
**Каучук бутадиен-стирольный
(маточные смеси, наполненные
техническим углеродом или
техническим углеродом и маслом).
Методы оценки**

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

*Styrene-butadiene rubber (carbon black or carbon black and oil
masterbatches) — Evaluation procedure*

ISO 4659:2014

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/8b310967-6d04-4df8-a0f4-3ddb95949fcf/iso-4659-2014>

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



Ссылочный номер
ISO 4659:2014(R)

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 4659:2014

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/8b310967-6d04-4df8-a0f4-3ddb95949fcf/iso-4659-2014>



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	2
5.1 Стандартные рецептуры.....	2
5.2 Процедура.....	2
6 Оценка вулканизационных характеристик на реометре	5
6.1 Использование реометра с колеблющимся диском	5
6.2 Использование безроторного реометра	6
7 Оценка упругопрочностных свойств вулканизатов при растяжении	6
8 Прецизионность	6
9 Протокол испытаний	6
Приложение А (информативное) Прецизионность	8
Библиография.....	10

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.

ISO 4659:2014

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 4659:2003), 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 5.2.2.3, рекомендация относительно смешения в лабораторном закрытом резиносмесителе разных объемов приведена в общей процедуре смешения.

Каучук бутадиен-стирольный (маточные смеси, наполненные техническим углеродом или техническим углеродом и маслом). 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 маточных смесей бутадиен-стирольных каучуков, наполненных техническим углеродом или техническим углеродом и маслом.

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, *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 11235, *Ингредиенты резиновой смеси. Сульфенамидные ускорители. Методы испытаний*

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.

Если требуется вальцевание, поддерживают температуру поверхности валков на уровне $35\text{ °C} \pm 5\text{ °C}$ и указывают этот факт в протоколе испытаний.

Определяют вязкость по Муни в соответствии с ISO 289-1. Записывают результат как ML(1 + 4) при температуре 100 °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 ISO 247.

5 Приготовление резиновых смесей для оценки

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, используют материалы, согласованные между заинтересованными сторонами.

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

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

- Метод А: смешение на лабораторных вальцах;
- Метод В: одностадийное смешение в лабораторном закрытом резиносмесителе - предпочтительный метод.

Таблица 1 — Стандартные рецептуры для оценки маточных смесей бутадиен-стирольных каучуков

Материал	Массовые части
Маточная смесь	$100 + x^a + y^b$
Оксид цинка	3,00
Сера	1,75
Стеариновая кислота	1,50
ТВBS ^c	1,25
Всего	$107,50 + x + y$

a x количество массовых частей технического углерода на 100 массовых частей каучука в маточной смеси.

b y количество массовых частей масла на 100 массовых частей каучука в маточной смеси.

c N-трет-бутил-2-бензотиазол-2-сульфенамид (ТВBS). 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 и содержание нерастворимого вещества должно проверяться каждые 6 месяцев. Если содержание нерастворимого вещества более 0,75 %, материал должен быть забракован или перекристаллизован.

5.2.2.2 Метод А — Смешение на лабораторных вальцах

Коэффициент массы загрузки для стандартных лабораторных вальцов должен быть выбран с точностью до 0,5, чтобы получить по возможности как можно большую общую массу, которая не превышает 525 г. Необходимо поддерживать температуру поверхности валков $50 \text{ }^\circ\text{C} \pm 5 \text{ }^\circ\text{C}$ 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.

	Время обработки (мин)	Общее время (мин)
a) Вальцуют маточную смесь с образованием шкурки резиновой смеси при зазоре между валками 1,4 мм.	2,0	2,0
b) Вводят медленно и равномерно вдоль валков серу. Обязательно вводят в смесь весь материал, просыпавшийся на поддон вальцов.	2,0	4,0
c) Добавляют стеариновую кислоту. Делают по одному подрезу на 3/4 валка с каждой стороны.	2,0	6,0
d) Добавляют оксид цинка и ТВBS.	3,0	9,0
e) Делают по три подреза на 3/4 валка с каждой стороны.	2,0	11,0
f) Срезают смесь с вальцов. Устанавливают зазор между валками 0,8 мм и пропускают шесть раз свернутую в рулон смесь перпендикулярно поверхности валков.	2,0	13,0
Общее время	13,0	13,0

- g) Листуют смесь до толщины примерно 6 мм и определяют массу 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.
- 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 2 ч до 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 испытываемые 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 маточной смеси 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.

ПРИМЕЧАНИЕ Общая процедура смешения в лабораторном закрытом резиносмесителе заключается в следующем:

	Время обработки (мин)	Общее время (мин)
a) Загружают в камеру смешения маточную смесь, опускают затвор и включают таймер.		
b) Пластицируют маточную смесь.	0,5	0,5

- | | | | |
|----|---|-----|-----|
| c) | Поднимают затвор и вводят предварительно смешанные оксид цинка, серу, стеариновую кислоту и TBBS. Смахивают любые порошкообразные вещества вокруг горловины камеры смесителя, соблюдая осторожность во избежание потерь. Опускают затвор. | 0,5 | 1,0 |
| d) | Проводят смешение загруженной смеси. | 5,0 | 6,0 |
| e) | Отключают роторы, поднимают затвор, открывают камеру для смешения и выгружают смесь. Если требуется, регистрируют максимальную температуру смеси. | | |
| f) | Пропускают смесь на лабораторных вальцах при температуре поверхности валков $50\text{ °C} \pm 5\text{ °C}$ один раз при зазоре между валками 0,5 мм, а затем дважды при зазоре 3 мм. | | |
| g) | Выполняют контрольное взвешивание смеси и записывают массу. Если масса смеси отличается от теоретического значения более чем на + 0,5 % или – 1,5 %, смесь бракуют и проводят повторное смешение. | | |
| h) | После смешения и перед вулканизацией выдерживают смесь от 2 ч до 24 ч по возможности при стандартной температуре и влажности в соответствии с ISO 23529. | | |

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

Готовят маточную смесь, пропуская ее один раз на лабораторных вальцах при температуре поверхности валков $50\text{ °C} \pm 5\text{ °C}$ и таком зазоре между валками, чтобы получить пластину толщиной 5 мм. Нарезают полученную пластину на полоски шириной приблизительно 25 мм.

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

Установлено, что для лабораторного 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).

6 Оценка вулканизационных характеристик на реометре

ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ — При вулканизации возможно образование нитрозаминов.

6.1 Использование реометра с колеблющимся диском

Определяют следующие стандартные параметры испытания:

M_L , M_H за определенное время, t_{s1} , $t'_c(50)$ и $t'_c(90)$

в соответствии с ISO 3417, используя следующие условия испытания:

- частота колебаний: 1,7 Гц (100 циклов в минуту);
- амплитуда колебаний: 1° дуги;
- чувствительность: выбирается для получения смещения не менее 75 % полной шкалы при M_H ;

ПРИМЕЧАНИЕ Для некоторых каучуков невозможно достигнуть смещения 75 %.

- температура полуформ: $160\text{ °C} \pm 0,3\text{ °C}$;
- время предварительного прогрева: не нормируется.

6.2 Использование безроторного реометра

Измеряют следующие стандартные параметры испытания:

F_L , F_{\max} за определенное время, t_{s1} , $t'_c(50)$ и $t'_c(90)$

в соответствии с ISO 6502, используя следующие условия испытания:

- частота колебаний: $1,7\text{ Гц}$ (100 циклов в минуту);
- амплитуда колебаний: $0,5^\circ$ дуги;
- чувствительность: выбирается для получения смещения не менее 75 % полной шкалы при F_{\max} ;

ПРИМЕЧАНИЕ Для некоторых каучуков невозможно достигнуть смещения 75 %.

- температура полуформ: $160\text{ °C} \pm 0,3\text{ °C}$;
- время предварительного прогрева: не нормируется.

7 Оценка упругопрочностных свойств вулканизатов при растяжении

ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ — При вулканизации возможно образование нитрозаминов.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/8b310967-6d04-4df8-a0f4-3ddb95949fcf/iso->

Вулканизуют пластины при температуре 145 °C в течение 25 мин, 35 мин и 50 мин соответственно. Вулканизуют пластины, альтернативно, при температуре 150 °C в течение 20 мин, 30 мин и 50 мин. Три выбранных периода вулканизации должны включать подвулканизацию, оптимальную вулканизацию и предельную степень вулканизации испытываемого материала.

Выдерживают вулканизованные пластины от 16 ч и до 96 ч при стандартной температуре и стандартной влажности, как определено в ISO 23529.

Измеряют упругопрочностные свойства при растяжении в соответствии с ISO 37.

8 Прецизионность

См. Приложение А.

9 Протокол испытаний

Протокол испытаний должен включать следующее:

- а) ссылку на данный международный стандарт (т.е. ISO 4659:2014);
- б) все подробности, необходимые для идентификации пробы;
- в) время и температуру, используемые для определения вязкости по Муни, а также была ли использована процедура вальцевания (и, если использовалась, то ее параметры);