

---

---

**Каучук изобутилен-изопреновый  
галогенированный (BIIR и CIIR).  
Методы оценки**

*Halogenated isobutene-isoprene rubber (BIIR and CIIR) — Evaluation  
procedures*

iTeh STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)

ISO 7663:2014

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/6c652182-a18d-443c-81b1-016612b30fce/iso-7663-2014>

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



Ссылочный номер  
ISO 7663:2014(R)

iTeh STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)

ISO 7663:2014

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/6c652182-a18d-443c-81b1-016612b30fce/iso-7663-2014>



**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 дальнейшие подготовительные процедуры .....</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 .....</b>	<b>2</b>
5.1 Стандартные рецептуры.....	2
5.2 Процедура .....	3
<b>6 Оценка вулканизационных характеристик на реометре .....</b>	<b>6</b>
6.1 Использование реометра с колеблющимся диском.....	6
6.2 Использование безроторного реометра.....	6
<b>7 Оценка упругопрочностных свойств вулканизатов при растяжении.....</b>	<b>6</b>
<b>8 Прецизионность.....</b>	<b>7</b>
<b>9 Протокол испытаний .....</b>	<b>7</b>
<b>Приложение А (информативное) Прецизионность .....</b>	<b>8</b>
<b>Библиография.....</b>	<b>10</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 7663:2014

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 пятое издание отменяет и заменяет четвертое издание (ISO 7663:2005), 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 5.2.2.3, рекомендация относительно смешения в лабораторном закрытом резиносмесителе разных объемов приведена в общей процедуре смешения.

# Каучук изобутилен-изопреновый галогенированный (BIIR и CIIR). 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 галогенированных изобутилен-изопреновых (BIIR и CIIR) каучуков.

## 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 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 без вальцевания в соответствии с предпочтительной процедурой в ISO 1795.

Если вальцевание считают необходимым или из-за состояния лабораторной пробы (например, чрезмерная пористость) или по согласованию между заинтересованными сторонами, вальцевание 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 пробе для испытания, вырезанной из лабораторной пробы, которая не должна содержать включений воздуха и раковин, которые могут захватывать воздух с поверхности ротора и полуформ.

Вязкость должна быть определена как ML(1 + 8) при температуре 125 °C.

#### **4.2 Летучие вещества**

Определяют содержание летучих веществ методом горячего вальцевания, установленным 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**

#### **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.

**Таблица 1 — Стандартные рецептуры резиновых смесей для оценки галогенированных изобутилен-изопреновых каучуков**

Материал	Массовые части
Галогенированный изобутилен-изопреновый каучук (BIIR или CIIR)	100,00
Стеариновая кислота <sup>a, b</sup>	1,00
Технический углерод <sup>c</sup>	40,00
Оксид цинка <sup>a, d</sup>	5,00
Всего	146,00

<sup>a</sup> Используют порошкообразные материалы.  
<sup>b</sup> Стандартный образец стеариновой кислоты установлен в ISO 8312. Используют класс А.  
<sup>c</sup> Используют очередную партию контрольного промышленного технического углерода.  
<sup>d</sup> Стандартный образец оксида цинка установлен в ISO 9298. Используют непрямой (French) процесс.

## 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 две 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.

**ПРИМЕЧАНИЕ** При использовании этих процедур можно не получить идентичные результаты.

#### 5.2.2.2 Метод А (процедура смешения на лабораторных вальцах)

Масса загрузки в граммах для стандартных лабораторных вальцов должна в четыре раза превышать массу, указанную в рецептуре, т.е.  $4 \times 146,00 \text{ г} (= 584 \text{ г})$ . Необходимо поддерживать температуру поверхности валков  $40 \text{ °C} \pm 5 \text{ °C}$  в процессе смешения.

Вулканизация галогенированных изобутилен-изопреновых каучуков оксидом цинка очень чувствительна к воздействию влаги. Поэтому необходимо соблюдать осторожность при кондиционировании технического углерода.

Кондиционируют технический углерод в течение 1 ч при температуре  $125 \text{ °C} \pm 3 \text{ °C}$ . Толщина слоя технического углерода не должна превышать 10 мм. Хранят кондиционированный технический углерод во влагонепроницаемом сосуде.

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.

Смешивают стеариновую кислоту и технический углерод вместе в соответствующем сосуде перед началом смешения.

	Время обработки (мин)	Общее время (мин)
a) Вальцуют каучук с образованием шкурки резиновой смеси на медленном валке при зазоре между валками 0,65 мм.	1,0	1,0
b) Вводят равномерно вдоль валков с постоянной скоростью смесь стеариновой кислоты и технического углерода. Обязательно вводят в смесь весь материал, просыпавшийся на поддон вальцов.	9,5	10,5
c) После введения всей смеси стеариновой кислоты и технического углерода делают по одному подрезу на 3/4 валка с каждой стороны.  Не срезают смесь с вальцов, пока не будет введен весь видимый технический углерод.	0,5	11,0
d) Добавляют оксид цинка.	3,0	14,00
e) После введения всего оксида цинка делают поочередно по три подреза на 3/4 валка с каждой стороны.	2,0	16,0
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	18,0
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 + 0,5 % или – 1,5 %, смесь бракуют и проводят повторное смешение.		
h) 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.		
i) Перед проведением вулканизации и измерений на реометре выдерживают смесь от 2 ч до 24 ч при стандартной температуре и влажности в соответствии с ISO 23529.		

**5.2.2.3 Метод В (процедура одностадийного смешения 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 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.

Кондиционируют технический углерод, как описано в 5.2.2.2.

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



	Время обработки (мин)	Общее время (мин)
a) Сначала загружают стеариновую кислоту, оксид цинка и технический углерод, а затем $\frac{3}{4}$ каучука, опускают затвор и включают таймер.	0,0	0,0
b) Проводят смешение загруженной смеси, поднимают затвор для очистки смесителя, если необходимо. Добавляют оставшуюся часть каучука.	1,5	1,5
c) Проводят смешение загруженной смеси.	3,5	5,0
d) Отключают ротор, поднимают затвор, открывают камеру для смешения и выгружают смесь. Регистрируют максимальную температуру смеси.		
Конечная температура выгружаемой после 5 мин смешения смеси не должна превышать 120 °С. Если необходимо, регулируют массу загрузки или начальную температуру в камере смесителя так, чтобы удовлетворить это требование.		
e) Сразу же после выгрузки из смесителя дважды пропускают смесь на вальцах при температуре поверхности валков 40 °С ± 5 °С и зазоре между валками 3,0 мм или сжимают смесь между двумя стальными плитами с силой 100 кН в течение 5 с при температуре 30 °С ± 5 °С.		
f) 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) Выдерживают смесь от 2 ч до 24 ч при стандартной температуре и влажности в соответствии с ISO 23529. Вырезают образец для испытания для измерений на реометре в соответствии с 6.1 или 6.2.		
h) 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 по ISO 37. Выдерживают смесь в соответствии с вышеуказанным пунктом g).		

Установлено, что для закрытого резиносмесителя с номинальным объемом смешивания 65 см<sup>3</sup> применима масса загрузки, соответствующая массе, указанной в рецептуре, умноженной на 0,48, т.е. 0,48 × 146,00 (= 70,08 г).

Готовят резиновую смесь, пропуская ее один раз на лабораторных вальцах при температуре поверхности валков 50 °С ± 5 °С и зазоре между валками 0,5 мм. Нарезают полученную пластину на полоски шириной 20 мм.

Смешение в закрытом резиносмесителе проводят при температуре камеры 60 °С ± 3 °С и скорости вращения ненагруженного ротора от 6,3 рад/с до 6,6 рад/с (от 60 об/мин до 63 об/мин).

Установлено, что для закрытого резиносмесителя с номинальным объемом смешивания 1170 см<sup>3</sup> ± 40 см<sup>3</sup> применима масса загрузки, соответствующая массе (8,5 × 156,75 г = 1332 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

### 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

**ПРИМЕЧАНИЕ** В качестве альтернативы допускается амплитуда колебаний 3° дуги. При выборе такой амплитуды измеряют  $t_{S2}$  вместо  $t_{S1}$ .

- чувствительность: выбирается для получения смещения не менее 75 % полной шкалы при  $M_H$
- температура полуформ: 160 °C ± 0,3 °C;
- время предварительного прогрева: не нормируется.

### 6.2 Использование безроторного реометра

Измеряют следующие стандартные параметры испытания:

$F_L$ ,  $F_{HR}$  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 Гц (100 циклов в минуту)
- амплитуда колебаний: 0,5° дуги

**ПРИМЕЧАНИЕ** В качестве альтернативы допускается амплитуда колебаний 1° дуги. При выборе такой амплитуды измеряют  $t_{S2}$  вместо  $t_{S1}$ .

- чувствительность: выбирается для получения смещения не менее 75 % полной шкалы при  $F_{HR}$
- температура полуформ: 160 °C ± 0,3 °C
- время предварительного прогрева: не нормируется.

## 7 Оценка упругопрочностных свойств вулканизатов при растяжении

Вулканизуют пластины при температуре 150 °C в течение 15 мин, 30 мин и 45 мин соответственно.

Выдерживают вулканизованные пластины по меньшей мере 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.

**ПРИМЕЧАНИЕ** Использование метода В (процедура смешения в миниатюрном лабораторном закрытом резиномесителе MIM) дает возможность получить достаточное количество резиновой смеси для оценки вулканизационных характеристик на реометре и оценки упругопрочностных свойств при растяжении на одной