

УДК 678.762.2.001.4 : 006.354

Группа Л69

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

КАУЧУКИ СИНТЕТИЧЕСКИЕ СТЕРЕОРЕГУЛЯРНЫЕ
БУТАДИЕНОВЫЕ

Методы определения вальцуемости, вязкости по Муни
и способности к преждевременной вулканизации
резиновых смесей

ГОСТ

19920-19-74*

Stereoregular butadiene synthetic rubbers.
Methods for determination of
millability, Mooney viscosity and scorching
qualities of rubber compounds

ОКСТУ 2509

Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР
от 16 июля 1974 г. № 1689 срок действия установлен

с 01.01.75
до 01.01.90

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт распространяется на бутадиеновые стереорегулярные синтетические каучуки и устанавливает методы определения вальцуемости, вязкости по Муни и способности к преждевременной вулканизации резиновых смесей на их основе.

1а. АППАРАТУРА И МАТЕРИАЛЫ

Вальцы лабораторные по ГОСТ 27109—86 (1-й вариант).
Точность установки величины зазора между валками проверяют по ГОСТ 27109—86.
Весы лабораторные по ГОСТ 24104—80 3-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 1 кг.
Толщиномер по ГОСТ 11358—74.
Термопара лучковая градуировки ХК, предел измерения от 0 до 150°C, класс точности 2,5.
Материалы в соответствии с рецептурой резиновой смеси.
Разд. 1а. (Введен дополнительно, Изм. № 3).

1. ПОДГОТОВКА К ИСПЫТАНИЮ

1.1 Приготовление резиновой смеси
Резиновые смеси готовят по рецептурам А и Б, указанным в табл. 1 и 2.

Издание официальное

Перепечатка воспрещена

* Переиздание (декабрь 1988 г.) с Изменениями № 1, 2, 3, утвержденными в декабре 1979 г., июне 1984 г., июне 1987 г. (ИУС 2—80, 9—84, 10—87).

Рецепт А

Таблица 1

Наименование ингредиента	Массовая доля
Каучук	100,0
Битум нефтяной марки А-30, высшей категории качества по ГОСТ 781—78	5,0
Кислота стеариновая техническая сорт 1 по ГОСТ 6484—64	2,0
Сантокур или сульфенамид Ц, протертый и просеянный через сито 014 по ГОСТ 6613—86	0,7
Белила цинковые марки БЦОМ по ГОСТ 202—84	5,0
Технический углерод марки КТУ или типа ХАФ	50,0
Сера техническая природная молотая, сорт 9995 или 9990, 1 или 2-го классов по ГОСТ 127—76	2,0

Рецепт Б

Таблица 2

Наименование ингредиента	Массовая доля
Каучук	100,0
Кислота стеариновая техническая (стеарин) сорт 1 по ГОСТ 6484—64	2,0
Белила цинковые марки БЦОМ по ГОСТ 202—84	3,0
Масло ароматическое МИНХ-1 или ПН-6, марка Ш	15,0
Технический углерод типа ХАФ или марки КТУ	60,0
Сантокур или сульфенамид Ц, протертый и просеянный через сито 014 по ГОСТ 6613—86	0,9
Сера техническая природная молотая, сорт 9995 или 9990, 1 или 2-го классов по ГОСТ 127—76	1,5

Примечание к табл. 1, 2. Допускается до 01.01.89 применять технический углерод марки П-324 по ГОСТ 7885—86.

(Измененная редакция, Изм. № 3).

1.1.2. Для приготовления смеси по обоим рецептам от средней пробы, приготовленной по ГОСТ 27109—86, берут 400 г каучука.

1.2. Режимы смешения

1.2.1. Для приготовления смеси по рецепту А от объединенной пробы, приготовленной по ГОСТ 27109—86, берут 200 г каучука и смешивают с ингредиентами на вальцах при температуре поверхности валков $(35 \pm 5)^\circ\text{C}$ по режиму, указанному в табл. 3.

1.2.2. Для приготовления смеси по рецепту Б от объединенной пробы, приготовленной по ГОСТ 27109—86, берут 400 г каучука и смешивают с ингредиентами на вальцах, при температуре поверхности валков $(35 \pm 5)^\circ\text{C}$ по режиму, указанному в табл. 4.

Таблица 3

Операция смешения	Время начала смешения с момента подачи каучука на вальцы, мин	Время обработки, мин
Разогрев: каучук пропускают 2 раза между вальцами свисающей шкуркой при зазоре 0,5—0,6 мм, затем вальцуют с подрезкой на $\frac{3}{4}$ валка с каждой стороны с интервалом в 20 с	0	2
Введение битума	2	2
Подрезка смеси на $\frac{3}{4}$ валка не менее 3 раз с каждой стороны	—	—
Введение стеарина	4	2
Подрезка смеси на $\frac{3}{4}$ валка не менее 4 раз с каждой стороны	—	—
Введение сантокура или сульфенамида Ц	6	3
Подрезка смеси на $\frac{3}{4}$ валка не менее 4 раз с каждой стороны с последующим пропуском смеси треугольником после каждого подреза	—	—
Введение цинковых белил	9	2
Подрезка смеси на $\frac{3}{4}$ валка не менее 4 раз с каждой стороны	—	—
Срезка смеси, сдвиг валков до зазора 0,2—0,3 мм и пропуск смеси треугольником не менее 6 раз	11	2
(При последующем введении ингредиентов величину зазора регулируют так, чтобы между вальцами находился хорошо обрабатываемый запас смеси)		
Введение технического углерода. Технический углерод вводят медленно небольшими порциями равномерно по всей длине вальца. После введения примерно половины количества технического углерода подрезают смесь на $\frac{3}{4}$ валка не менее 7 раз с каждой стороны	13	6
Медленно небольшими порциями, равномерно по всей длине вальца вводят вторую половину технического углерода и технический углерод с противня	19	7
Подрезают смесь на $\frac{3}{4}$ валка не менее 7 раз с каждой стороны	—	—
Срезка смеси, сдвиг валков до зазора 0,2—0,3 мм и пропуск смеси треугольником не менее 6 раз	—	—
Введение серы	26	4
Подрезка смеси на $\frac{3}{4}$ валка не менее 5 раз с каждой стороны с последующим пропуском смеси треугольником после каждого подреза	—	—
Срезка смеси, сдвиг валков до зазора 0,2—0,3 мм и пропуск смеси треугольником не менее 15 раз	30	5
Снятие смеси с вальцов по истечении 35-й минуты в виде листа толщиной 1,0—1,2 мм		

Таблица 4

Операции смешения	Время начала смешения с момента подачи каучука на вальцы, мин	Время обработки, мин
Разогрев каучук пропускают два раза между вальцами свисающей шкуркой при зазоре 0,5—0,6 мм; затем вальцуют при зазоре 0,7—0,8 мм и подрезают на $\frac{3}{4}$ вальца с каждой стороны через 30 с.	0	2
(При последующем введении ингредиентов величину зазора регулируют так, чтобы между вальцами находился хорошо обрабатываемый запас смеси)		
Введение стеарина и окиси цинка	2	2
Подрезка смеси на $\frac{3}{4}$ вальца по три раза с каждой стороны	—	—
Введение $\frac{1}{2}$ части технического углерода и $\frac{1}{2}$ части масла	4	12
Подрезка смеси на $\frac{3}{4}$ вальца по семь раз с каждой стороны	—	—
Введение $\frac{1}{2}$ части технического углерода и $\frac{1}{2}$ части масла	16	12
Подрезка смеси на $\frac{3}{4}$ вальца по семь раз с каждой стороны	—	—
Введение сантокура и серы	28	4
Подрезка смеси на $\frac{3}{4}$ вальца по шесть раз с каждой стороны	—	—
Срезка смеси, сдвиг валков до зазора 0,8 мм и пропуск смеси рулоном вертикально шесть раз	32	3
Снятие смеси с вальцев по истечении 35-й минуты толщиной 6 мм		

Ингредиенты вводят в смесь равномерно по всей длине вальца.

Смесь не подрезают, если в запасе имеются ингредиенты, не вошедшие в каучук. Битум и стеариновую кислоту, залипающие на поверхности валков, срезают металлическим скребком или ножом.

При провисании смеси в процессе смешения ее подают в зазор без подрезания и уменьшают зазор.

1.2.1, 1.2.2. (Измененная редакция, Изм. № 3).

1.3. Подготовка пробы и приготовление образцов

1.3.1. Вальцуемость определяют без предварительной обработки резиновой смеси.

1.3.2. Для определения вязкости по Муни и способности резиновой смеси к преждевременной вулканизации (150 ± 1) г резиновой смеси, приготовленной по п. 1.1, пропускают три раза через зазор вальцев, техническая характеристика которых дана в ГОСТ

27109—86 (I вариант) при фрикции 1:1,24+1,27, зазоре между валками $(1,5 \pm 0,15)$ мм и температуре поверхности валков $(35 \pm 5)^\circ\text{C}$.

Смесь вытягивают в виде свободно свисающего листа; перед вторым пропуском лист складывают вдвое или втрое, в зависимости от его длины, и подают боковой стороной в зазор между валками; третий раз лист пропускают развернутым.

Толщина листа смеси непосредственно после снятия с вальцев должна быть 3—4 мм. Образцы заготавливают по ГОСТ 10722—76 (разд. А) из шкурки, охлажденной на воздухе не менее 30 мин.

Допускается определять вязкость образцов, изготовленных непосредственно из смеси, снятой с вальцев в виде листа толщиной не более 8 мм.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2, 3).

2. ПРОВЕДЕНИЕ ИСПЫТАНИЯ

2.1. Определение вальцуемости

Вальцуемость характеризуется величиной критического зазора между валками (по свинцу с каучуком) в миллиметрах, при котором резиновая смесь начинает отставать от валков в зазоре и самопроизвольно сходит с валков.

2.1.1. Величину зазора между валками (по свинцу с каучуком) устанавливают по ГОСТ 27109—86.

2.1.2. (150 ± 1) г резиновой смеси, приготовленной по п. 1.1 не менее чем за 2 ч до испытания, подают на нагретые до $(80 \pm 5)^\circ\text{C}$ вальцы, техническая характеристика которых указана в ГОСТ 27109—86 (I вариант), при зазоре 0,50 мм и пропускают ее один раз. Затем смесь разогревают на вальцах в течение 1 мин, подрезая на $\frac{3}{4}$ валка по пять раз с каждой стороны, и вальцуют еще 1 мин без подрезов.

По истечении этого времени дают визуальную оценку вальцуемости. Величина критического зазора 0,50 мм и менее, если смесь отстает в зазоре по всей длине переднего валка и самопроизвольно сходит с него. В противном случае величиной критического зазора считают 0,51 мм и более.

При необходимости определения точной величины критического зазора осторожным попеременным вращением нажимных винтов увеличивают зазор до тех пор, пока смесь самопроизвольно не сойдет с валков, затем очень осторожным попеременным вращением нажимных винтов, уменьшая зазор и загружая смесь на вальцы, устанавливают момент, когда смесь «сядет» на валки, и измеряют после снятия смеси зазор между валками (d_1) с погрешностью не более 0,05 мм. Снова загружают смесь на вальцы и измеряют величину зазора (d_2), при котором смесь начинает сходиться с валков.

С. 6 ГОСТ 19920.19—74

Если разница между d_1 и d_2 составляет не более 0,2 мм, определение можно считать законченным и при этом

$$d_{\text{критич}} = \frac{d_1 + d_2}{2}.$$

(Измененная редакция, Изм. № 1, 3).

2.2. Вязкость по Муни определяют по ГОСТ 10722—76 на большом роторе при температуре 100°C через 4 мин от начала вращения ротора.

Время предварительной выдержки образца в приборе 1 мин.

2.3. Способность к преждевременной вулканизации на приборе типа Муни определяют по ГОСТ 10722—76 при $(120 \pm 1)^\circ\text{C}$.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

Изменение № 4 ГОСТ 19920.19—74 Каучуки синтетические стереорегулярные бутадиеновые. Методы определения вальцуемости, вязкости по Муни и способности к преждевременной вулканизации резиновых смесей

Утверждено и введено в действие Постановлением Госстандарта России от 16.09.92 № 1194

Дата введения 01.01.93

Вводную часть дополнить словами: «и оценки вулканизационных характеристик».

Раздел 1а. Третий абзац. Исключить слово: «точности»; заменить ссылкой: ГОСТ 24104—80 на ГОСТ 24104—88, ГОСТ 11358—74 на ГОСТ 11358—89.

Пункт 1.1. Таблицы 1, 2. Примечание исключить; таблицу 2 изложить в новой редакции:

Таблица 2

Рецепт Б

Наименование ингредиента	Номер стандартного ингредиента НБС*	Массовая доля в каучуке	
		немаслона-полненном	маслона-полненном
Бутадиеновый каучук	—	100,00	100,00
Оксид цинка	370	3,0	3,0
Печной технический углерод из масля-ного сырья (НАФ) ¹	378	60,00	60,00
Стеариновая кислота	372	2,00	2,00
Нафтенное масло типа 103 (нефтя-ное) ²	—	15,00	—
Сера	371	1,50	1,50
TBBS ³	384	0,90	0,90
Всего:		182,40	167,40

Рассчитанная плотность, мг/м³ | 1,11 | 1,14—1,16⁴

* Национальное бюро стандартов США.
¹ Вместо технического углерода НБС 378 может быть использован контрольный техни-ческий углерод марок ТУК или КТУ.
² Масло плотностью 0,92 г/см³. Подходят также масла sircosol 4240 или schellflex 724, но результаты могут быть различными.
 Масло ASTM, тип 103 имеет следующие характеристики:
 кинематическая вязкость при 100°C — (16,8±1,2) мм²/с;
 вязкостно-весовая константа (ВВК) — 0,889±0,002.
 ВВК рассчитывают из универсальной вязкости Saybolt при температуре 37,8°C и от-носительной плотности при 15,5/15,5°C. Для расчета используют уравнение

$$ВВК = \frac{10d - 1,075 \cdot 2 \cdot \log_{10}(v - 38)}{10 - \log_{10}(v - 38)}$$

где d — относительная плотность при 15,5/15,5°C;
 v — универсальная вязкость saybolt при 37,8°C.
 N-трет-бутил-2-бензотиазол сульфенамид.
 Его поставляют в виде порошка с исходной массовой долей нерастворимого в эфире или этаноле вещества менее 0,3%. Материал хранят при комнатной температуре в за-крытом контейнере и каждые 6 мес проверяют содержание не растворимого в эфире или этаноле вещества. Если массовая доля превысит 0,75%, материал бракуют или перекри-сталлизуют.
 Ингредиенты должны соответствовать эталонным ингредиентам НБС или эквивалент-ным национальным стандартам. Допускается применять отечественные контрольные ин-гредиенты, аттестованные в качестве стандартных.
⁴ Рассчитано на 37,5 %-ный маслонеполненный бутадиеновый каучук.

(Продолжение см. с. 152)



(Продолжение изменения к ГОСТ 19920.19—74)

Пункт 1.1.2. Заменить слова: «по обоим рецептам» на «по рецепту А».

Пункт 1.2.1 дополнить абзацами: «Ингредиенты вводят в смесь равномерно по всей длине валька.

Смесь не подрезают, если в запасе имеются ингредиенты, не вошедшие в каучук. Битум и стеариновую кислоту, залипающие на поверхности валков, срезают металлическим скребком или ножом.

При провисании смеси в процессе смешения ее подают в зазор без подрезания и уменьшают зазор».

Пункт 1.2.2 изложить в новой редакции: «1.2.2. Для приготовления смеси по рецепту Б от объединенной пробы, приготовленной по ГОСТ 27109—86, берут такое количество каучука, чтобы получить массу стандартной смеси в граммах, превышающую в два раза массу всех ингредиентов, указанных в табл. 2. Смешение проводят при температуре поверхности валков (35 ± 5) °С по режиму, указанному в табл. 4.

Ингредиенты вводят в смесь медленно и равномерно по всей длине валька. Смесь не подрезают, если в запасе имеются ингредиенты, не вошедшие в каучук.

В процессе смешения в зазоре вальцов необходимо поддерживать хорошо обрабатываемый запас смеси. Если этого нельзя достичь при установленном зазоре, его следует слегка отрегулировать.

Таблица 4

Последовательность операций смешения	Продолжительность, мин	Общее время, мин
а) Загружают каучук два раза на валки при зазоре $(0,45 \pm 0,01)$ мм, затем его листуют. Делают по два подреза на 3/4 валька с каждой стороны	2	2
б) Вводят стеариновую кислоту и оксид цинка. Делают по три подреза на 3/4 валька с каждой стороны	2	4
в) Вводят (попеременно) 1/2 части масла и 1/2 части технического углерода. Делают по семь подрезов на 3/4 валька с каждой стороны	12	16
г) Вводят (попеременно) 1/2 части масла и 1/2 части технического углерода. Собирают технический углерод с поддона и вводят в смесь. Делают по семь подрезов на 3/4 валька с каждой стороны	12	28
д) Вводят TBBS и серу. Делают по шесть подрезов на 3/4 валька с каждой стороны	4	32
е) Срезают смесь с вальцов, устанавливают зазор между вальками $(0,7—0,8)$ мм и пропускают смесь рулоном вертикально шесть раз	3	35
ж) Листуют смесь до толщины приблизительно 6 мм и проверяют массу. При необходимости отбирают образец для испытаний на вулканетре		
з) Листуют смесь до толщины приблизительно 2,2 мм для заготовки пластин к испытанию или другой требуемой толщины для заготовки образцов в форме колец		
		Общее время 35 мин

Примечание. Для облегчения введения в каучук масла рекомендуется предварительно готовить пасту, состоящую из 100 см^3 масла и 30 г технического углерода.

(Продолжение см. с. 153)

(Продолжение изменения к ГОСТ 19920.19—74)

Смесь после смешения до вулканизации кондиционируют от 2 до 24 ч при температуре (23 ± 2) °С.

Пункты 1.3.2, 2.1.2. Первый абзац. Заменить слова: «приготовленной по п. 1.1» на «приготовленной по п. 1.1, рецепт А».

Раздел 2 дополнить пунктом — 2.4: «2.4. Оценка с помощью вулканметра с колеблющимся диском

Измеряют показатели согласно ГОСТ 12535—84 при следующих условиях испытаний:

www.rtitd-gost.narod.ru *(Продолжение см. с. 154)*

www.rtitd-gost.narod.ru

(Продолжение изменения к ГОСТ 19920.19—74)

частота колебаний — 1,7 Гц (100 циклов в минуту);
амплитуда колебаний — 1°;
чувствительность должна обеспечивать не менее 75 % полного смещения;
температура полуформ — $(160,0 \pm 0,1)$ °С;
время предварительного прогрева — не прогревают, если применяют малый ротор; 1 мин, если применяют большой ротор».

(ИУС № 12 1992 г.)

www.rtitd-gost.narod.ru

www.rtitd-gost.narod.ru