
**Каучук изобутилен-изопреновый (IIR).
Методы оценки**

Isobutene-isoprene rubber (IIR) — Evaluation procedure

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 2302:2014

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c0d11662-e215-4402-aa34-5d6043ced72d/iso-2302-2014>

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



Ссылочный номер
ISO 2302:2014(R)

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 2302:2014

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c0d11662-e215-4402-aa34-5d6043ced72d/iso-2302-2014>



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
Web www.iso.org

Опубликовано в Швейцарии

Содержание

Страница

Предисловие	iv
1 Область применения	1
2 Нормативные ссылки	1
3 Отбор проб и дальнейшие подготовительные процедуры	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 изобутилен-изопреновых каучуков	2
5.1 Стандартные рецептуры	2
5.2 Процедура	3
6 Оценка вулканизационных характеристик на реометре	8
6.1 Использование реометра с колеблющимся диском	8
6.2 Использование безроторного реометра	8
7 Оценка упругопрочностных свойств вулканизатов при растяжении	8
8 Прецизионность	9
9 Протокол испытаний	9
Приложение А (информативное) Прецизионность	10
Библиография	12

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).

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).

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.

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 индикатор 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 2302:2005), которое подверглось техническому пересмотру со следующими изменениями:

- обновлен Раздел 2.
- в 4.2, сейчас разрешен метод, приведенный в ISO 248-2.
- в 5.2.2.1, добавлено положение о том, что процедура смешения в лабораторном закрытом резиносмесителе является предпочтительной. Формулировка метода В становится такой: «одностадийное смешение в лабораторном закрытом резиносмесителе».
- в 5.2.2.2, исключена альтернативная процедура с использованием массы загрузки в два раза превышающей массу, указанную в рецептуре.
- в 5.2.2.3, рекомендация относительно смешения в лабораторном закрытом резиносмесителе разных объемов приведена в общей процедуре смешения.
- в Приложении А, использованы данные о прецизионности, приведенные в ASTM D3188-95.

Каучук изобутилен-изопреновый (IIR). 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 всех типов изобутилен-изопреновых (IIR) каучуков.

2 Нормативные ссылки

Следующие ссылочные нормативные документы, частично или полностью, являются обязательными при применении данного документа. Для датированных ссылок применяется только цитируемое 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, *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 Отбор проб из партии должен соответствовать требованиям ISO 1795.
- 3.2 Отбирают лабораторную пробу массой примерно 1,5 кг методом, описанным в ISO 1795.
- 3.3. Готовят пробы для испытания в соответствии с ISO 1795.

4 Физические и химические методы испытаний каучука

4.1 Вязкость по Муни

Готовят пробу для испытания в соответствии с предпочтительной процедурой в ISO 1795, т.е. без вальцевания, отрезая пробу для испытания непосредственно от лабораторной пробы. Проба для испытания по возможности не должна содержать включений воздуха и раковин, которые могут захватывать воздух с поверхности ротора и полуформ.

По согласованию между заинтересованными сторонами или если состояние пробы для испытания (например, чрезмерная пористость) требует ее вальцевания, оно должно выполняться в соответствии с требованиями ISO 1795:2007, 7.3.2.2, параграфы 1 и 2.

Определяют вязкость по Муни в соответствии с ISO 289-1 на этой пробе для испытания как ML(1 + 8) при температуре 125 °C.

4.2 Летучие вещества

Определяют содержание летучих веществ методом горячего вальцевания или методом с использованием термостата, установленными ISO 248-1, или методом, установленным в ISO 248-2.

4.3 Зола

Определяют содержание золы в соответствии с методом А или В ISO 247.

5 Приготовление резиновых смесей для оценки изобутилен-изопреновых каучуков

5.1 Стандартные рецептуры

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

Таблица 1 — Стандартные рецептуры резиновых смесей

Материал	Массовые части
Изобутилен-изопреновый каучук (IIR)	100,00
Стеариновая кислота ^a	1,00
Технический углерод ^b	50,00
Оксид цинка ^a	3,00
Сера ^a	1,75
Тетраметилтиурамдисульфид (TMTD) ^a	1,00
Всего	156,75
^a Должны использоваться порошкообразные материалы (стандартные вулканизирующие ингредиенты, применяемые в промышленности).	
^b Должна использоваться очередная партия контрольного промышленного технического углерода.	

5.2 Процедура

5.2.1 Оборудование и процедуры

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

5.2.2 Процедуры смешения

5.2.2.1 Общие положения

Установлено три альтернативные процедуры смешения, но в соответствии с ISO 2393 процедура смешения в лабораторном закрытом резиносмесителе является предпочтительной.

- метод А: смешение на вальцах;
- Метод В: одностадийное смешение в лабораторном закрытом резиносмесителе (предпочтительная процедура);
- Метод С: двухстадийное смешение в лабораторном закрытом резиносмесителе на начальной стадии и на вальцах на завершающей стадии.

ПРИМЕЧАНИЕ При использовании этих процедур можно не получить идентичные результаты.

5.2.2.2 Метод А — Смешение на лабораторных вальцах

Масса загрузки в граммах для стандартных лабораторных вальцов должна в четыре раза превышать массу, указанную в рецептуре (т.е. $4 \times 156,75 \text{ г} = 627 \text{ г}$). Необходимо поддерживать температуру поверхности валков $45 \text{ °C} \pm 5 \text{ °C}$ 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.

	Время обработки (мин)	Общее время (мин)
a) Вальцуют каучук с образованием шкурки резиновой смеси на вальцах при зазоре между валками 0,65 мм.	1,0	1,0
b) Смешивают технический углерод и стеариновую кислоту, а затем вводят смесь равномерно вдоль валков с постоянной скоростью. Время от времени увеличивают зазор между валками, чтобы поддерживать постоянный запас резиновой смеси на вальцах. После введения всего технического углерода делают подрез на 3/4 валка с каждой стороны. Не срезают смесь с вальцов, пока в обрабатываемом запасе смеси в зазоре или на поверхности валков будет виден технический углерод. Обязательно вводят в смесь весь материал, просыпавшийся на поддон вальцов.	10,0	11,0
c) Добавляют оксид цинка, серу и TMTD.	3,0	14,0
d) Делают поочередно по три подреза на 3/4 валка с каждой стороны.	2,0	16,00
e) Срезают смесь с вальцов. Устанавливают зазор между валками 0,8 мм и пропускают шесть раз свернутую в рулон смесь перпендикулярно поверхности валков.	2,0	18,0
f) Листуют смесь до толщины примерно 6 мм и выполняют контрольное взвешивание смеси (см. ISO 2393). Если масса смеси отличается от теоретического значения более чем на + 0,5 % или – 1,5 %, смесь бракуют и проводят повторное смешение.		
g) Отбирают достаточное количество материала для испытаний на реометре.		
h) Листуют смесь до толщины приблизительно 2,2 мм для подготовки пластин для испытаний или до требуемой толщины для подготовки образцов в форме колец или двухсторонней лопатки по ISO 37.		
i) После смешения выдерживают смесь по меньшей мере 2 ч, но не более 24 ч по возможности при стандартной температуре и влажности в соответствии с ISO 23529.		

5.2.2.3 Метод В — Одностадийное смешение в лабораторном закрытом резиносмесителе

Для лабораторного закрытого резиносмесителя номинальным объемом от 65 см³ и до приблизительно 2 000 см³ 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 испытуемые смеси. После выгрузки одной смеси и перед последующей загрузкой закрытый лабораторный резиносмеситель должен быть охлажден до температуры 60 °С. 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 °С. Если необходимо, регулируют массу загрузки или начальную температуру в камере смесителя так, чтобы удовлетворить это требование.

Смешиваемые материалы, кроме каучука и технического углерода могут быть точно и с большей легкостью добавлены в загрузку резиносмесителя, если они были предварительно смешаны вместе в соотношениях, установленных в рецептуре. Такие смеси могут быть приготовлены с использованием следующих устройств:

- ступки и пестика;
- двухконусного смесителя (смешение в течение 10 мин в с усиливающим вращение стержнем);
- смесителя (смешение в течение пяти периодов по 3 с каждый и оскребка внутренней поверхности смесителя для удаления частиц, прилипших к боковым поверхностям, после каждого периода смешения в течение 3 с) (Было установлено, что смеситель Waring подходит для этого метода).

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

Процедура смешения в лабораторном закрытом резиносмесителе заключается в следующем:

	Время обработки (мин)	Общее время (мин)
a) Загружают каучук, опускают затвор и проводят пластицирование каучука.	0,5	0,5
b) Поднимают затвор и вводят оксид цинка, серу, стеариновую кислоту и TMTD, принимая меры предосторожности, чтобы избежать потерь. Затем добавляют технический углерод. Очищают горловину смесителя и опускают затвор.	1,0	1,5
c) Проводят смешение загруженной смеси.	2,0	3,5
d) Поднимают затвор, очищают горловину смесителя и верхнюю часть затвора, а затем опускают затвор.	0,5	4,0
e) Проводят смешение загруженной смеси.	1,0	5,0
f) Выгружают смесь и сразу же проверяют температуру смеси с помощью соответствующего измерительного прибора.		
g) Конечная температура выгруженной смеси после общего времени смешивания в течение 5 мин не должна превышать 120 °C. Если температура выше, отбраковывают загрузку и повторяют процедуру с другой массой загрузки или другой начальной температурой.		
h) Дважды пропускают смесь на лабораторных вальцах при температуре поверхности валков 50 °C ± 5 °C и зазоре между валками 3,0 мм.		
i) Выполняют контрольное взвешивание смеси (см. ISO 2393) и регистрируют результат. Если масса смеси отличается от теоретического значения более чем на + 0,5 % или – 1,5 %, смесь бракуют и проводят повторное смешение.		
j) Вырезают образец для определения вулканизационных характеристик в соответствии с ISO 3417 или ISO 6502, если необходимо. Перед проведением испытания кондиционируют образец от 2 ч до 24 ч при температуре 23 °C ± 3 °C.		

- к) Если необходимо, листуют смесь до толщины приблизительно 2,2 мм для подготовки пластин для испытаний или до требуемой толщины для подготовки образцов в форме колец или двухсторонней лопатки по ISO 37. Чтобы получить каландровый эффект, пропускают сложенную пластину четыре раза на вальцах при соответствующем зазоре между валками и температуре поверхности валков $50\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$. Охлаждают на плоской сухой поверхности.
- л) После смешения и перед вулканизацией выдерживают смесь по меньшей мере 2 ч, но не более 24 ч по возможности при стандартной температуре и влажности в соответствии с ISO 23529.

Установлено, что для миниатюрного закрытого резиносмесителя с номинальным объемом смешивания 65 см^3 применима масса загрузки, соответствующая массе, указанной в рецептуре, умноженной на 0,47 (т.е. $0,47 \times 156,75 = 73,67\text{ г}$).

Смешение в миниатюрном закрытом резиносмесителе проводят при температуре камеры $60\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 3\text{ }^{\circ}\text{C}$ и начальной скорости вращения (ненагруженного) ротора от 6,3 рад/с до 6,6 рад/с (от 60 об/мин до 63 об/мин).

Готовят резиновую смесь, пропуская ее один раз на лабораторных вальцах при температуре поверхности валков $50\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$ и зазоре между валками 0,5 мм. Нарезают полученную пластину на полоски шириной 25 мм.

Установлено, что для закрытого резиносмесителя с номинальным объемом смешивания $1170\text{ см}^3 \pm 40\text{ см}^3$ применима масса загрузки, соответствующая массе ($8,5 \times 156,75\text{ г} = 1332\text{ г}$).

Скорость вращения быстрого ротора должна быть установлена в диапазоне от 7 рад/с до 8 рад/с (от 67 об/мин до 87 об/мин).

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

5.2.2.4.1 Общие положения

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

Температура выгружаемой по завершении процесса смешения смеси должна составлять от $150\text{ }^{\circ}\text{C}$ до $170\text{ }^{\circ}\text{C}$. Если необходимо, регулируют массу загрузки или начальную температуру в камере резиносмесителя так, чтобы удовлетворить это требование.

При завершающем 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.

Общая процедура смешения в лабораторном закрытом резиносмесителе приводится в 5.2.2.4.2. и 5.2.2.4.3.

5.2.2.4.2 Стадия 1 — Процедура начального смешения

	Время обработки (мин)	Общее время (мин)
а) Регулируют температуру закрытого резиносмесителя так, чтобы начальная температура составляла $50\text{ }^{\circ}\text{C}$. Закрывают дверцу загрузки, включают роторы и поднимают затвор.		
б) Загружают каучук, опускают затвор и пластицируют каучук.	0,5	0,5