts.com).

5.2.3.3 Двухстадийное смешение, включая смешение на вальцах в завершающей стадии

5.2.3.3.1 Общая часть

Между окончанием приготовления одной смеси и началом загрузки следующей резиносмеситель следует охлаждать до температуры 60 °С.

5.2.3.3.2 Стадия 1 — Начальная стадия смешения

Процедура смешения должна обеспечивать хорошее распределение ингредиентов в смеси.

Температура выгружаемой по завершении приготовления смеси должна быть в пределах от 150 °С до 170 °С. Если необходимо, регулируют массу смеси, температуру головки и/или скорость ротора так, чтобы это условие соблюдалось.

ПРИМЕЧАНИЕ Пример процедуры смешения в начальной стадии приготовления смеси:

	Время обработки (мин)	Общее время (мин)
a) Устанавливают температуру резиносмесителя на начальную температуру 60 °С ± 3 °С. Закрывают разгрузочное отверстие, устанавливают скорость ротора 77 об/мин, включают роторы и поднимают затвор.	—	—
b) Загружают половину каучука, весь технический углерод, оксид цинка и стеариновую кислоту, затем оставшуюся половину 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) Проводят смешение загруженной массы.	0,5	4,5
f) Выгружают смесь.	1,5	6,0
g) Немедленно после выгрузки смеси проверяют температуру смеси подходящим средством измерения. Если температура смеси не укладывается в пределы от 150 °С до 170 °С, смесь бракуют.		
h) Пропускают смесь три раза через вальцы при зазоре 2,5 мм и температуре 70 °С ± 5 °С.		
i) Листуют смесь до толщины приблизительно 10 мм и проверяют массу смеси (см ISO 2393). Если масса смеси отличается от теоретической более, чем на $\pm 0,5\%$, смесь бракуют и проводят повторное смешение.		
j) Выдерживают смесь не менее 30 мин и не более 24 ч, если возможно, при стандартных температуре и влажности по ISO 23529.		

Лабораторные резиносмесители небольшого размера не обеспечивают достаточного количества смеси для завершающей стадии вальцевания, поскольку для загрузки требуется масса, в три раза превышающая массу, указанную в рецепте. В таких случаях лабораторный закрытый резиносмеситель может быть использован на завершающей стадии приготовления смеси. Температуру головки смесителя и/или массу смеси можно регулировать таким образом, чтобы конечная температура выгружаемой смеси не превышала 120 °С.

5.2.3.3.3 Стадия 2 — Завершающая стадия смешения

Прежде, чем приступить к завершающей стадии смешения смеси дают "отдохнуть" не менее 30 мин, или пока она не достигнет комнатной температуры. Процедура смешения должна обеспечивать

хорошее распределение всех ингредиентов смеси. Температура выгружаемой по завершении приготовления смеси не должна превышать 120 °С.

При использовании закрытого лабораторного резиносмесителя при необходимости регулируют массу смеси, температуру головки и/или скорость ротора так, чтобы это условие соблюдалось. Если применяют смешение на вальцах, устанавливают температуру поверхности валков $70\text{ °C} \pm 5\text{ °C}$ и поддерживают эту температуру во время смешения. Масса стандартной лабораторной смеси в граммах должна в два раза превышать массу, указанную в рецепте. При смешении в зазоре между валками вальцов поддерживают хорошо обрабатываемый запас смеси. Если это не достигается при указанном ниже зазоре, зазор необходимо слегка подрегулировать.

ПРИМЕЧАНИЕ 1 Пример процедуры смешения в закрытом резиносмесителе в завершающей стадии приготовления смеси:

	Время обработки (мин)	Общее время (мин)
a) закрывают разгрузочное отверстие, устанавливают скорость ротора и поднимают затвор.	—	—
b) Загружают каучук, серу и ускоритель, опускают затвор.	0,5	0,5
c) Проводят смешение загруженной массы	1,5	2,0
d) Поднимают затвор, открывают смесительную камеру и выгружают смесь. Записывают максимальную температуру смеси.	0,5	2,5
e) После выгрузки приготовленной смеси пропускают ее четыре раза на вальцах при температуре поверхности валков $70\text{ °C} \pm 5\text{ °C}$ и зазоре 0,8 мм.	0,5	3,0
f) Листуют смесь до толщины приблизительно 6 мм и проверяют массу смеси (см. ISO 2393). Если масса смеси отличается от теоретической более, чем на $\pm 0,5\%$, смесь бракуют и проводят повторное смешение.		
g) Отбирают достаточное количество смеси для определения вулканизационных характеристик в соответствии с ISO 3417 или ISO 6502. Перед испытанием кондиционируют смесь от 2 ч до 24 ч, если возможно, при стандартных температуре и влажности по ISO 23529.		
h) Листуют смесь до толщины приблизительно 2,2 мм для подготовки пластин или до другой требуемой толщины для подготовки образцов-колец в соответствии с ISO 37.		
i) Кондиционируют смесь от 2 ч до 24 ч перед вулканизацией, если возможно, при стандартных температуре и влажности по ISO 23529.		

ПРИМЕЧАНИЕ 2 Пример процедуры смешения на вальцах в завершающей стадии приготовления смеси:

	Время обработки (мин)	Общее время (мин)
a) Устанавливают температуру вальцов $70\text{ °C} \pm 5\text{ °C}$ и зазор между валками 1,9 мм. Вальцуют маточную смесь на медленном валке.	—	—
b) Вводят ускорители. Смесь не подрезают, пока ускорители полностью не распределятся в смеси. Делают по три подреза на 3/4 валка с каждой стороны.	3,0	3,0
c) Вводят серу. Смесь не подрезают, пока сера полностью не распределится в смеси. Делают по три подреза на 3/4 валка с каждой стороны.	3,0	6,0
d) Срезают смесь с вальцов. Устанавливают зазор 0,8 мм и пропускают свернутую рулоном смесь перпендикулярно поверхности валков шесть раз, вводя ее каждый раз другим концом.	2,0	8,0