МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)

INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ ISO 4097— 2017

КАУЧУК ЭТИЛЕН-ПРОПИЛЕН-ДИЕНОВЫЙ (EPDM)

Методы оценки

(ISO 4097:2014, IDT)

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2018

Предисловие

Цели, основные принципы и основной порядок проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены в ГОСТ 1.0—2015 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2—2015 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Правила разработки, принятия, обновления и отмены»

Сведения о стандарте

1 ПОДГОТОВЛЕН Федеральным государственным унитарным предприятием «Всероссийский научно-исследовательский институт стандартизации материалов и технологий» (ФГУП «ВНИИ СМТ»), Техническим комитетом по стандартизации ТК 160 «Продукция нефтехимического комплекса» на основе русскоязычной версии международного стандарта, указанного в пункте 5

2 ВНЕСЕН Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 30 ноября 2017 г. № 52)

За принятие проголосовали:

Краткое наименование страны по МК (ИСО 3166) 004 —97	Код страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Сокращенное наименование национального органа по стандартизации
Армения	AM	Минэкономики Республики Армения
Беларусь	BY	Госстандарт Республики Беларусь
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Россия	RU	Росстандарт
Узбекистан	UZ	Узстандарт
Украина	UA	Минэкономразвития Украины

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 3 апреля 2018 г. № 170-ст межгосударственный стандарт ГОСТ ISO 4097—2017 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 января 2020 г.

5 Настоящий стандарт идентичен международному стандарту ISO 4097:2014 «Каучук этилен-пропилен-диеновый. Методы оценки» [«Rubber, ethylene-propylene-diene (EPDM) — Evaluation procedure», IDT].

Международный стандарт разработан подкомитетом SC 3 «Сырье (включая латекс) для резиновой промышленности» Технического комитета ISO/TC 45 «Каучук и резиновые изделия» Международной организации по стандартизации (ISO).

При применении настоящего стандарта рекомендуется использовать вместо ссылочных международных стандартов соответствующие им межгосударственные стандарты, сведения о которых приведены в дополнительном приложении ДА

6 ВЗАМЕН ГОСТ ISO 4097—2013

Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодном информационном указателе «Национальные стандарты», а текст изменений и поправок — в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». Соответствующая информация, уведомление и тексты размещаются также в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет (www.gost.ru)

© ISO, 2014. Все права сохраняются
© Стандартинформ, оформление, 2018

В Российской Федерации настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии

Содержание

1 Область применения 1
2 Нормативные ссылки 1
3 Отбор и подготовка проб для проведения испытаний 2
4 Определение физических и химических свойств каучуков 2
5 Приготовление резиновых смесей для оценки каучука 2
6 Определение вулканизационных характеристик 7
7 Определение упругопрочностных свойств вулканизатов при растяжении 8
8 Прецизионность 8
9 Протокол испытаний 8
Приложение А (справочное) Прецизионность 9
Приложение В (справочное) Стандартные рецептуры для испытаний по ISO 4097:2007 12
Приложение ДА (справочное) Сведения о соответствии ссылочных международных стандартов межгосударственным стандартам 14
Библиография 15

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

КАУЧУК ЭТИЛЕН-ПРОПИЛЕН-ДИЕНОВЫЙ (EPDM)

Методы оценки

Ethylene-propylene-diene rubber (EPDM). Evaluation methods

Дата введения — 2020—01—01

Предупреждение — Пользователи настоящего стандарта должны обладать навыками практической работы в лаборатории. Настоящий стандарт не предусматривает рассмотрение всех проблем безопасности, связанных с его применением. Пользователь настоящего стандарта несет ответственность за соблюдение техники безопасности, охрану здоровья, а также за соблюдение требований национального законодательства.

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает:

- методы определения физических и химических свойств каучуков;
- стандартные контрольные ингредиенты, стандартную рецептуру для испытаний, оборудование и методы обработки для оценки вулканизационных характеристик этилен-пропилен-диеновых каучуков, в том числе наполненных маслом.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие международные стандарты:

ISO 37 Rubber, vulcanized or thermoplastic — Determination of tensile stress-strain properties (Резина вулканизованная или термопластик. Определение упругопрочностных свойств при растяжении)

ISO 247 Rubber — Determination of ash (Резина. Определение золы)

ISO 248-1 Rubber, raw — Determination of volatile-matter content — Part 1: Hot-mill method and oven method (Каучук. Определение содержания летучих веществ. Часть 1. Метод горячего вальцевания и метод с использованием термостата)

ISO 248-2 Rubber, raw — Determination of volatile-matter content — Part 2: Thermogravimetric methods using an automatic analyser with an infrared drying unit (Каучук. Определение содержания летучих веществ. Часть 2. Термогравиметрические методы с использованием автоматического анализатора с инфракрасной установкой для сушки)

ISO 289-1 Rubber, unvulcanized — Determinations using a shearing-disc viscometer — Part 1: Determination of Mooney viscosity (Резина невулканизованная. Определения с использованием сдвигового вискозиметра. Часть 1. Определение вязкости по Муни)

ISO 1795 Rubber, raw natural and raw synthetic — Sampling and further preparative procedures (Каучук натуральный и синтетический. Отбор проб и дальнейшие подготовительные процедуры)

ISO 2393 Rubber test mixes — Preparation, mixing and vulcanization — Equipment and procedures (Резиновые смеси для испытаний. Приготовление, смешение и вулканизация. Оборудование и процедуры)

Издание официальное

ISO 3417 Rubber — Measurement of vulcanization characteristics with the oscillating disc curemeter (Резина. Определение вулканизационных характеристик на реометре с колеблющимся диском)

ISO 6502 Rubber — Guide to the use of curemeters (Резина. Руководство по эксплуатации реометров)

ISO 23529 Rubber — General procedures for preparing and conditioning test pieces for physical test methods (Резина. Общие процедуры подготовки и кондиционирования образцов для физических методов испытаний)

3 Отбор и подготовка проб для проведения испытаний

3.1 Отбирают лабораторную пробу массой приблизительно 1,5 кг по ISO 1795.

3.2 Готовят образцы для испытаний по ISO 1795.

4 Определение физических и химических свойств каучуков

4.1 Вязкость по Муни

Вязкость по Муни определяют по ISO 289-1 на образце, подготовленном по 3.2 (без вальцевания).

При необходимости вальцевания температура поверхности валков должна быть (50 ± 5) °С [для каучуков с низким значением вязкости по Муни возможно вальцевание при температуре (35 ± 5) °С]. Информацию о вальцевании пробы указывают в протоколе испытаний.

Результат регистрируют как ML (1 + 4) при температуре 125 °С, если между заинтересованными сторонами не была согласована другая температура испытаний (100 °С или 150 °С) и/или время проведения испытаний — (1 + 8) мин.

4.2 Определение летучих веществ

Содержание летучих веществ определяют по ISO 248-1 или ISO 248-2.

4.3 Определение золы

Содержание золы определяют по ISO 247 **(метод А или В)**.

5 Приготовление резиновых смесей для оценки каучука

5.1 Стандартные рецептуры

В таблице 1 приведены 6 стандартных рецептур приготовления резиновых смесей:

a) рецептура 1 — для не наполненных маслом EPDM каучуков с номинальным содержанием этилена не более 67 % масс.;

b) рецептура 2 — для не наполненных маслом EPDM каучуков с номинальным содержанием этилена не менее 67 % масс;

c) рецептура 3 — для не наполненных маслом EPDM каучуков с низким значением вязкости по Муни;

d) рецептура 4 — для маслонаполненных EPDM каучуков с содержанием масла не более 50 массовых частей на 100 массовых частей каучука;

e) рецептура 5 — для маслонаполненных EPDM каучуков с содержанием масла от 50 до 80 массовых частей на 100 массовых частей каучука;

f) рецептура 6 — для маслонаполненных EPDM каучуков с содержанием масла не менее 80 массовых частей на 100 массовых частей каучука.

Для приготовления смесей используют национальные или международные стандартные контрольные ингредиенты (при отсутствии стандартных контрольных ингредиентов используют ингредиенты, согласованные между заинтересованными сторонами).

Таблица 1 — Стандартные рецептуры резиновых смесей для оценки EPDM каучуков

Наименование	Рецептура					
	1	2	3	4	5	6
	Массовая часть					
Каучук EPDM	100,00	100,00	100,00	100,00 + x[a)]	100,00 + y[b)]	100,00 + z[c)]
Стеариновая кислота	1,00	1,00	1,00	1,00	1,00	1,00
Технический углерод[d)]	80,00	100,00	40,00	80,00	80,00	150,00
Масло ASTM 103[e)]	50,00	75,00	—	50,00 − x[a)]	—	—
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-бензотиазил-сульфенамид (CBS)	3,50	3,50	3,50	3,50	3,50	3,50
Меркаптобензотиазол (MBT)	1,00	1,00	1,00	1,00	1,00	1,00
Всего	242,00	287,00	152,00	242,00	192,00 + y[b)]	262,00 + z[c)]

[a)] x — количество массовых частей масла на 100 массовых частей каучука для типов каучуков, содержащих не более 50 массовых частей масла.

[b)] y — количество массовых частей масла на 100 массовых частей каучука для типов каучуков, содержащих от 50 до 80 массовых частей масла.

[c)] z — количество массовых частей масла на 100 массовых частей каучука для типов каучуков, содержащих не менее 80 массовых частей масла.

[d)] Используют очередную партию контрольного промышленного технического углерода (IRB).

[e)] Масло плотностью 0,92 г/см^3. Допускается использовать другие масла, однако при этом могут быть получены разные результаты. Данное масло выпускает компания Sun Refining and Marketing Company и распространяет компания R.E. Carroll Inc., 1570 North Olden Avenue Ext, Trenton, NJ 08638, USA. Зарубежные заказы следует направлять компании Sunoco Overseas Inc., 1801 Market Street, Philadelphia, PA 19103-1699, USA.

5.2 Оборудование и процедура

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

5.3 Методы смешения

5.3.1 Общие положения

Используют четыре альтернативных метода смешения:

- метод А1: одностадийное смешение в лабораторном закрытом резиносмесителе (LIM), являющееся предпочтительным методом;
- метод А2: двухстадийное смешение в LIM;
- метод А3: двухстадийное смешение в LIM на начальной стадии и на вальцах — на завершающей стадии смешения;
- метод В: смешение на вальцах.

Смешение этилен-пропилен-диеновых каучуков по стандартным рецептурам на вальцах выполнить труднее, чем смешение других каучуков; использование LIM позволяет получить лучшие результаты. В связи с трудностями смешения EPDM на вальцах метод В рекомендуется использовать только при отсутствии LIM.

5.3.2 Смешение в LIM для методов А1, А2 и А3

5.3.2.1 Общие положения

Для обеспечения хорошего диспергирования всех ингредиентов технику смешения по каждому методу можно изменять. Для каждой смеси параметры LIM должны быть одинаковыми при подготовке серии идентичных смесей. В начале каждой серии смесей для испытаний должна быть приготовлена смесь для кондиционирования смесителя по той же рецептуре, что и для смесей для испытаний. После окончания смешения одной смеси для испытания и перед началом смешения следующей смеси охлаждают LIM до температуры 60 °С. Условия регулирования температуры не должны изменяться при смешении серии смесей для испытаний.

5.3.2.2 Метод А1. Одностадийное смешение в LIM

Температура выгружаемой смеси после завершения смешения не должна превышать 120 °С. При необходимости для выполнения этого условия регулируют массу загрузки, начальную температуру головки смесителя или скорость роторов.

Ингредиенты резиновой смеси, кроме каучука, технического углерода и масла, можно вводить в смесь более точно и с меньшими затратами усилий, если их предварительно смешать в соотношении, указанном в рецептуре. Такие смеси можно приготовить с использованием ступки и пестика, смешением в течение 10 мин в биконическом смесителе с вращающимся стержнем-интенсификатором или смешением в смесителе в течение пяти интервалов по 3 с каждый, очищая с внутренней поверхности смесителя прилипший материал после каждого смешения в течение 3 с. Для данного способа подходящим является смеситель Уоринга[1)] («Waring»-type blender).

Предупреждение — При смешении более 3 с стеариновая кислота может расплавиться и препятствовать равномерному распределению ингредиентов.

Примечание — Ниже приведен пример процедуры смешения в LIM.

	Процедура смешения	Время обработки, мин	Общее время, мин
a)	Загружают каучук, опускают затвор и пластицируют каучук	1,0	1,0
b)	Поднимают затвор и вводят предварительно смешанные оксид цинка, серу, стеариновую кислоту и ускорители вулканизации, при этом следят за тем, чтобы не было потерь. Затем вводят технический углерод и масло, очищают горловину смесительной камеры и опускают затвор	1,0	2,0
c)	Проводят смешение	7,0	9,0
	Общее время, не более	9,0	
d)	Выключают двигатель, поднимают затвор, извлекают камеру для смешения и выгружают смесь. Регистрируют максимальную температуру смеси.		
e)	Сразу же после выгрузки пропускают смесь на лабораторных вальцах при зазоре между валками 0,8 мм и температуре поверхности валков (50 ± 5) °С.		
f)	Пропускают шесть раз свернутую в рулон смесь перпендикулярно к поверхности валков.		
g)	Листуют смесь до толщины приблизительно 6 мм. Проводят контрольное взвешивание смеси (см. ISO 2393). Если масса смеси отличается от расчетной более чем на $^{+0,5}_{-1,5}$ %, смесь бракуют и проводят повторное смешение.		
h)	Отбирают достаточное количество материала для определения вулканизационных характеристик.		
i)	Листуют смесь до толщины приблизительно 2,2 мм для подготовки пластин для испытаний или до требуемой толщины — для подготовки образцов в форме колец в соответствии с ISO 37.		
j)	После смешения выдерживают смесь от 30 мин до 24 ч по возможности при стандартной температуре и влажности по ISO 23529.		

5.3.2.3 Метод А2. Двухстадийное смешение в LIM

5.3.2.3.1 Начальная стадия смешения

	Процедура смешения	Время обработки, мин	Общее время, мин
a)	Регулируют температуру LIM таким образом, чтобы в смесителе температура 150 °С была достигнута примерно через 5 мин. Закрывают дверцу выгрузки смеси, устанавливают угловую скорость вращения ротора 8 рад/с (77 об/мин), запускают ротор и поднимают затвор	0	0

[1)] Информация приведена для удобства пользователей настоящего стандарта и не является одобрением ISO этой продукции.

b)	Загружают каучук, оксид цинка, технический углерод, масло и стеариновую кислоту. Опускают затвор	0,5	0,5
c)	Проводят смешение	2,5	3,0
d)	Поднимают затвор, очищают горловину смесителя и верхнюю часть затвора. Опускают затвор	0,5	3,5
e)	Выгружают смесь при достижении температуры 150 °С или через 5 мин, в зависимости от того, что наступит раньше	Не более 1,5	5,0
	Общее время, не более	5,0	

f) Сразу же пропускают смесь три раза на вальцах при зазоре между валками 2,5 мм и температуре поверхности валков (50 ± 5) °С. Проводят контрольное взвешивание смеси (см. ISO 2393). Если масса смеси отличается от расчетной более чем на $^{+0,5}_{-1,5}$ %, смесь бракуют и проводят повторное 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 Завершающая стадия смешения

	Процедура смешения	Время обработки, мин	Общее время, мин
a)	Устанавливают температуру камеры и роторов (40 ± 5) °С. Закрывают дверцу для загрузки смеси, запускают ротор при угловой скорости вращения 8 рад/с (77 об/мин) и поднимают затвор	0	0
b)	Загружают половину смеси, приготовленной по 5.3.2.3.1, ускорители вулканизации и серу, затем оставшуюся половину смеси. Опускают затвор	0,5	0,5
c)	Выгружают смесь при достижении температуры 110 °С или общего времени смешения 2 мин, в зависимости от того, что наступит раньше	Не более 1,5	2,0
	Общее время, не более	2,0	

d) Сразу же пропускают смесь на вальцах при зазоре между валками 0,8 мм и температуре поверхности валков (50 ± 5) °С.

e) Пропускают шесть раз свернутую в рулон смесь перпендикулярно к поверхности валков.

f) Листуют смесь до толщины приблизительно 6 мм. Проводят контрольное взвешивание смеси (см. ISO 2393). Если масса смеси отличается от расчетной более чем на $^{+0,5}_{-1,5}$ %, смесь бракуют и проводят повторное смешение.

g) Отбирают достаточное количество материала для определения вулканизационных характеристик.

h) Листуют смесь до толщины приблизительно 2,2 мм для подготовки пластин для испытаний или до требуемой толщины — для подготовки образцов в форме колец в соответствии с ISO 37.

i) 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 А3. Смешение в LIM на начальной стадии смешения и на вальцах — на завершающей стадии

5.3.2.4.1 Стадия 1 — начальная стадия смешения

	Процедура смешения	Время обработки, мин	Общее время, мин
a)	Регулируют температуру LIM таким образом, чтобы в смесителе температура 150 °С была достигнута примерно через 5 мин. Закрывают дверцу выгрузки смеси, устанавливают угловую скорость вращения ротора 8 рад/с (77 об/мин), запускают 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	2,5	3,0
d)	Поднимают затвор, очищают горловину смесителя и верхнюю часть затвора. Опускают затвор	0,5	3,5
e)	Выгружают смесь после достижения температуры 150 °С или через 5 мин, в зависимости от того, что наступит раньше	Не более 1,5	5,0
	Общее время, не более	5,0	

f) Сразу же пропускают смесь на вальцах три раза при зазоре между валками 2,5 мм и температуре поверхности валков (50 ± 5) °С. Проводят контрольное взвешивание смеси (см. ISO 2393). Если масса смеси отличается от расчетной более чем на $^{+0,5}_{-1,5}$ %, смесь бракуют и проводят повторное смешение.

g) После смешения выдерживают смесь от 30 мин до 24 ч по возможности при стандартной температуре и влажности в соответствии с ISO 23529.

5.3.2.4.2 Стадия 2 — завершающая стадия смешения на вальцах

При смешении в зазоре между валками следует поддерживать достаточный запас смеси. Если при установленном согласно указанным ниже параметрам зазоре это не достигается, может потребоваться регулировка зазора между валками.

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

	Процедура смешения	Время обработки, мин	Общее время, мин
a)	Устанавливают температуру поверхности валков (50 ± 5) °С и зазор между ними 1,5 мм. Вальцуют смесь на быстром валке и вводят серу и ускорители вулканизации. Смесь не подрезают до тех пор, пока сера и ускорители полностью не войдут в смесь. Обязательно вводят в смесь весь материал, просыпавшийся на поддон вальцов	1,0	1,0
b)	Делают по три подреза на 3/4 валка с каждой стороны с интервалом 15 с между подрезами	2,0	3,0
c)	Срезают смесь с вальцов. Устанавливают зазор между валками 0,8 мм и пропускают шесть раз свернутую в рулон смесь перпендикулярно к поверхности валков, вводя рулон поочередно то одним, то другим концом вперед	2,0	5,0
	Общее время	5,0	

d) Листуют смесь до толщины приблизительно 6 мм. Проводят контрольное взвешивание смеси (см. ISO 2393). Если масса смеси отличается от расчетной более чем на $^{+0,5}_{-1,5}$ %, смесь бракуют и проводят повторное смешение.

e) Отбирают достаточное количество материала для определения вулканизационных характеристик.

f) Листуют смесь до толщины приблизительно 2,2 мм для подготовки пластин для испытаний или до требуемой толщины — для подготовки образцов в форме колец в соответствии с ISO 37.

g) Выдерживают смесь от 2 до 24 ч после смешения по возможности при стандартной температуре и влажности в соответствии с ISO 23529.

5.3.3 Метод В. Смешение на вальцах

Масса загрузки ингредиентов в граммах для стандартных вальцов должна в два раза превышать массу, указанную в рецептуре. Температура поверхности валков при смешении должна быть (50 ± 5) °С.

Смешивают оксид цинка, стеариновую кислоту, масло и технический углерод в подходящем контейнере до введения в смесь.

Примечание 1 — Для рецептур 1, 2 и 4 часть масла можно оставить для добавления на этапе по перечислению с) настоящего пункта.

При смешении в зазоре между валками следует поддерживать хорошо обрабатываемый запас смеси. Если при установленном согласно указанным ниже параметрам зазоре это не достигается, может потребоваться регулировка зазора между валками.

	Процедура смешения	Время обработки, мин	Общее время, мин
a)	Вальцуют каучук на переднем валке вальцов при температуре поверхности валков (50 ± 5) °С и зазоре между валками 0,7 мм	1,0	1,0
b)	Шпателем вводят равномерно вдоль валков смесь масла, технического углерода, оксида цинка и стеариновой кислоты Примечание 2 — Для рецептур 1, 2 и 4 часть масла можно оставить для добавления на этапе по перечислению c).	13,0	
c)	После введения половины смеси увеличивают зазор между валками до 1,3 мм и делают по одному подрезу на 3/4 валка с каждой стороны. Затем увеличивают зазор между валками до 1,8 мм и вводят оставшуюся смесь. После введения всей смеси делают по два подреза на 3/4 валка с каждой стороны. Обязательно вводят в смесь весь материал, просыпавшийся на поддон вальцов	Процедуры по перечислениям b) и c)	14,0
d)	Вводят ускорители вулканизации и серу равномерно по всей длине валков при зазоре между валками 1,8 мм	3,0	17,0
e)	Делают по три подреза на 3/4 валка с каждой стороны с интервалом 15 с между подрезами	2,0	19,0
f)	Срезают смесь с вальцов. Устанавливают зазор между валками 0,8 мм и пропускают шесть раз свернутую в рулон смесь перпендикулярно к поверхности валков, вводя поочередно рулон то одним, то другим концом вперед	2,0	21,0
	Общее время	21,0	

g) Листуют смесь до толщины приблизительно 6 мм. Проводят контрольное взвешивание смеси (см. ISO 2393). Если масса смеси отличается от расчетной более чем на $^{+0,5}_{-1,5}$ %, смесь бракуют и проводят повторное смешение.

h) Отбирают достаточное количество материала для определения вулканизационных характеристик.

i) Листуют смесь до толщины приблизительно 2,2 мм для подготовки пластин для испытаний или до требуемой толщины — для подготовки образцов в форме колец в соответствии с ISO 37.

j) После смешения выдерживают смесь 2 — 24 ч по возможности при стандартной температуре и влажности в соответствии с ISO 23529.

6 Определение вулканизационных характеристик

6.1 Использование реометра с колеблющимся диском

Определяют стандартные характеристики M_L, M_H за определенное время t_{s1}, $t'_c(50)$ и $t'_c(90)$ в соответствии с ISO 3417 при следующих условиях испытаний:

- частота колебаний: 1,7 Гц (100 циклов в минуту);
- амплитуда колебаний: 1°;
- чувствительность: выбирается для получения смещения не менее 75 % шкалы.
  Примечание — Для некоторых каучуков смещение 75 % не достигается;
- температура полуформ: (160,0 ± 0,3) °С;
- время предварительного прогрева: не нормируется.

6.2 Использование безроторного реометра

Определяют стандартные характеристики F_L, F_{max} за определенное время t_{s1}, $t'_c(50)$ и $t'_c(90)$ в соответствии с ISO 6502 при следующих условиях испытаний:

- частота колебаний: 1,7 Гц (100 циклов в минуту);
- амплитуда колебаний: 0,5°;
- чувствительность: выбирается для получения смещения не менее 75 % шкалы при F_{max}.
  Примечание — Для некоторых каучуков смещение 75 % не достигается;
- температура полуформ: (160,0 ± 0,3) °С;
- время предварительного прогрева: не нормируется.

7 Определение упругопрочностных свойств вулканизатов при растяжении

Вулканизуют пластины при температуре 160 °С в течение трех периодов, выбранных из 10, 20, 30, 40 и 50 мин. Среднее время вулканизации выбирают из указанных выше значений таким образом, чтобы оно было близким к $t'_c(90)$. Три выбранных периода вулканизации должны включать подвулканизацию, оптимум и предельную степень вулканизации испытуемого материала.

Вулканизованные пластины выдерживают в течение 16—96 ч при стандартной температуре и по возможности при стандартной влажности в соответствии с ISO 23529.

Определяют упругопрочностные свойства вулканизатов по ISO 37.

8 Прецизионность

Прецизионность приведена в приложении А.

9 Протокол испытаний

Протокол испытаний должен содержать:

a) обозначение настоящего стандарта;

b) полную информацию, необходимую для идентификации пробы;

c) время и температуру определения вязкости по Муни, а также информацию о вальцевании (при использовании);

d) метод определения золы (метод А или В по ISO 247);

e) использованную стандартную рецептуру;

f) информацию о стандартных контрольных ингредиентах;

g) процедуру смешения по 5.3;

h) время кондиционирования — по 5.3.2.2, перечисление j); 5.3.2.3.1, перечисление g) и 5.3.2.3.2, перечисление i); 5.3.2.4.1, перечисление g) и 5.3.2.4.2, перечисление g) или 5.3.3, перечисление j);

i) информацию в соответствии с разделом 6:

- тип используемого реометра;
- обозначение стандарта, на который дана ссылка (ISO 3417 или ISO 6502);
- время измерения M_H или F_{max};
- амплитуду колебаний при испытаниях с использованием реометра;

j) периоды вулканизации по разделу 7;

k) любые отклонения при испытаниях;

l) процедуры, не предусмотренные настоящим стандартом или стандартами, на которые даны ссылки, а также необязательные процедуры;

m) результаты испытаний с указанием единиц измерения;

n) дату проведения испытаний.

Приложение А
(справочное)

Прецизионность

А.1 Общие положения

В августе 2011 г. была проведена программа межлабораторных испытаний (ITP) по оценке прецизионности для одностадийного смешения (метод А1 — смешение в LIM) и двухстадийного смешения (метод А3 — смешение в LIM/на лабораторных вальцах). Расчеты проводили в соответствии с международным документом [4]. В данной ITP участвовали пять лабораторий.

В ITP были использованы два типа образцов EPDM, как показано в таблице А.1. Использовали рецептуру 1 для EPDM-2 и рецептуру 5 — для EPDM-1 (по таблице 1 настоящего стандарта). Использовали технический углерод IRB № 8. Готовили каждую смесь дважды и испытывали в каждый из двух дней с интервалом, равным примерно одной неделе.

Таблица А.1 — Типы образцов EPDM

Показатель	Тип образца EPDM	
	EPDM-1	EPDM-2
ML (1 + 4) при температуре 125 °С	69	66
Содержание этилена, % масс.	66	65
Содержание диена, % масс.	4,5	4,0
Содержание масла, массовых частей на 100 массовых частей каучука	75	0

Результаты оценки прецизионности, полученные в данной ITP, не следует использовать при проведении приемочных испытаний какой-либо группы материалов или изделий без документального подтверждения того, что данные показатели применимы к этим конкретным материалам или изделиям, и конкретного протокола испытаний по данному методу.

Примечание — Результаты оценки прецизионности двухстадийного смешения (метод А2) и смешения на вальцах (метод В) см. в стандарте [5].

А.2 Результаты оценки прецизионности

А.2.1 Общие положения

Результаты оценки прецизионности для определения вулканизационных характеристик и определения упругопрочностных свойств при растяжении при смешении двух образцов EPDM по методам А1 и А3 приведены в таблицах А.2 — А.5.

Два результата отдельных испытаний, полученные в одной лаборатории (при правильном применении настоящего стандарта), которые отличаются более чем на приведенные в указанных таблицах значения для r в единицах измерения или (r) в процентах, следует считать полученными из разных совокупностей и требующими проведения соответствующей проверки.

Результаты оценки прецизионности можно обобщить следующим образом.

А.2.2 Повторяемость

А.2.2.1 Определение вулканизационных характеристик

Значения повторяемости (r) определения вулканизационных характеристик для двух смесей при смешении по методам А1 и А3 (см. таблицы А.2 и А.3) практически одинаковые. По результатам всех определений свойств двух смесей были получены общие средние значения (r) для методов А1 и А3, равные 10,9 % и 6,3 % соответственно.

А.2.2.2 Упругопрочностные свойства при растяжении

Значения повторяемости (r) определения упругопрочностных свойств при растяжении для двух смесей при смешении по методам А1 и А3 (см. таблицы А.4 и А.5) практически одинаковые. По результатам всех определений свойств двух смесей были получены общие средние значения (r) для методов А1 и А3, равные 10,6 % и 8,8 % соответственно.

А.2.3 Воспроизводимость

А.2.3.1 Определение вулканизационных характеристик

Значения воспроизводимости (R) определения вулканизационных характеристик для двух смесей при смешении по методам А1 и А3 (см. таблицы А.2 и А.3) имеют большее отличие, чем значения внутрилабораторной прецизионности, но уровень является приемлемым. По результатам всех определений свойств двух смесей были получены общие средние значения (R) для методов А1 и А3, равные 33,1 % и 23,9 % соответственно.

А.2.3.2 Упругопрочностные свойства при растяжении

Значения воспроизводимости (R) определения упругопрочностных свойств при растяжении для двух смесей при смешении по методам А1 и А3 (см. таблицы А.2 и А.3) имеют большее отличие, чем значения внутрилабораторной прецизионности, но уровень является приемлемым. По результатам всех определений свойств двух смесей были получены общие средние значения (R) для методов А1 и А3, равные 30,2 % и 20,5 % соответственно.

Таблица А.2 — Прецизионность определения вулканизационных характеристик при смешении по методу А1

Показатель	Образец	Среднее значение	Внутрилабораторная прецизионность			Межлабораторная прецизионность			Количество лабораторий[a)]
			s_r	r	(r)	s_R	R	(R)	
M_L, дН·м	EPDM-1	2,81	0,16	0,45	15,9	0,36	1,02	36,4	5
	EPDM-2	2,22	0,06	0,18	8,1	0,20	0,57	25,6	5
M_H, дН·м	EPDM-1	14,69	0,41	1,16	7,9	2,59	7,33	49,9	5
	EPDM-2	17,09	0,58	1,63	9,5	2,00	5,66	33,1	4
t_{s1}, мин	EPDM-1	2,01	0,13	0,37	18,4	0,29	0,82	40,8	5
	EPDM-2	2,00	0,04	0,13	6,3	0,33	0,94	47,0	5
$t'_c(50)$, мин	EPDM-1	4,80	0,12	0,35	7,2	0,20	0,57	12,0	4
	EPDM-2	4,40	0,11	0,31	7,1	0,46	1,30	29,6	5
$t'_c(90)$, мин	EPDM-1	13,38	0,64	1,80	13,5	1,55	4,38	32,7	5
	EPDM-2	12,76	0,69	1,96	15,4	1,09	3,09	24,2	4
Общее среднее значение			—	—	10,9	—	—	33,1	—

[a)] Окончательное количество лабораторий, оставшихся в ITP после исключения выбросов (по варианту 1).

Использованы следующие обозначения:

s_r — внутрилабораторное стандартное отклонение, единицы измерения;

r — повторяемость, единицы измерения;

(r) — повторяемость, % от среднего значения;

s_R — межлабораторное стандартное отклонение (для общего межлабораторного разброса), единицы измерения;

R — воспроизводимость, единицы измерения;

(R) — воспроизводимость, % от среднего значения.

Таблица А.3 — Прецизионность определения вулканизационных характеристик при смешении по методу А3

Показатель	Образец	Среднее значение	Внутрилабораторная прецизионность			Межлабораторная прецизионность			Количество лабораторий[a)]
			s_r	r	(r)	s_R	R	(R)	
M_L, дН·м	EPDM-1	2,52	0,04	0,13	5,0	0,32	0,92	36,4	5
	EPDM-2	2,07	0,07	0,20	9,7	0,26	0,73	35,1	5
M_H, дН·м	EPDM-1	13,86	0,30	0,85	6,1	2,40	6,80	49,1	5
	EPDM-2	16,58	0,36	1,01	6,1	1,89	5,34	32,2	4
t_{s1}, мин	EPDM-1	2,35	0,05	0,14	6,0	0,08	0,23	10,0	4
	EPDM-2	2,23	0,05	0,14	6,4	0,08	0,22	9,9	4
$t'_c(50)$, мин	EPDM-1	5,08	0,06	0,18	3,5	0,22	0,62	12,2	5
	EPDM-2	4,93	0,05	0,14	2,9	0,14	0,39	8,0	4
$t'_c(90)$, мин	EPDM-1	13,16	0,40	1,12	8,6	1,48	4,18	31,8	5
	EPDM-2	12,38	0,40	1,12	9,1	0,63	1,77	14,3	4
Общее среднее значение			—	—	6,3	—	—	23,9	—

[a)] Окончательное количество лабораторий, оставшихся в ITP после исключения выбросов (по варианту 1).

Примечание — Определение использованных обозначений приведено в таблице А.2.

Таблица А.4 — Прецизионность определения упругопрочностных свойств при растяжении при смешении по методу А1

Показатель	Образец	Среднее значение	Внутрилабораторная прецизионность			Межлабораторная прецизионность			Количество лабораторий[a)]
			s_r	r	(r)	s_R	R	(R)	
S_{300}, МПа	EPDM-1	8,51	0,37	1,06	12,4	0,63	1,77	20,8	4
	EPDM-2	7,97	0,54	1,53	19,2	0,58	1,65	20,7	4
TS_b, МПа	EPDM-1	20,73	0,54	1,52	7,3	3,23	9,15	44,2	5
	EPDM-2	15,96	0,60	1,69	10,6	1,83	5,19	32,5	5
E_b, %	EPDM-1	491,0	13,78	39,0	7,9	71,6	202,5	41,2	5
	EPDM-2	476,0	10,00	28,3	6,0	36,4	102,9	21,6	5
Общее среднее значение			—	—	10,6	—	—	30,2	—

[a)] Окончательное количество лабораторий, оставшихся в ITP после исключения выбросов (по варианту 1).

Примечание — Определение использованных обозначений приведено в таблице А.2.

Таблица А.5 — Прецизионность определения упругопрочностных свойств при растяжении при смешении по методу А3

Показатель	Образец	Среднее значение	Внутрилабораторная прецизионность			Межлабораторная прецизионность			Количество лабораторий[a)]
			s_r	r	(r)	s_R	R	(R)	
S_{300}, МПа	EPDM-1	8,33	0,37	1,06	12,7	0,42	1,18	14,2	4
	EPDM-2	9,42	0,37	1,05	11,2	1,14	3,22	34,2	5
TS_b, МПа	EPDM-1	21,99	0,65	1,84	8,4	1,95	5,52	25,1	5
	EPDM-2	18,25	0,67	1,88	10,3	0,64	1,81	9,9	4
E_b, %	EPDM-1	520,0	7,75	21,9	4,2	34,4	97,4	18,7	5
	EPDM-2	483,0	10,49	29,7	6,2	35,3	99,9	20,7	5
Общее среднее значение			—	—	8,8	—	—	20,5	—

[a)] Окончательное количество лабораторий, оставшихся в ITP после исключения выбросов (по варианту 1).

Примечание — Определение использованных обозначений приведено в таблице А.2.

А.2.4 Смещение

В терминах метода испытаний смещение — это расхождение между средним значением результатов испытаний и опорным (истинным) значением определяемого свойства. Для данного метода испытаний опорные значения отсутствуют, поэтому смещение не может быть определено.

Приложение В
(справочное)

Стандартные рецептуры для испытаний по ISO 4097:2007

В.1 Общие положения

Тетраметилтиурамдисульфид (TMTD) является веществом, при использовании которого образуются нитрозамины. Поэтому ISO 4097:2007 был пересмотрен с целью исключения данного вещества из стандартных рецептур для испытаний.

Стандартные рецептуры, приведенные в ISO 4097:2007, сохранены до следующего систематического пересмотра, который будет проведен не позже чем через пять лет, чтобы дать время пользователям ISO 4097 адаптироваться к новым стандартным рецептурам для испытаний.

В.2 Стандартные рецептуры для испытаний по ISO 4097:2007

Стандартные рецептуры для испытаний приведены в таблице В.1. Они описаны в 5.1 настоящего стандарта, перечисления а) — f).

Для приготовления смесей используют национальные или международные стандартные контрольные ингредиенты. Если стандартные контрольные ингредиенты отсутствуют, используют ингредиенты, согласованные между заинтересованными сторонами.

Таблица В.1 — Стандартные рецептуры резиновых смесей для оценки каучуков EPDM по ISO 4097:2007

Наименование	Рецептура					
	B1	B2	B3	B4	B5	B6
	Массовая часть					
Каучук EPDM	100,00	100,00	100,00	100,00 + x[a)]	100,00 + y[b)]	100,00 + z[c)]
Стеариновая кислота	1,00	1,00	1,00	1,00	1,00	1,00
Технический углерод[d)]	80,00	100,00	40,00	80,00	80,00	150,00
Масло ASTM 103[e)]	50,00	75,00	—	50,00 − x[a)]	—	—
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
Тетраметилтиурамдисульфид (TMTD)	1,00	1,00	1,00	1,00	1,00	1,00
Меркаптобензотиазол (MBT)	0,50	0,50	0,50	0,50	0,50	0,50
Всего	239,00	284,00	149,00	239,00	189,00 + y[b)]	259,00 + z[c)]

[a)] x — количество массовых частей масла на 100 массовых частей каучука для типов каучуков, содержащих не более 50 массовых частей масла.

[b)] y — количество массовых частей масла на 100 массовых частей каучука для типов каучуков, содержащих от 50 до 80 массовых частей масла.

[c)] z — количество массовых частей масла на 100 массовых частей каучука для типов каучуков, содержащих не менее 80 массовых частей масла.

[d)] Используют очередную партию контрольного промышленного технического углерода (IRB).

[e)] Масло плотностью 0,92 г/см^3. Допускается использовать другие масла, но при этом могут быть получены разные результаты. Данное масло выпускает компания Sun Refining and Marketing Company и распространяет компания R.E. Carroll Inc., 1570 North Olden Avenue Ext, Trenton, NJ 08638, USA. Зарубежные заказы следует направлять компании Sunoco Overseas Inc., 1801 Market Street, Philadelphia, PA 19103-1699, USA.

В.3 Прецизионность

В.3.1 Общие положения

Показатели прецизионности при использовании закрытого резиносмесителя основаны на данных стандарта [5]. Повторяемость и воспроизводимость определены в соответствии с международным документом [3].

В.3.2 Смешение в закрытом резиносмесителе

Была определена прецизионность типа 2 (межлабораторная). В программе межлабораторных испытаний использовали три марки каучука EPDM. Испытания проводили в восьми лабораториях в два разных дня при смеше-

нии в закрытом резиносмесителе (метод А) с использованием международного стандартного образца технического углерода № 6 (IRB № 6). Испытания проводили только на реометре с колеблющимся диском.

В.3.3 Смешение на вальцах

Была определена прецизионность типа 2 (межлабораторная) для определения вулканизационных характеристик с использованием реометра с колеблющимся диском. В программе межлабораторных испытаний была использована одна марка каучука EPDM. Испытания проводили в восьми лабораториях в три разных дня при смешении на вальцах (метод В).

В.3.4 Показатели прецизионности

Показатели прецизионности приведены в таблицах В.2 и В.3.

Таблица В.2 — Показатели прецизионности типа 2 для разных показателей при смешении в закрытом резиносмесителе

Показатель	Диапазон значений[a)]	Внутрилабораторная прецизионность			Межлабораторная прецизионность		
		s_r	r	(r)	s_R	R	(R)
M_L, дН · м	От 6,7 до 12,4	0,50	1,42	14,8	1,24	3,51	36,6
M_H, дН · м	От 32,7 до 46,9	1,29	3,65	9,2	3,66	10,4	26,1
t_{s1}, мин	От 2,2 до 2,7	0,11	0,31	12,4	0,38	1,08	43,2
$t'_c(90)$, мин	От 12,6 до 15,6	0,64	1,81	12,8	1,20	3,40	24,1

[a)] Измерено при температуре 160,0 °С, частоте колебаний 1,7 Гц, амплитуде колебаний 1°. Для вычислений (*r*) и (*R*) была использована медиана диапазона.

s_r — стандартное отклонение повторяемости, единицы измерения;

s_R — стандартное отклонение воспроизводимости, единицы измерения.

Таблица В.3 — Показатели прецизионности типа 2 для разных показателей при смешении на вальцах

Показатель	Среднее значение[a)]	Внутрилабораторная прецизионность			Межлабораторная прецизионность		
		s_r	r	(r)	s_R	R	(R)
M_L, дН · м	7,00	0,54	1,51	21,57	1,49	4,19	59,86
M_H, дН · м	46,09	1,06	2,96	6,42	2,41	6,74	14,62
t_{s1}, мин	2,23	0,05	0,14	6,72	0,25	0,69	30,94
$t'_c(50)$, мин	4,43	0,18	0,49	11,06	0,27	0,75	16,93
$t'_c(90)$, мин	13,47	0,45	1,25	9,28	0,95	2,67	19,82

[a)] Измерено при температуре 160,0 °С, частоте колебаний 1,7 Гц, амплитуде колебаний 1°. Для вычислений (*r*) и (*R*) было использовано среднее значение.

s_r — стандартное отклонение повторяемости, единицы измерения;

s_R — стандартное отклонение воспроизводимости, единицы измерения.

В таблицах В.2 и В.3 использованы следующие обозначения:

r — повторяемость, единицы измерения. Значение, ниже которого с установленной вероятностью находится абсолютная разность двух результатов испытаний, проведенных в одной лаборатории;

(*r*) — повторяемость, % отн.

Повторяемость — два результата испытаний, полученные с использованием одного и того же метода на номинально идентичных испытуемых материалах в одних и тех же условиях (один и тот же оператор, одно и то же оборудование, одна и та же лаборатория) в течение установленного периода времени. Если нет других указаний, доверительная вероятность составляет 95 %;

R — воспроизводимость, единицы измерения. Значение, ниже которого с установленной вероятностью находится абсолютная разность двух результатов испытаний, проведенных в разных лабораториях;

(*R*) — воспроизводимость, % отн.

Воспроизводимость — два результата испытаний, полученные при применении одного и того же метода на номинально идентичных испытуемых материалах в разных условиях (разные операторы, оборудование и лаборатории) в течение установленного периода времени. Если нет других указаний, доверительная вероятность составляет 95 %.

Приложение ДА
(справочное)

Сведения о соответствии ссылочных международных стандартов межгосударственным стандартам

Таблица ДА.1

Обозначение ссылочного международного стандарта	Степень соответствия	Обозначение и наименование соответствующего межгосударственного стандарта
ISO 37:2011	IDT	ГОСТ ISO 37—2013 «Резина или термопластик. Определение упругопрочностных свойств при растяжении»
ISO 247	IDT	ГОСТ ISO 247—2013 «Резина и каучук. Определение золы»
ISO 248-1	IDT	ГОСТ ISO 248-1—2013 «Каучук. Определение содержания летучих веществ. Часть 1. Метод горячего вальцевания и метод с использованием термостата»
ISO 248-2	—	*
ISO 289-1	—	*
ISO 1795	NEQ	ГОСТ ИСО 1795—96 «Каучук натуральный и синтетический. Отбор проб и дальнейшие подготовительные процедуры»
ISO 2393	NEQ	ГОСТ ISO 2393—2016 «Смеси резиновые для испытаний. Приготовление, смешение и вулканизация. Оборудование и процедуры»
ISO 3417	—	*
ISO 6502	—	*
ISO 23529	IDT	ГОСТ ISO 23529—2013 «Резина. Общие методы приготовления и кондиционирования образцов для определения физических свойств»

* Соответствующий межгосударственный стандарт отсутствует. До его принятия рекомендуется использовать перевод на русский язык данного международного стандарта. Официальный перевод данного международного стандарта находится в Федеральном информационном фонде стандартов.

Примечание — В настоящей таблице использованы следующие условные обозначения степени соответствия стандартов:

- IDT — идентичные стандарты;
- NEQ — неэквивалентные стандарты.

Библиография

[1] ISO 1382 Резина. Словарь
[2] ISO 6472 Rubber compounding ingredients — Symbols and abbreviated terms (Ингредиенты резиновой смеси. Символы и сокращенные термины)
[3] ISO/TR 9272:1986 Rubber and rubber products — Determination of precision for test method standards (Резина и резиновые изделия. Определение прецизионности для стандартов на методы испытаний)[1), 2)]
[4] ISO/TR 9272:2005 Rubber and rubber products — Determination of precision for test method standards (Резина и резиновые изделия. Определение прецизионности для стандартов на методы испытаний)[2)]
[5] ASTM D 3568-03 Standard test methods for rubber — Evaluation of EPDM (Ethylene propylene diene terpolymers) including mixtures with oil[3)]

[1)] Отменен.
[2)] Официальный перевод этого международного стандарта находится в Федеральном информационном фонде стандартов.
[3)] Отменен. Действует ASTM D 3568-03(2013) «Standard test methods for rubber — Evaluation of EPDM (Ethylene propylene diene terpolymers) including mixtures with oil».

УДК 678.762.9:006:354 МКС 83.060 IDT

Ключевые слова: этилен-пропилен-диеновый каучук, EPDM, методы оценки

БЗ 12—2017/20

Редактор *Л.М. Нахимова*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *М.И. Першина*
Компьютерная верстка *Е.О. Асташина*

Сдано в набор 04.04.2018. Подписано в печать 17.04.2018. Формат 60×84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 2,32. Уч.-изд. л. 2,10.
Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

Создано в единичном исполнении ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» для комплектования Федерального информационного фонда стандартов, 123001 Москва, Гранатный пер., 4.
www.gostinfo.ru info@gostinfo.ru