

---

---

**Каучук этилен-пропилен-диеновый  
(EPDM). Методы оценки**

*Rubber, ethylene-propylene-diene (EPDM) — Evaluation procedure*

iTeh STANDARD PREVIEW  
(standards.itech.ai)

ISO 4097:2014

<https://standards.itech.ai/catalog/standards/sist/3f346f26-d8a5-4d33-9849-c07b8f2c0924/iso-4097-2014>

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



Ссылочный номер  
ISO 4097:2014(R)

iTeh STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)

ISO 4097:2014

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/3f346f26-d8a5-4d33-9849-c07b8f2c0924/iso-4097-2014>



**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 и подготовка проб для проведения испытаний .....</b>	<b>2</b>
<b>4 Физические и химические методы испытаний каучука .....</b>	<b>2</b>
4.1 Вязкость по Муни.....	2
4.2 Летучие вещества.....	2
4.3 Зола .....	2
<b>5 Приготовление резиновых смесей для оценки каучуков .....</b>	<b>2</b>
5.1 Стандартные рецептуры.....	2
5.2 Оборудование и процедуры .....	3
5.3 Процедуры смешения .....	3
<b>6 Оценка вулканизационных характеристик на реометре .....</b>	<b>9</b>
6.1 Использование реометра с колеблющимся диском.....	9
6.2 Использование безроторного реометра.....	9
<b>7 Оценка упругопрочностных свойств вулканизатов при растяжении .....</b>	<b>9</b>
<b>8 Прецизионность .....</b>	<b>10</b>
<b>9 Протокол испытаний .....</b>	<b>10</b>
<b>Приложение А (информативное) Прецизионность .....</b>	<b>11</b>
<b>Приложение В (информативное) Стандартные процедуры, приведенные в ISO 4097:2007 .....</b>	<b>15</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 4097:2014

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 4097:2007), которое подверглось техническому пересмотру со следующими изменениями:

- добавлены новые стандартные рецептуры для оценки этилен-пропилен-диеновых (EPDM) каучуков (Таблица 1);
- удален тетраметилтиурамдисульфид (TMTD) из стандартных рецептур;
- изменены процедуры смешения (5.3): включено двухстадийное смешение в лабораторном закрытом резиносмесителе;
- добавлено положение о том, что одностадийное смешение является предпочтительным (5.3.1);
- добавлены новые данные о прецизионности в новом информативном Приложении А;
- стандартные рецептуры и данные о прецизионности, приведенные в пятом издании (ISO 4097:2007), были перенесены в новое информационное Приложение В;

- добавлено положение в Приложении В, которое объясняет, что стандартные рецептуры, приведенные в пятом издании (ISO 4097:2007), сохраняются в силе на срок пять лет до проведения следующего систематического пересмотра.

iTeh STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)

[ISO 4097:2014](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/3f346f26-d8a5-4d33-9849-c07b8f2c0924/iso-4097-2014)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/3f346f26-d8a5-4d33-9849-c07b8f2c0924/iso-4097-2014>

# Каучук этилен-пропилен-диеновый (EPDM). 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 этилен-пропилен-диеновых (EPDM) каучуков, включая маслonaполненные каучуки.

## 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).

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/3f346f26-d8a5-4d33-9849-c07b8f2c0924/iso->

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

ISO 247, *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 и подготовка проб для проведения испытаний

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 3.2 (без вальцевания).

Если требуется вальцевание, поддерживают температуру поверхности валков на уровне  $50\text{ °C} \pm 5\text{ °C}$  (для каучуков с низким значением вязкости по Муни возможно вальцевание при температуре  $35\text{ °C} \pm 5\text{ °C}$ ). Информацию о вальцевании указывают в протоколе испытаний.

Результат записывают как ML(1 + 4) при температуре  $125\text{ °C}$ , если между заинтересованными сторонами не была согласована другая температура испытаний ( $100\text{ °C}$  или  $150\text{ °C}$ ) и/или время проведения испытаний (1 + 8) мин.

#### 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 методом А или В ISO 247.

### 5 Приготовление резиновых смесей для оценки каучуков

#### 5.1 Стандартные рецептуры

В Таблице 1 приведены стандартные рецептуры для приготовления резиновых смесей.

- a) рецептура 1 применима для EPDM каучуков, не наполненных маслом, с номинальным содержанием этилена не более 67 % по массе;
- b) рецептура 2 применима для EPDM каучуков, не наполненных маслом, с номинальным содержанием этилена равным или более 67 % по массе;
- c) рецептура 3 применима для EPDM каучуков, не наполненных маслом, с низким значением вязкости по Муни;
- d) рецептура 4 применима для маслонеполненных EPDM каучуков, содержащих 50 или менее массовых частей масла на 100 массовых частей каучука;
- e) рецептура 5 применима для маслонеполненных EPDM каучуков, содержащих более 50, но менее 80 массовых частей масла на 100 массовых частей каучука;
- f) рецептура 6 применима для маслонеполненных EPDM каучуков, содержащих 80 или более массовых частей масла на 100 массовых частей каучука.

Для приготовления смесей должны использоваться национальные или международные стандартные образцы, если стандартные образцы отсутствуют, используют материалы, согласованные между заинтересованными сторонами.

Таблица 1 — Стандартные рецептуры резиновых смесей для оценки EPDM каучуков

Материал	Рецептура					
	1	2	3	4	5	6
Массовые части						
Каучук EPDM	100,00	100,00	100,00	100,00 + x <sup>a</sup>	100,00 + y <sup>b</sup>	100,00 + z <sup>c</sup>
Стеариновая кислота	1,00	1,00	1,00	1,00	1,0	1,00
Технический углерод <sup>d</sup>	80,00	100,00	40,00	80,00	80,00	150,00
Масло ASTM, тип 103	50,00	75,00	—	50,00 – x <sup>a</sup>	—	—
Оксид цинка	5,00	5,00	5,00	5,00	5,00	5,00
Сера	1,50	1,50	1,50	1,50	1,50	1,50
N-Циклогексил-2-меркаптобензотиазил-сульфенамид (CBS)	3,5	3,5	3,5	3,5	3,5	3,5
Меркаптобензотиазол (МБТ)	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0
Всего	242,00	287,00	152,00	242,00	192,00 + y <sup>b</sup>	262,00 + z <sup>c</sup>

<sup>a</sup> x - количество массовых частей масла на 100 массовых частей исходного каучука для типа с содержанием масла 50 или менее массовых частей.  
<sup>b</sup> y - количество массовых частей масла, на 100 массовых частей исходного каучука для типа с содержанием масла более 50, но менее 80 массовых частей.  
<sup>c</sup> z - количество массовых частей масла, на 100 массовых частей исходного каучука для типа с минимальным содержанием масла 80 массовых частей.  
<sup>d</sup> Используют очередную партию контрольного промышленного технического углерода (IRB).  
<sup>e</sup> Данное масло плотностью 0,92 г/см<sup>3</sup>. Допускается использовать другие масла, но при этом могут быть получены другие результаты. Масло ASTM, тип 103 – пример подходящего продукта, имеющегося в распоряжении. Оно производится компанией Sun Refining and Marketing Company, дистрибьютор R.E. Carroll, Inc., 1570 North Olden Avenue Ext, Trenton, NJ 08638, USA. Зарубежные заказы следует направлять в компанию Sunoco Overseas, Inc., 1801 Market Street, Philadelphia, PA 19103-1699, USA. Эта информация дается только для удобства пользователей данного стандарта и не указывает на предпочтение со стороны ISO в отношении названного продукта.

## 5.2 Оборудование и процедуры

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

## 5.3 Процедуры смешения

### 5.3.1 Общие положения

Установлено четыре альтернативных процедуры смешения.

- Метод А1: одностадийное смешение в лабораторном закрытом резиносмесителе (LIM), который является предпочтительным.
- Метод А2: двухстадийное смешение в резиносмесителе LIM.
- Метод А3: двухстадийное смешение в резиносмесителе LIM на начальной стадии и на вальцах на завершающей стадии.
- метод В: смешение на вальцах.



Смешение этилен-пропилен-диеновых каучуков по стандартным рецептурам на вальцах выполнить труднее, чем смешение других каучуков, при использовании резиносмесителя LIM получают лучшие результаты. В связи с затруднениями смешения EPDM каучуков на вальцах метод В рекомендуется использовать только при отсутствии резиносмесителя LIM.

**5.3.2 Смешение в лабораторном закрытом резиносмесителе (LIM) для методов A1, A2 и A3**

**5.3.2.1 Общие положения**

Техника смешения для каждого метода может изменяться таким образом, чтобы получить хорошее диспергирование всех ингредиентов. 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 температуры 60 °C. Режим контроля температуры не должен меняться в процессе смешения серии смесей.

**5.3.2.2 Метод A1 — Одностадийное смешение в резиносмесителе LIM**

Конечная температура выгружаемой по завершении процесса смешения смеси не должна превышать 120 °C. Если необходимо, регулируют массу загрузки, температуру в камере резиносмесителя или скорость вращения ротора так, чтобы удовлетворить это требование.

Смешиваемые материалы, кроме каучука, технического углерода и масла могут быть точно и с большей легкостью добавлены в загрузку резиносмесителя LIM, если они были предварительно смешаны вместе в соотношениях, установленных в рецептуре. Такие смеси могут быть приготовлены с использованием ступки и пестика, путем смешения в течение 10 мин в двухконусном смесителе с усиливающим вращение стержнем или путем смешения в смесителе в течение пяти периодов по 3 с каждый и оскребки внутренней поверхности смесителя для удаления частиц, прилипших к боковым поверхностям, после каждого периода смешения в течение 3 с. Было установлено, что смеситель Waring<sup>1)</sup> подходит для этого метода.

**Предупреждение — Если смешение длится более 3 с, стеариновая кислота может расплавиться, что будет препятствовать хорошему диспергированию.**

ПРИМЕЧАНИЕ Процедура смешения для резиносмесителя LIM заключается в следующем:

	Время обработки (мин)	Общее время (мин)
a) Загружают каучук, опускают затвор и проводят пластицирование.	1,0	1,0
b) Поднимают затвор и вводят предварительно смешанные оксид цинка, серу, стеариновую кислоту и ускорители, принимая меры предосторожности, чтобы избежать потерь. Затем добавляют технический углерод и масло, очищают горловину смесителя и опускают затвор.	1,0	2,0
c) Проводят смешение загруженной смеси.	7,0	9,0
-----		
Общее время (макс)		9,0

<sup>1)</sup> Эта информация дается только для удобства пользователей данного стандарта и не указывает на предпочтение со стороны ISO в отношении названного продукта.

- d) Отключают двигатель, поднимают затвор, извлекают камеру для смешения и выгружают смесь. Регистрируют максимальную температуру смеси.
- e) Сразу же после выгрузки из смесителя пропускают смесь на лабораторных вальцах при зазоре между валками 0,8 мм и температуре поверхности валков  $50\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$ .
- f) Пропускают шесть раз свернутую в рулон смесь перпендикулярно поверхности валков.
- g) Листуют смесь до толщины примерно 6 мм. Выполняют контрольное взвешивание смеси (см. ISO 2393). Если масса смеси отличается от теоретического значения более чем на  $-1,5\%$  или  $+0,5\%$ , смесь бракуют и проводят повторное смешение.
- h) Отбирают достаточное количество материала для испытаний на реометре.
- i) 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.
- j) После смешения выдерживают смесь от 30 мин до 24 ч по возможности при стандартной температуре и влажности в соответствии с ISO 23529.

### 5.3.2.3 Метод A2 — Двухстадийное смешение в лабораторном закрытом резиносмесителе (LIM)

#### 5.3.2.3.1 Процедура начального смешения

	Время обработки (мин)	Общее время (мин)
a) Регулируют температуру закрытого резиносмесителя так, чтобы была достигнута конечная температура смеси $150\text{ }^{\circ}\text{C}$ примерно через 5 мин. Закрывают дверцу загрузки, устанавливают скорость вращения ротора 8 рад/с (77 об/мин), включают ротор и поднимают затвор.	0	0
b) Загружают каучук, оксид цинка, технический углерод, масло и стеариновую кислоту. Опускают затвор.	0,5	0,5
c) Проводят смешение загруженной смеси.	2,5	3,0
d) Поднимают затвор и очищают горловину смесителя и верхнюю часть затвора. Опускают затвор.	0,5	3,5
e) Выгружают смесь, когда температура достигнет $150\text{ }^{\circ}\text{C}$ или через 5 мин, в зависимости от того, что произойдет быстрее.	макс. 1,5	5,0
	-----	
	Общее время (макс.)	5,0
f) Сразу же пропускают смесь три раза на лабораторных вальцах при зазоре между валками 2,5 мм и температуре поверхности валков $50\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$ . Проводят контрольное взвешивание смеси (см. ISO 2393). Если масса смеси отличается от теоретического значения более чем на $-1,5\%$ или $+0,5\%$ , смесь бракуют и повторяют смешение.		
g) После смешения выдерживают смесь от 30 мин до 24 ч по возможности при стандартной температуре и влажности в соответствии с ISO 23529.		

## 5.3.2.3.2 Процедура завершающего смешения

	Время обработки (мин)	Общее время (мин)
a) Устанавливают температуру камеры и роторов $40\text{ °C} \pm 5\text{ °C}$ . Закрывают дверцу загрузки, включают ротор со скоростью вращения 8 рад/с (77 об/мин) и поднимают затвор.	0	0
b) Загружают половину смеси, приготовленной по 5.3.2.3.1, ускорители и серу, затем загружают оставшуюся половину смеси. Опускают затвор.	0,5	0,5
c) Проводят смешение смеси до достижения температуры $110\text{ °C}$ или общего времени 2 мин, в зависимости от того, что произойдет быстрее. Выгружают смесь.	макс. 1,5	2,0
-----		
	Общее время (макс.)	2,0
d) Сразу же после выгрузки пропускают смесь на лабораторных вальцах при зазоре между валками 0,8 мм и температуре поверхности валков $50\text{ °C} \pm 5\text{ °C}$ .		
e) Пропускают шесть раз свернутую в рулон смесь перпендикулярно поверхности валков.		
f) Листуют смесь до толщины примерно 6 мм. Выполняют контрольное взвешивание смеси (см. ISO 2393). Если масса смеси отличается от теоретического значения более чем на $-1,5\%$ , или $+0,5\%$ смесь бракуют и проводят повторное смешение.		
g) Отбирают достаточное количество материала для испытаний на реометре.		
h) 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.		
ii) После смешения выдерживают смесь от 30 мин до 24 ч по возможности при стандартной температуре и влажности в соответствии с ISO 23529.		

## 5.3.2.4 Метод А.3 — Двухстадийное смешение в лабораторном закрытом резиносмесителе (LIM) на начальной стадии и на вальцах - на завершающей стадии

## 5.3.2.4.1 Стадия 1 — Процедура начального смешения

	Время обработки (мин)	Общее время (мин)
a) Регулируют температуру закрытого резиносмесителя так, чтобы была достигнута конечная температура $150\text{ °C}$ примерно через 5 мин. Закрывают дверцу загрузки, устанавливают скорость вращения ротора 8 рад/с (77 об/мин), включают ротор и поднимают затвор.	0	0
b) Загружают каучук, оксид цинка, технический углерод, масло и стеариновую кислоту. Опускают затвор.	0,5	0,5
c) Проводят смешение загруженной смеси.	2,5	3,0
d) Поднимают затвор и очищают горловину смесителя и верхнюю часть затвора. Опускают затвор.	0,5	3,5