

---

---

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

*Butadiene rubber (BR) — Solution polymerized types — Evaluation  
procedures*

iTeh STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)

ISO 2476:2014

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/605d9ead-bd1b-4a39-8708-  
df7621629c86/iso-2476-2014](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/605d9ead-bd1b-4a39-8708-df7621629c86/iso-2476-2014)

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



Ссылочный номер  
ISO 2476:2014(R)

iTeh STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)

ISO 2476:2014

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/605d9ead-bd1b-4a39-8708-df7621629c86/iso-2476-2014>



**ДОКУМЕНТ ОХРАНЯЕТСЯ АВТОРСКИМ ПРАВОМ**

© ISO 2014

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 проб и их дальнейшая подготовка.....</b>	<b>2</b>
<b>4 Физические и химические испытания сырого каучука .....</b>	<b>2</b>
4.1 Вязкость по Муни.....	2
4.2 Летучие вещества .....	2
4.3 Зола .....	2
<b>5 Приготовление смесей для оценки бутадиеновых каучуков .....</b>	<b>2</b>
5.1 Стандартные рецепты .....	2
5.2 Проведение испытания.....	3
<b>6 Кондиционирование смесей.....</b>	<b>9</b>
<b>7 Оценка вулканизационных характеристик .....</b>	<b>9</b>
7.1 Использование кюрометра с колеблющимся диском .....	9
7.2 Использование кюрометра без ротора .....	10
<b>8 Оценка упругопрочностных характеристик при растяжении вулканизированных испытательных смесей .....</b>	<b>10</b>
<b>9 Прецизионность .....</b>	<b>10</b>
<b>10 Протокол испытания .....</b>	<b>10</b>
<b>Приложение А (информативное) Прецизионность .....</b>	<b>12</b>
<b>Библиография.....</b>	<b>19</b>

## Предисловие

Международная организация по стандартизации (ISO) всемирная федерация национальных органов по стандартизации (комитеты-члены ISO). Работа по подготовке международных стандартов обычно ведется через технические комитеты ISO. Каждый комитет-член ISO, проявляющий интерес к тематике, по которой учрежден технический комитет, имеет право быть представленным в этом комитете. Международные организации, государственные и негосударственные, имеющие связи с ISO, также принимают участие в работе. ISO тесно сотрудничает с Международной электротехнической комиссией (IEC) по всем вопросам стандартизации в области электротехники.

Процедуры, используемые для разработки данного документа, и процедуры, предусмотренные для его дальнейшего ведения, описаны в Части 1 Директив ISO/IEC. В частности, следует отметить различные критерии утверждения, требуемые для различных типов документов ISO. Проект данного документа был разработан в соответствии с редакционными правилами Части 2 Директив ISO/IEC (см. [www.iso.org/directives](http://www.iso.org/directives)).

Необходимо обратить внимание на возможность того, что ряд элементов данного документа могут быть предметом патентных прав. Международная организация ISO не должна нести ответственность за идентификацию таких прав, частично или полностью. Сведения о патентных правах, идентифицированных при разработке документа, будут указаны во Введении и/или в перечне полученных ISO объявлений о патентном праве (см. [iso.org/patents](http://iso.org/patents)).

Любое торговое название, использованное в данном документе, является информацией, предоставляемой для удобства пользователей, а не свидетельством в пользу того или иного товара или той или иной компании.

ISO 2476:2014

Для пояснения значений конкретных терминов и выражений ISO, относящихся к оценке соответствия, а также информация о соблюдении Международной организацией ISO принципов ВТО по техническим барьерам в торговле (ТБТ), см. следующий унифицированный локатор ресурса (URL): [Foreword - Supplementary information](#)

Технический комитет, несущий ответственность за данный документ, ISO/TC 45, *Резина и резиновые изделия*, Подкомитетом SC 3, *Сырье (включая латекс) для резиновой промышленности*.

Настоящее шестое издание отменяет и заменяет пятое издание (ISO 2476:2009), которое подверглось техническому пересмотру со следующими изменениями:

- ISO 2476 был согласован с требованиями ISO 2393:2014;
- 5.2.2.1 формулирует, что процедура смешения в лабораторном закрытом резиносмесителе является предпочтительной.

# Каучук бутадиеновый (BR) растворной полимеризации. Методы оценки

**ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ** — Пользователи данного международного стандарта должны обладать навыками практической работы в лаборатории. Настоящий международный стандарт не предусматривает рассмотрения всех проблем безопасности, связанных с его применением. Пользователь сам несет ответственность за соблюдение техники безопасности, охрану здоровья, а также за обеспечение соответствия условиям национальных регламентов.

## 1 Область применения

Настоящий международный стандарт устанавливает:

- физические и химические методы испытаний каучуков;
- стандартные материалы, стандартные рецептуры, оборудование и методы обработки для оценки вулканизационных характеристик бутадиеновых каучуков (BR) растворной полимеризации, включая маслосодержащие каучуки (OEBC), и упругопрочностных свойств вулканизированных смесей при растяжении.

## 2 Нормативные ссылки

Следующие ссылочные нормативные документы, частично или полностью, являются обязательными при применении данного документа. Для датированных ссылок применяется только цитированное издание документа. Для недатированных ссылок необходимо использовать самое последнее издание нормативного ссылочного документа (включая любые изменения).

ISO 37, *Каучук вулканизированный или термопластичный. Определение упругопрочностных свойств при растяжении*

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

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

ISO 248-2, *Каучук. Определение содержания летучих веществ. Часть 2. Термогравиметрические методы с использованием автоматического анализатора с инфракрасным высушивающим устройством*

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

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

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

ISO 3417, *Смесь резиновая. Определение вулканизационных характеристик с использованием реометра с колеблющимся диском*

ISO 6502, *Каучук. Руководство по применению реометров*

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

### 3 Отбор проб и дальнейшие подготовительные процедуры

3.1 Отбирают лабораторную пробу массой примерно 1,5 кг методом, описанным в ISO 1795.

3.2 Готовят пробы для испытания в соответствии с ISO 1795.

### 4 Физические и химические методы испытаний каучука

#### 4.1 Вязкость по Муни

Определяют вязкость по Муни в соответствии с ISO 289-1 на пробе для испытания, подготовленной в соответствии с ISO 1795 (предпочтительно без вальцевания). Если требуется вальцевание, поддерживают температуру поверхности валков 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 248-1 и ISO 248-2.

#### 4.3 Зола

Определяют содержание золы в соответствии с ISO 247.

### 5 Приготовление резиновых смесей для оценки бутадиеновых каучуков

#### 5.1 Стандартные рецептуры

В Таблице 1 приведены две стандартные рецептуры для испытаний. Для приготовления смесей должны использоваться национальные или международные стандартные образцы (или, если стандартные образцы отсутствуют, используют материалы, согласованные между заинтересованными сторонами).

Таблица 1 — Стандартные рецептуры резиновых смесей

Материал	Массовые части	
	Не наполненный маслом каучук	Маслонаполненный каучук
Бутадиеновый каучук	100,00	100,00 + $Y^a$
Оксид цинка	3,00	3,00
Технический углерод IRB <sup>b</sup>	60,00	0,6 × (100 + $Y$ )
Стеариновая кислота	2,00	2,00
Масло ASTM, тип 103 <sup>c</sup>	15,00	—
Сера	1,50	1,50
ТВБС <sup>d</sup>	0,90	0,009 × (100 + $Y$ )
Всего	182,40	167,40 + 1,609 $Y$
Расчетная плотность, г/см <sup>3</sup>	1,11	—

<sup>a</sup>  $Y$  = количество массовых частей масла, на 100 массовых частей исходного каучука в маслонаполненном каучуке.

<sup>b</sup> Используют очередную партию контрольного промышленного технического углерода. Сушат материал в течение 1 ч при температуре 125 °C ± 3 °C и хранят в герметично закрытом контейнере.

<sup>c</sup> Данное масло, плотностью 0,92 г/см<sup>3</sup>, произведено компанией Sun Refining and Marketing Company, дистрибьютор R.E. Carroll, Inc., 1570 North Olden Avenue Ext, Trenton, NJ 08638-3204, USA. Зарубежные заказы следует направлять в компанию Sunoco Overseas, Inc., 1801 Market Street, Philadelphia, PA 19103-1699, USA. Данное масло – пример подходящего продукта, имеющегося в распоряжении. Эта информация дается только для удобства пользователей данного стандарта и не указывает на предпочтение со стороны ISO в отношении названного продукта. Допускается использовать другие масла, но при этом могут быть получены другие результаты.

<sup>d</sup> *N-трет-бутил –2-бензотиазол-2-сульфенамид* (ТВБС). Поставляется в форме порошка, имеющего исходное содержание нерастворимого вещества, определенного в соответствии с ISO 11235, менее 0,3 %. Материал должен храниться при комнатной температуре в закрытом сосуде, содержание нерастворимого вещества проверяют каждые 6 месяцев. Если содержание нерастворимого вещества более 0,75 %, материал должен быть забракован или перекристаллизован.

## 5.2 Процедура

### 5.2.1 Общие положения

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

### 5.2.2 Процедуры смешения

#### 5.2.2.1 Общие положения

Установлено пять процедур смешения, процедура с использованием лабораторного закрытого резиносмесителя является предпочтительной:

- метод A1: одностадийное смешение в лабораторном закрытом резиносмесителе;
- метод A2: двухстадийное смешение в лабораторном закрытом резиносмесителе на начальной и завершающей стадии смешения;
- метод B: двухстадийное смешение в лабораторном закрытом резиносмесителе на начальной стадии и на вальцах на завершающей стадии.

Лабораторные закрытые резиносмесители небольшого объема не обеспечивают получения достаточного количества смеси для окончательного смешения на вальцах, поскольку масса загрузки в четыре раза превышает массу, указанную в рецептуре. В таких случаях для конечного смешения следует использовать лабораторный закрытый резиносмеситель. Начальную температуру в камере смесителя или массу загрузки можно отрегулировать так, чтобы конечная температура выгружаемой смеси не превышала 120 °C.

— методы C1 и C2: смешение на вальцах.

ПРИМЕЧАНИЕ 1 При использовании этих процедур могут быть получены разные результаты.

ПРИМЕЧАНИЕ 2 Смешивать на вальцах бутадиеновые каучуки растворной полимеризации труднее, чем другие каучуки, поэтому смешение лучше выполнять в закрытом резиносмесителе. Для некоторых типов бутадиенового каучука невозможно получить качественную смесь, используя процедуру смешения на вальцах.

**5.2.2.2 Метод A1 — Одностадийное смешение в лабораторном закрытом резиносмесителе**

Для лабораторного закрытого резиносмесителя номинальным объемом от 65 см<sup>3</sup> и до приблизительно 2 000 см<sup>3</sup> масса загрузки должна равняться номинальному объему резиносмесителя в кубических сантиметрах, умноженному на плотность смеси. При приготовлении серии идентичных смесей для каждой загрузки смешиваемых ингредиентов рабочие режимы лабораторного закрытого резиносмесителя должны быть одинаковыми. На начальной стадии приготовления каждой серии смесей для испытаний ингредиенты, подлежащие обработке при соответствующих режимах, должны смешиваться по той же рецептуре, что и испытываемые смеси. После выгрузки одной смеси и перед последующей загрузкой закрытый лабораторный резиносмеситель должен быть охлажден до заданной температуры (60 °C считается подходящей температурой). Режим контроля температуры не должен меняться в процессе смешения серии смесей.

Техника смешения должна быть такой, чтобы получить хорошее диспергирование всех ингредиентов.

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

ПРИМЕЧАНИЕ 1 Можно рекомендовать режимы смешения, приведенные в Таблице A.7 для закрытых лабораторных резиносмесителей разного объема.

ПРИМЕЧАНИЕ 2 Обычная процедура смешения в закрытом лабораторном резиносмесителе заключается в следующем:

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/605d9ead-bd1b-4a39-8708-df7621629c86/iso-2476-2014>

	Время обработки (мин)	Общее время (мин)
a) Загружают каучук в камеру. Опускают затвор.	—	—
b) Пластицируют каучук.	1,0	1,0
c) Поднимают затвор и вводят оксид цинка, масло, стеариновую кислоту и половину технического углерода. Затем очищают горловину смесителя и опускают затвор.	1,0	2,0
d) Поднимают затвор и вводят TBBS, серу и оставшуюся часть технического углерода. Затем очищают горловину смесителя и опускают затвор.	1,0	3,0
e) Проводят смешение загруженной смеси.	6,0	9,0
f) Отключают двигатель, поднимают затвор, извлекают или открывают камеру для смешения и выгружают смесь. Регистрируют максимальную температуру смеси.		

Для некоторых типов смесителей необходимо повернуть роторы, чтобы выгрузить смесь.

Сразу же после выгрузки из смесителя пропускают смесь на вальцах один раз при зазоре между валками 0,5 мм, затем два раза - при зазоре 3,0 мм при температуре поверхности валков  $50\text{ °C} \pm 5\text{ °C}$ .

Определяют и записывают массу смеси. Если она отличается от теоретического значения более 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. Перед испытаниями кондиционируют образец для испытаний от 2 ч до 24 ч, по возможности при стандартной температуре и влажности в соответствии с ISO 23529.

Если требуется, листуют смесь до толщины приблизительно 2,2 мм для подготовки пластин для испытаний или до требуемой толщины для подготовки образцов в форме колец по ISO 37. Чтобы получить каландровый эффект, пропускают четыре раза сложенную вдвое по длине пластину в том же направлении на вальцах при зазоре между валками 2,1 мм и 2,5 мм и температуре поверхности валков  $50\text{ °C} \pm 5\text{ °C}$ .

### 5.2.2.3 Метод A2 — Двухстадийное смешение в лабораторном закрытом резиносмесителе на начальной и завершающей стадиях смешения

#### 5.2.2.3.1 Стадия 1 — Процедура начального смешения

См. 5.2.2.2.

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

ПРИМЕЧАНИЕ Обычная процедура начального смешения в лабораторном резиносмесителе закрытого типа заключается в следующем:

	Время обработки (мин)	Общее время (мин)
a) Регулируют температуру до $50\text{ °C} \pm 5\text{ °C}$ , а также скорость вращения ротора и давление затвора лабораторного резиносмесителя закрытого типа так, чтобы смесь выгружалась при условиях, указанных в е). Закрывают дверцу загрузки, включают двигатель и поднимают затвор.	—	—
b) Загружают половину каучука, затем вводят оксид цинка, технический углерод, масло (для каучука BR, не наполненного маслом), стеариновую кислоту и остаток каучука. Опускают затвор.	0,5	0,5
c) Проводят смешение загруженной смеси.	3,0	3,5
d) Поднимают затвор и очищают горловину смесителя и верхнюю часть затвора. Опускают затвор.	0,5	4,0
e) Выгружают смесь при температуре $170\text{ °C}$ или по истечении общего времени смешения 6 мин, в зависимости от того, что произойдет быстрее.	2,0	6,0

Непосредственно после выгрузки пропускают смесь три раза на лабораторных вальцах при зазоре между валками 5,0 мм и температуре поверхности валков  $50\text{ °C} \pm 5\text{ °C}$ . Проводят контрольное взвешивание смеси в соответствии с ISO 2393. Если масса смеси отличается от теоретического значения более чем на + 0,5 % или – 1,5 %, смесь бракуют и повторяют смешение.

**5.2.2.3.2 Стадия 2 — Процедура завершающего смешения**

Техника смешения должна быть такой, чтобы получить хорошее диспергирование всех ингредиентов.

Конечная температура смеси не должна превышать 120 °С. Если необходимо, регулируют массу загрузки или начальную температуру в камере смесителя так, чтобы это требование выполнялось.

**ПРИМЕЧАНИЕ** Обычная процедура завершающего смешения в закрытом лабораторном резиносмесителе заключается в следующем.

	Время обработки (мин)	Общее время (мин)
a) Охлаждают закрытый резиносмеситель до температуры 40 °С ± 5 °С, используя водяное охлаждение роторов. Включают двигатель и поднимают затвор.	—	—
b) Оставляют водяное охлаждение и отключают подачу пара. Вводят всю серу и TBBS в половину маточной смеси каучука и загружают в резиносмеситель. Добавляют оставшуюся часть маточной смеси. Опускают затвор.	0,5	0,5
c) Проводят смешение смеси до достижения температуры 110 °С или общего времени 3 мин, в зависимости от того, что произойдет быстрее.	2,5	3,0

iTeh STANDARD PREVIEW  
(standards.itih.ai)

Сразу же после выгрузки пропускают смесь на лабораторных вальцах при зазоре между валками 0,8 мм и температуре 50 °С ± 5 °С.

Пропускают шесть раз свернутую в рулон смесь перпендикулярно поверхности валков.

Листуют смесь до толщины примерно 6 мм. Выполняют контрольное взвешивание смеси в соответствии с ISO 2393. Если масса смеси отличается от теоретического значения более чем на +0,5 % или -1,5 %, смесь бракуют и проводят повторное смешение. Отбирают достаточное количество материала для испытаний на реометре.

Листуют смесь до толщины примерно 2,2 мм для подготовки пластин для испытаний или до требуемой толщины для подготовки образцов в форме колец по ISO 37.

**5.2.2.4 Метод В — Двухстадийное смешение в лабораторном закрытом резиносмесителе на начальной стадии и на вальцах - на завершающей стадии**

**5.2.2.4.1 Стадия 1 — Процедура начального смешения**

Поступают в соответствии с 5.2.2.3.1.

**5.2.2.4.2 Стадия 2 — Процедура завершающего смешения на вальцах**

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

При смешении в зазоре между валками следует поддерживать хорошо обрабатываемый запас смеси. Если при установленном зазоре, как указано ниже, этого не достигается, регулируют зазор между валками.

	Время обработки (мин)	Общее время (мин)
a) Устанавливают и поддерживают температуру поверхности валков $35\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$ и зазор между валками 1,5 мм. Вальцуют с образованием шкурки маточной смеси на переднем валке.	1,0	1,0
b) Медленно вводят серу и TBBS в смесь. Собирают весь материал, просыпавшийся на поддон вальцов, и вводят в смесь.	1,0	2,0
c) Делают по шесть подрезов на 3/4 валка с каждой стороны.	1,5	3,5
d) Срезают смесь с вальцов. Устанавливают зазор между валками 0,8 мм и пропускают шесть раз свернутую в рулон смесь перпендикулярно поверхности валков.	1,5	5,0
e) Листуют смесь до толщины примерно 6 мм. Выполняют контрольное взвешивание смеси в соответствии с ISO 2393. Если масса смеси отличается от теоретического значения более чем на + 0,5 % или – 1,5 %, смесь бракуют и проводят повторное смешение. Отбирают достаточное количество материала для испытаний на реометре.		
f) Листуют смесь до толщины приблизительно 2,2 мм для подготовки пластин для испытаний или до требуемой толщины для подготовки образцов в форме колец по ISO 37.		

## iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

### 5.2.2.5 Методы C1 и C2 . Процедура смешения на вальцах

#### 5.2.2.5.1 Общие положения

Бутадиеновые каучуки растворной полимеризации трудно обрабатывать на вальцах. Методы A1, A2 и B, которые обеспечивают лучшее диспергирование ингредиентов, являются предпочтительными. Если лабораторный резиносмеситель закрытого типа отсутствует, можно использовать процедуру смешения на вальцах:

- метод C1, который можно использовать для всех бутадиеновых каучуков растворной полимеризации, маслonaполненных или не наполненных маслом;
- метод C2, который применим только для каучуков, не наполненных маслом, но обеспечивает более легкое смешение и лучшее диспергирование ингредиентов.

При использовании методов C1 и C2 не всегда получают одинаковые результаты для не наполненных маслом бутадиеновых каучуков растворной полимеризации. Поэтому при перекрестной лабораторной проверке или при проведении серии оценок необходимо использовать во всех случаях одну и ту же процедуру.

#### 5.2.2.5.2 Метод C1

Масса загрузки в граммах для стандартных лабораторных вальцов должна в три раза превышать массу, указанную в рецептуре (т.е.  $3 \times 182,40\text{ г} = 547,20\text{ г}$  или  $3 \times 167,40\text{ г} = 502,20\text{ г}$ ). Регулируют режим охлаждения валков, чтобы поддерживать температуру  $35\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$  в процессе смешения.

При смешении в зазоре между валками следует поддерживать хорошо обрабатываемый запас смеси. Если при установленном зазоре, как указано ниже, этого не достигается, регулируют зазор между валками.