

# ТЕХНИЧЕСКИЕ УСЛОВИЯ

# ISO/TS 16097

Первое издание  
2013-10-01

---

---

## Крошка резиновая. Методы оценки

*Vulcanized crumb rubber — Evaluation procedures*

iTeh STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)

ISO/TS 16097:2013

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c50deb2e-59f6-46c8-b354-31a6abeacd92/iso-ts-16097-2013>

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



Ссылочный номер  
ISO/TS 16097:2013(R)

© ISO 2013

iTeh STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)

ISO/TS 16097:2013

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c50deb2e-59f6-46c8-b354-31a6abeacd92/iso-ts-16097-2013>



**ДОКУМЕНТ ЗАЩИЩЕН АВТОРСКИМ ПРАВОМ**

© ISO 2013

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](mailto:copyright@iso.org)  
Web [www.iso.org](http://www.iso.org)

Опубликовано в Швейцарии

## Содержание

Страница

Предисловие .....	iv
<b>1 Область применения .....</b>	<b>1</b>
<b>2 Нормативные ссылки .....</b>	<b>1</b>
<b>3 Отбор и приготовление образцов .....</b>	<b>2</b>
<b>4 Физические и химические испытания сырья для резиновой крошки .....</b>	<b>2</b>
4.1 Классификация .....	2
4.2 Определение гранулометрического состава .....	2
4.3 Определение гранулометрического состава сырья, отделенного от стального металлокорда .....	2
4.4 Определение гранулометрического состава сырья, отделенного от текстильного корда .....	2
4.5 Ацетоновый экстракт .....	2
4.6 Зола .....	2
4.7 Сажевый наполнитель .....	2
4.8 Содержание резины .....	2
<b>5 Приготовление испытательных смесей для оценки .....</b>	<b>3</b>
5.1 Стандартный состав смеси .....	3
5.2 Методика .....	3
<b>6 Оценка характеристик вулканизации с помощью кюрометра .....</b>	<b>5</b>
6.1 Применение кюрометра с колеблющимся диском .....	5
6.2 Применение безроторного кюрометра .....	6
<b>7 Оценка вязкости смеси по Муни .....</b>	<b>6</b>
<b>8 Оценка характеристик деформации при растяжении вулканизованных испытательных смесей .....</b>	<b>6</b>
<b>9 Оценка твердости вулканизованной смеси по Шору .....</b>	<b>6</b>
<b>10 Оценка вулканизованных смесей на сопротивление раздиру .....</b>	<b>7</b>
<b>11 Протокол испытания .....</b>	<b>7</b>
<b>Библиография .....</b>	<b>8</b>

## Предисловие

Международная организация по стандартизации (ISO) является всемирной федерацией национальных организаций по стандартизации (комитетов-членов ISO). Разработка международных стандартов обычно осуществляется техническими комитетами ISO. Каждый комитет-член, заинтересованный в деятельности, для которой был создан технический комитет, имеет право быть представленным в этом комитете. Международные правительственные и неправительственные организации, имеющие связи с ISO, также принимают участие в этой работе. ISO работает в тесном сотрудничестве с Международной электротехнической комиссией (IEC) по всем вопросам стандартизации в области электротехники.

Процедуры, используемые для разработки этого документа, а также те, которые предназначены для его дальнейшего обслуживания, описаны в Директивах ISO/IEC, Часть 1. В частности, следует отметить различные критерии утверждения, необходимые для различных типов документов ISO. Данный документ был подготовлен в соответствии с редакционными правилами, приведенными в Директивах ISO/IEC, Часть 2 (см. [www.iso.org/directives](http://www.iso.org/directives)).

Любое торговое наименование, используемое в данном документе, представляет собой информацию, предоставленную для удобства пользователей, и не являются официальным мнением.

Следует иметь в виду, что, возможно, некоторые элементы настоящего документа могут быть объектом патентных прав. ISO не несет ответственности за определение некоторых или всех таких патентных прав. Информация о любых патентных правах, выявленная в ходе разработки документа, будет представлена в разделе "Введение" и/или в перечне полученных ISO патентных заявлений (см. [www.iso.org/patents](http://www.iso.org/patents)).

Объяснение значения специальных терминов и выражений ISO, касающихся оценки соответствия, а также информацию о соблюдении ISO принципов ВТО в Технических барьерах в торговле (ТБТ) см. URL: Предисловие. Дополнительная информация.

Ответственным за этот документ является комитет ISO/TC 147, *Резина и резиновые изделия*, Подкомитет 3, *Сырье (включая латекс) для использования в резиновой промышленности*.

## Крошка резиновая. Методы оценки

### 1 Область применения

Данные технические условия устанавливают требования к физическим и химическим испытаниям, стандартным испытательным составам, к оборудованию и методам обработки для оценки характеристик вулканизации и механических свойств резиновой крошки.

Документ не содержит технические характеристики или ограничения, а также рекомендации относительно возможностей использования резиновой крошки.

### 2 Нормативные ссылки

Следующие ссылочные нормативные документы являются обязательными при применении данного документа. Для жестких ссылок применяется только цитированное издание документа. Для плавающих ссылок необходимо использовать самое последнее издание нормативного ссылочного документа (включая любые изменения).

ISO 34-1:2010, *Каучук вулканизированный или термопластичный. Определение сопротивления раздиру. Часть 1. Раздвоенные, угловые и серповидные образцы*

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

ISO 247:2006, *Каучук. Определение содержания золы*  
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c50deb2e-59f6-46c8-b354-31a6abeacd92/iso-247-2006>

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

ISO 1407:2011, *Каучук. Определение содержания веществ, экстрагируемых растворителем*

ISO 1408, *Каучук. Определение содержания углеродной сажи. Методы пиролизной и химической деструкции*

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 7619-1, *Каучук вулканизированный или термопластичный. Определение твердости при вдавливании. Часть 1. Метод с применением дюрометра (твердость по Шору)*

CEN/TS 14243-2010 *Материалы из шин, выработавших срок службы. Спецификация категорий на основе их размера(ов) и включений и методы определения их размера(ов) и включений*

### 3 Отбор и приготовление образцов

Отбирают лабораторный образец массой приблизительно 1,5 кг.

### 4 Физические и химические испытания сырья для резиновой крошки

#### 4.1 Классификация

Классифицируют сырье для резиновой крошки, преимущественно на основе размера в соответствии с CEN/TS 14243:2010, Раздел 4.

#### 4.2 Определение гранулометрического состава

Определяют гранулометрический состав в соответствии с CEN/TS 14243:2010, Раздел 5 и 6.

#### 4.3 Определение гранулометрического состава сырья, отделенного от стального металлокорда

Определяют гранулометрический состав сырья, отделенного от стального металлокорда, в соответствии с CEN/TS 14243:2010, Приложение В.

#### 4.4 Определение гранулометрического состава сырья, отделенного от текстильного корда

Определяют гранулометрический состав сырья, отделенного от текстильного корда, в соответствии с CEN/TS 14243:2010, Приложение С.

#### 4.5 Ацетоновый экстракт

Определяют ацетоновый экстракт в соответствии с ISO 1407, методы А или В.

#### 4.6 Зола

Определяют содержание золы в соответствии с ISO 247, метод А.

#### 4.7 Сажевый наполнитель

Определяют содержание сажевого наполнителя в соответствии с ISO 1408.

#### 4.8 Содержание резины

Определяют содержание резины,  $R$ , в процентах (%) по следующей формуле:

$$R = 100 - (a + b + c)$$

где

$a$  – ацетоновый экстракт, в процентах (%);

$b$  – содержание золы, в процентах (%);

$c$  – содержание сажевого наполнителя, в процентах (%).

## 5 Приготовление испытательных смесей для оценки

### 5.1 Стандартный состав смеси

Стандартный состав смеси приводится в Таблице 1.

Используемые материалы должны представлять собой стандартные образцы в соответствии с национальными или международными стандартами. Если стандартные образцы отсутствуют, материалы, которые будут использоваться, должны быть согласованы между заинтересованными сторонами.

Таблица 1 — Стандартный состав смеси

Материал	Размер частиц по массе
Натуральный каучук STR 20 <sup>a</sup>	100,00
Крошка из вулканизированного каучука	30,00 <sup>e</sup>
Промышленный сажевый наполнитель <sup>b</sup>	5,00
Стеариновая кислота <sup>c</sup>	2,00
Оксид цинка <sup>c</sup>	3,00
Сера <sup>c</sup>	2,25
TBBS <sup>d</sup>	1,00
<b>Итого</b>	<b>143,25</b>

<sup>a</sup> При разработке данных технических условий для стандартного состава смеси использовалась тайская резина 20. Эта информация дается для удобства пользователей настоящего документа и не может рассматриваться в качестве одобрения ISO этого продукта.

<sup>b</sup> Должен применяться имеющийся промышленный стандартный образец сажевого наполнителя.

<sup>c</sup> Должны использоваться порошковые материалы (стандартные вулканизирующие компоненты, применяемые в промышленности).

<sup>d</sup> N-трет-бутил-бензотиазол-2-сульфенамид. Он поставляется в виде порошка с начальным содержанием нерастворимого вещества менее 0,3%, которое определяется в соответствии с ISO 11235. Вещество должно храниться при комнатной температуре в закрытом контейнере. Нерастворимое вещество проверяется каждые 6 месяцев. Если окажется, что его содержание превышает 0,75%, TBBS должен быть отбракован или подвергнут рекристаллизации.

<sup>e</sup> 30 частей по массе крошки из вулканизированного каучука является подходящим коэффициентом, чтобы показать результат получения резиновой крошки за небольшое время смешивания. Это позволяет стабилизировать гранулометрический состав крошки.

### 5.2 Методика

#### 5.2.1 Оборудование и методика

Оборудование и методика получения, смешивания и вулканизации должна осуществляться в соответствии с ISO 2393.

## 5.2.2 Методика смешивания. Двухэтапное смешивание с использованием закрытого резиносмесителя для первоначального смешивания и вальцов для окончательного смешивания

### 5.2.2.1 Первый этап — Первоначальное смешивание

	Длительность, мин.	Суммарное время, мин.
a) Регулируют температуру закрытого резиносмесителя, чтобы начальная температура составила $50^{\circ}\text{C} \pm 3^{\circ}\text{C}$ , закрывают разгрузочную дверцу, запускают ротор и поднимают затвор.	0	0
b) Загружают резину, опускают затвор и проводят процесс пластификации резины.	1,0	1,0
c) Поднимают затвор и добавляют оксид цинка и стеариновую кислоту. Опускают затвор и проводят пластификацию смеси.	0,5	1,5
d) Поднимают затвор и добавляют сажу и резиновую крошку. Опускают затвор и смешивают саженаполненный раствор.	0,75	2,25
e) Поднимают затвор, раскрывают входное отверстие смесительной камеры и опускают затвор. Смешивают раствор.	0,5	2,75

#### Общее время, макс.

2,75

f) Выключают ротор, поднимают затвор, снимают смесительную камеру и выгружают раствор. Записывают максимальную температуру смеси.

g) Немедленно пропускают смесь четыре раза сквозь лабораторные вальцы, раздвинутые на 2,5 мм и при температуре  $50^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$ . Проверяют смесь взвешиванием (см. ISO 2393). Если масса смеси отличается от теоретического значения более чем на + 0,5 % или - 1,5 %, смесь отбраковывают и проводят повторное смешивание.

h) Оставляют смесь от 30 мин до 24 ч после смешивания.

**ПРИМЕЧАНИЕ** Только один способ смешивания используется во время первоначального смешивания, чтобы получить аналогичный результат гранулометрического состава в различных смесях.

### 5.2.2.2 Второй этап — Окончательное смешивание на вальцах

Масса смеси, полученной на стандартных лабораторных вальцах, в граммах, должна быть определена на основе зарегистрированной массы смеси.

Устанавливают температуру вальцов, раздвинутых на 1,5 мм, на уровне  $50^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$ .

Хорошее вальцевание резиновой смеси в зазоре между валками должно поддерживаться во время смешивания. Если этого невозможно достичь с указанными здесь установочными параметрами, необходимо сделать небольшую корректировку зазора.



	Длительность, мин.	Суммарное время, мин.
a) Формируют полосу маточной смеси при слабом вальцевании.	1,0	1,0
b) Добавляют TBBS. Не отрезают полосу, пока полностью не диспергируется ускоритель процесса.	0,5	1,5
c) Делают надрез на $\frac{3}{4}$ с каждой стороны с интервалом 15 с.	0,5	2,0
d) Добавляют серу. Не отрезают полосу, пока порошок полностью не диспергируется.	0,5	2,5
e) Делают надрез на $\frac{3}{4}$ с каждой стороны с интервалом 15 с.	0,5	3,0
f) Делают три альтернативных надреза на $\frac{3}{4}$ с каждой стороны с интервалом 15 с.	2,0	5,0
g) Срезают полосу с вальцов. Устанавливают зазор валков на 0,8 мм и пропускают прокатанную смесь по длине через валки шесть раз, вставляя поочередно с каждого конца.	2,0	7,0

**Общее время, макс. 7,0**

h) Раскатывают смесь в лист толщиной приблизительно 6 мм и производят контрольное взвешивание смеси (см. ISO 2393). Если масса смеси отличается от теоретической величины более чем на + 0,5% или - 1,5%, отбрасывают смесь и проводят повторное смешивание. Снимают достаточное количество материала для тестирования на кюрометре.

i) Раскатывают смесь в лист толщиной приблизительно 2,2 мм с целью подготовки листов для испытания или до соответствующей толщины для подготовки образцов в форме колец или гантелей ISO в соответствии с ISO 37.

j) После смешивания и перед вулканизацией, кондиционируют образцы в течение, по крайней мере, 2 ч при комнатной температуре, но не более 24 ч.

## 6 Оценка характеристик вулканизации с помощью кюрометра

### 6.1 Применение кюрометра с колеблющимся диском

Измеряют следующие стандартные параметры испытания:

$M_L$ ,  $M_H$  за определенное время,  $t_{s1}$ ,  $t_C(50)$ ,  $t_C(90)$ ,  $t_C(95)$  и  $t_C(99)$

в соответствии с ISO 3417, используя следующие условия испытания:

- частота колебаний: 1,7 Гц (100 циклов в минуту);
- амплитуда колебаний: 1° дуги;

В качестве альтернативы допускается амплитуда колебаний 3° дуги. Если выбрана такая амплитуда, то измеряют  $ts_2$  вместо  $ts_1$ ;

- селективность: выбирают, чтобы достичь не менее 75 % от полномасштабного отклонения при  $M_H$ ;
- температура экструдера:  $150^{\circ}\text{C} \pm 0,3^{\circ}\text{C}$ ;
- время предварительного нагрева: нет.

## 6.2 Применение безроторного кюрометра

Измеряют следующие стандартные параметры испытания:

$F_L$ ,  $F_{\max}$  за определенное время,  $ts_1$ ,  $t_c$  (50),  $t_c$  (90),  $t_c$  (95) и  $t_c$  (99)

в соответствии с ISO 6502, используя следующие условия испытания:

- частота колебания: 1,7 Гц (100 циклов в минуту);
- амплитуда колебания:  $0,5^{\circ}$  дуги;

В качестве альтернативы допускается амплитуда колебаний  $1^{\circ}$  дуги. Если выбрана такая амплитуда, то измеряют  $ts_2$  вместо  $ts_1$ ;

- селективность: выбирают, чтобы достичь, по крайней мере, 75% от полномасштабного отклонения при  $F_{\max}$ ;
- температура экструдера:  $150^{\circ}\text{C} \pm 0,3^{\circ}\text{C}$ ;
- время предварительного нагрева: нет.

Два типа кюрометров могут не дать идентичные результаты.

## 7 Оценка вязкости смеси по Муни

Определяют вязкость по Муни в соответствии с ISO 289-1.

Записывают результат как  $M_L(1'+4')$  при  $100^{\circ}\text{C}$ .

## 8 Оценка характеристик деформации при растяжении вулканизованных испытательных смесей

Вулканизируют листы при температуре  $150^{\circ}\text{C}$  в течение периода, выбранного из  $t_c$  (95).

Кондиционируют вулканизованные листы от 16 ч до 96 ч, и измеряют характеристики деформации при растяжении в соответствии с ISO 37.

## 9 Оценка твердости вулканизованной смеси по Шору

Используют вулканизованные листы для оценки характеристик деформации при растяжении.

Измеряют твердость по Шору, используя дюрометры со шкалой А для резиновых изделий в нормальном диапазоне твердости в соответствии с ISO 7619-1.