

目 次

	ページ
序文	1
1 適用範囲	1
2 引用規格	1
3 試料採取	2
4 原料ゴムの物理試験及び化学試験	2
4.1 ムーニー粘度	2
4.2 揮発分	2
4.3 灰分	2
5 混練り方法	3
5.1 標準配合	3
5.2 手順	3
6 加硫試験機による加硫特性試験	5
6.1 ディスク加硫試験機による試験	5
6.2 ダイ加硫試験機による試験	5
7 練りゴム加硫物の引張試験	5
8 精度	6
9 試験報告書	6
附属書 JA (参考) 精度	7
附属書 JB (参考) JIS と対応する国際規格との対比表	9

まえがき

この規格は、工業標準化法第 14 条によって準用する第 12 条第 1 項の規定に基づき、日本ゴム工業会 (JRMA) 及び財団法人日本規格協会 (JSA) から、工業標準原案を具して日本工業規格を改正すべきとの申出があり、日本工業標準調査会の審議を経て、経済産業大臣が改正した日本工業規格である。これによって **JIS K 6389** : 1999 は改正され、この規格に置き換えられた。

この規格は、著作権法で保護対象となっている著作物である。

この規格の一部が、特許権、出願公開後の特許出願、実用新案権又は出願公開後の実用新案登録出願に抵触する可能性があることに注意を喚起する。経済産業大臣及び日本工業標準調査会は、このような特許権、出願公開後の特許出願、実用新案権又は出願公開後の実用新案登録出願に係る確認について、責任はもたない。

合成ゴム—ハロゲン化 IIR—試験方法

Halogenated isobutene-isoprene rubber (BIIR and CIIR) —Test methods

序文

この規格は、2005 年に第 4 版として発行された **ISO 7663** を基に、技術的内容を変更して作成した日本工業規格である。

なお、この規格で点線の下線を施してある箇所は、対応国際規格を変更している事項である。変更の一覧表にその説明を付けて、**附属書 JB** に示す。

警告 この規格の利用者は、通常の実験室での作業に精通しているものとする。この規格は、その使用に関連して起こるすべての安全上の問題を取り扱おうとするものではない。この規格の利用者は、各自の責任において安全及び健康に対する適切な措置をとらなければならない。

1 適用範囲

この規格は、臭素化イソブテン・イソプレンゴム (BIIR) 及び塩素化イソブテン・イソプレンゴム (CIIR) (以下、これらを“ハロゲン化 IIR”という) の原料ゴムの化学試験、物理試験及び加硫特性を評価するための標準配合、混練り手順並びに加硫特性試験方法について規定する。

注記 この規格の対応国際規格及びその対応の程度を表す記号を、次に示す。

ISO 7663 : 2005, Halogenated isobutene-isoprene rubber (BIIR and CIIR) —Evaluation procedures (MOD)

なお、対応の程度を表す記号 (MOD) は、**ISO/IEC Guide 21** に基づき、修正していることを示す。

2 引用規格

次に掲げる規格は、この規格に引用されることによって、この規格の規定の一部を構成する。これらの引用規格のうちで、西暦年を付記してあるものは、記載の年の版を適用し、その後の改正版 (追補を含む。) には適用しない。西暦年の付記がない引用規格は、その最新版 (追補を含む。) を適用する。

JIS K 1410 酸化亜鉛

JIS K 3331 工業用硬化油・脂肪酸

JIS K 6228 ゴム—灰分の定量

注記 対応国際規格 : **ISO 247** : 1990, Rubber—Determination of ash (MOD)

JIS K 6238 : 2001 原料ゴム—揮発分の求め方 (定量)

注記 対応国際規格 : **ISO 248** : 1991, Rubbers, raw—Determination of volatile-matter content (MOD)

JIS K 6250 ゴム—物理試験方法通則

注記 対応国際規格：ISO 23529, Rubber—General procedures for preparing and conditioning test pieces for physical test methods (MOD)

JIS K 6251 加硫ゴム及び熱可塑性ゴム—引張特性の求め方

注記 対応国際規格：ISO 37, Rubber, vulcanized or thermoplastic—Determination of tensile stress-strain properties (MOD)

JIS K 6298 原料ゴム—天然ゴム・合成ゴム—試験用試料の採取手順

注記 対応国際規格：ISO 1795 : 2000, Rubber, raw natural and raw synthetic—Sampling and further preparative procedures (MOD)

JIS K 6299 : 2001 ゴム—試験用試料の作製方法

注記 対応国際規格：ISO 2393 : 1994, Rubber test mixes—Preparation, mixing and vulcanization—Equipment and procedures (MOD)

JIS K 6300-1 : 2001¹⁾ 未加硫ゴム—物理特性—第1部：ムーニー粘度計による粘度及びスコーチタイムの求め方

注記 対応国際規格：ISO 289-1 : 1994, Rubber, unvulcanized—Determinations using a shearing-disc viscometer—Part 1:Determination of Mooney viscosity (MOD)

対応国際規格：ISO 289-2 : 1994, Rubber, unvulcanized—Determinations using a shearing-disc viscometer—Part 2:Determination of pre-vulcanization characteristics (MOD)

注¹⁾ ムーニー粘度試験における試験片作製において、ロール通しを必要とする場合については **JIS K 6300-1** : 2001 の 5.5.2 a) 2) が ISO 1795 に対応する。ISO 1795 の対応する規格 **JIS K 6298** : 2004 では、附属書 1 の 2.3.2 b) にロール通し法を定めているが、参考であるため引用しない。

JIS K 6300-2 未加硫ゴム—物理特性—第2部：振動式加硫試験機による加硫特性の求め方

注記 対応国際規格：ISO 6502, Rubber—Guide to the use of curemeters (MOD)

3 試料採取

JIS K 6298 によって約 1.5 kg の試験室サンプルを採取し、そこから試験サンプルを準備する。

4 原料ゴムの物理試験及び化学試験**4.1 ムーニー粘度**

箇条 3 に規定する試験室サンプルから、ロール通しなしで試験片を直接切り出す。

受渡当事者間で合意がある場合、又は試験室サンプルの状態がロール通しを必要とする場合（例：極端に多孔）は、**JIS K 6300-1** の 5.5.2 a) 2) によってロール通しを行う。

試験片は、できる限り空気を含まないようにし、ロータ及びダイの表面とサンプルとの間に空気を残さないようにする。この試験片を用いて、**JIS K 6300-1** によってムーニー粘度を測定し、結果を ML(1+8) 125 °C として記録する。

4.2 揮発分

揮発分の測定は、**JIS K 6238** : 2001 の 4. に規定する熱ロール法による。

受渡当事者間で合意がある場合は、必要に応じて試験片の量を 450 g としてもよい。

4.3 灰分

灰分の測定は、**JIS K 6228** に規定する A 法又は B 法のいずれかによる。

5 混練り方法

5.1 標準配合

標準配合を、表 1 に示す。ハロゲン化 IIR (BIIR 又は CIIR) は、箇条 3 の試験室サンプルを用いる。配合剤は、日本工業規格に適合する材料を用いるか、又は受渡当事者間によって合意された材料を使用する。

配合剤のひょう量許容差は、JIS K 6299 : 2001 の 6. による。

表 1—標準配合

ゴム及び配合剤	質量部
ハロゲン化 IIR (BIIR 又は CIIR)	100.00
ステアリン酸 ^{a), b)}	1.00
カーボンブラック IRB ^{c)}	40.00
酸化亜鉛 ^{a), d)}	5.00
合計	146.00
注 ^{a)} 粉末の原料を用いる。 ^{b)} JIS K 3331 に規定する工業用ステアリン酸を用いる。 ^{c)} 入手可能な工業用標準カーボンブラック (Industry Reference Black) を用いる。 ^{d)} JIS K 1410 に規定する 1 種又は 2 種の酸化亜鉛を用いる。	

5.2 手順

5.2.1 装置及び手順

混練り、加硫並びに状態調節の装置及び手順は、JIS K 6299 : 2001 の 5., 7., 8. 及び 9. による。

5.2.2 混練り手順

5.2.2.1 一般

混練りの方法は、次のいずれかによる。

- A 法：ロール機を使用する方法
- B 法：ミニチュア密閉式混練機を使用する方法

当事者間の合意によって、A 法と B 法とで異なる混練り条件を用いてもよい。

注記 これらの混練り方法は、必ずしも同じ結果とはならない。

5.2.2.2 A 法—ロール機を使用する方法

配合量は、表 1 に示す質量部の合計の 4 倍を基本とする（すなわち、 $4 \times 146.00 \text{ g} = 584 \text{ g}$ ）。ロール表面温度は、混練り中、 $40 \text{ }^{\circ}\text{C} \pm 5 \text{ }^{\circ}\text{C}$ を維持する。

酸化亜鉛によるハロゲン化 IIR の加硫は、水分に対して非常に敏感であるため、カーボンブラックの状態調節には、次のような注意を要する。

カーボンブラックの厚みが 10 mm を超えないようにして、カーボンブラックを $125 \text{ }^{\circ}\text{C} \pm 3 \text{ }^{\circ}\text{C}$ で 1 時間、状態調節を行う。状態調節したカーボンブラックは、密閉容器中で保存する。

混練り中、良好なロールバンクの状態を維持する。維持できない場合は、ロールすき間を微調整してもよい。

混練りを行う前に、ステアリン酸とカーボンブラックとを容器内で混合する。

混練りの手順は、次による。

	所要時間 (分)	累積時間 (分)
a) ロールすき間を 0.65 mm にして、ゴムを巻き付ける。	1.0	1.0
b) あらかじめ混合したステアリン酸とカーボンブラックとを、一定量ずつロール幅に均一に、ロールの表面から加える。ロール機からこぼれた配合剤は、練りゴムへ加える。	9.5	10.5
c) ステアリン酸とカーボンブラックとの混合物が、完全に練りゴムに取り込まれたら、左右交互に 3/4 切返しを各 1 回行う。 練りゴムにとり込まれていないカーボンブラックがなくなるまで、ゴムを切り出してはいけない。	0.5	11.0
d) 酸化亜鉛を加える。	3.0	14.0
e) 酸化亜鉛が完全に練りゴムに取り込まれたら、3/4 切返しを左右交互に 3 回ずつ行う。	2.0	16.0
f) 練りゴムをロール機から切り出す。ロールすき間を 0.8 mm にして、丸め通しを 6 回行う。	2.0	18.0
g) 練りゴムを約 6 mm の厚さのシートとし、練りゴムの質量を確認する (JIS K 6299 参照)。練りゴムの質量が、理論値から -1.5 % ~ +0.5 % の範囲を超えた場合には、その練りゴムは廃棄し、練り直す。		
h) 加硫特性試験用に十分な試料を取り出す。		
i) 厚さ約 2.2 mm となるように引張試験用のシートを作製する。引張試験片がリング状試験片の場合は、JIS K 6251 に従って、これに適する厚さのシートを作製する。		
j) 箇条 6 の加硫特性試験前及び箇条 7 の加硫前に、JIS K 6250 に規定する標準温度及び湿度で 2 時間 ~ 24 時間、練りゴムを状態調節する。		

5.2.2.3 B 法—ミニチュア密閉式混練機を使用する方法

容量 64 cm³ のミニチュア密閉式混練機では、表 1 に示す質量部の合計の 0.48 倍の質量（すなわち、0.48 × 146.00 g = 70.08 g）を用いる。

5.2.2.2 に従って、カーボンブラックを状態調節する。

ロール温度 50 °C ± 5 °C、ロールすき間を 0.5 mm にしたロール機に、原料ゴムを一度通す。このシートを 20 mm 幅の短冊に切る。

ミニチュア密閉式混練機のヘッド温度は 60 °C ± 3 °C で、負荷のない状態でのロータ速度は 6.3 rad/s ~ 6.6 rad/s (60 rpm ~ 63 rpm) で、混練りする。

混練りの手順は、次による。

	所要時間 (分)	累積時間 (分)
a) 最初にステアリン酸、酸化亜鉛及びカーボンブラックを投入し、続いて 3/4 量のゴムを投入して、ラムを下げてタイマーをスタートする。	0.0	0.0
b) 混練りする。必要に応じてラムを上げて掃除を行い、ラムを下げる。残りのゴムを加える。	1.5	1.5
c) 混練りする。	3.5	5.0
d) ロータの回転を止め、ラムを上げて混合チャンバを外し、練りゴムを取り出す。練りゴムの最高温度を記録する。		

5 分間の累積練り時間後、取り出した練りゴムの最高温度は、120 °Cを超えてはならない。120 °Cを超えた場合には、混合倍率又は混練機の温度を変更して、再度混練りする。

- e) ロール表面温度を 40 °C $\pm$ 5 °C、ロールすき間を 3.0 mm に調節した練りロール機に、手早く練りゴムの 2 回通す。又は、練りゴムの 2 枚のステンレス板の間に挟み、30 °C $\pm$ 5 °C で 100 kN の力を 5 秒間加えて押しつぶす。
- f) 練りゴムの質量を確認する (JIS K 6299 参照)。練りゴムの質量が理論値から -1.5 % $\sim$ +0.5 % の範囲を超えた場合には、その練りゴムは廃棄し、練り直す。
- g) 混練り後、JIS K 6250 に規定する温度及び湿度で 2 時間 $\sim$ 24 時間の範囲で練りゴムの状態調節する。6.1 又は 6.2 に必要な、加硫特性試験用試料を切り取る。
- h) 必要であれば、厚さ約 2.2 mm となるように引張試験用のシートを作製する。引張試験片がリング状試験片の場合は、JIS K 6251 によって、これに適する厚さにシートを作製する。状態調節は g) と同様にする。

6 加硫試験機による加硫特性試験

6.1 ディスク加硫試験機による試験

次の標準試験項目を JIS K 6300-2 の 8. によって測定する。

M_L , M_{H1} , t_{s1} , $t'_c(50)$ 及び $t'_c(90)$

試験条件は、次を用いる。

振動数：1.7 Hz (100 cpm)

振幅角度：1° ただし、3° の振幅角度で測定する場合は、 t_{s1} に代えて t_{s2} を測定する。

選択感度： M_H の値が、フルスケールの少なくとも 75 % となるように選択する。

ダイ温度：160 °C $\pm$ 0.3 °C

予備加熱：なし

6.2 ダイ加硫試験機による試験

次の標準試験項目を、JIS K 6300-2 によって測定する。

M_L , M_{HR} , t_{s1} , $t'_c(50)$, $t'_c(90)$

試験条件は、次を用いる。

振動数：1.7 Hz (100 cpm)

振幅角度：0.5° ただし、1° の振幅角度で測定する場合は、 t_{s1} に代えて t_{s2} を測定する。

選択感度： M_{HR} の値が、フルスケールの少なくとも 75 % となるように選択する。

ダイ温度：160 °C $\pm$ 0.3 °C

予備加熱：なし

7 練りゴム加硫物の引張試験

シートは 150 °C で 15 分間、30 分間及び 45 分間の条件で加硫する。加硫シートは、JIS K 6250 に規定する標準試験室温度及び湿度で、16 時間 $\sim$ 96 時間状態調節し、JIS K 6251 によって、引張試験を行う。

注記 B 法 (ミニチュア密閉式混練機を使用する方法) では、加硫特性試験用及び引張試験用シート一枚分の練りゴムしか得られない。望ましい加硫条件は、150 °C、45 分であるが、他の条件でもよい。

8 精度

対応国際規格では、この箇条において、精度について規定しているが、この規格では不要であり不採用とし附属書（参考）に移した（附属書 JA を参照）。

9 試験報告書

試験報告書には、次の事項を含める。

- a) 規格番号
- b) 試料を特定するための必要事項
- c) 灰分測定に用いた試験方法（JIS K 6228 の A 法又は B 法）
- d) 使用した原材料名
- e) 5.2.2 の混練りに用いた方法（A 法又は B 法）
- f) 混練り及び状態調節時の試験室の環境条件
- g) 箇条 6 の、次の項目
 - 使用した加硫試験機の種類と使用した規格
 - 振幅角度
- h) 箇条 7 で使用した加硫時間
- i) 特記事項
- j) 規格にない付帯事項
- k) 試験結果及び使用した単位
- l) 試験年月日

附属書 JA

(参考)

精度

序文

この附属書は、対応国際規格である ISO 7663 の箇条 8 について、内容を変更することなく作成したものであって、規定の一部ではない。

JA.1 一般

室内再現精度及び室間再現精度の計算は、ISO/TR 9272 による。

注記 精度計算は、ASTM D3958 : 95 のデータに基づいている。

JA.2 精度の詳細

試験室間の精度（タイプ 2）は、二つの異なるゴム（BIIR 及び CIIR）を用い、試験室間プログラムによって、5 か所の試験室で別々の日を 2 日選び実施した。

JA.3 精度の結果

室内再現精度及び室間再現精度の評価結果を、表 JA.1 に示す。

表 JA.1 中に用いた記号の定義は、次による。

r : 室内再現精度（測定単位で表示）

この値は、同一試験室内での二つの測定結果の差の絶対値が、指定の信頼限界で、この値以下に収まることが期待される値である。

(r) : 室内再現精度 %（百分率で表示）

試験結果は、同一とみなすことができる試験材料について、同一の方法を用い、同一条件（測定者、装置及び試験室が同じ場合）の下に、指定の期間内に得た。特に断らない限り、信頼限界は 95 % である。

R : 室間再現精度（測定単位で表示）

この値は、異なる試験室間二つの測定結果の差の絶対値が、指定の信頼限界で、この値以下に収まることが期待される値である。

(R) : 室間再現精度 %（百分率で表示）

試験結果は、同一とみなすことのできる試験材料について、同一の方法を用い、異なる条件（測定者、装置及び試験室が異なる場合）の下に、指定期間内に得た。特に断らない限り、信頼限界は 95 % である。

S_r : 測定単位での室内標準偏差

S_R : 測定単位での室間標準偏差

表 JA.1—各種試験項目での精度（タイプ 2）

特性	単位	中央値	試験室内			試験室間		
			S_r	r	(r)	S_R	R	(R)
M_L	dNm	12.3	(0.50) 0.21	(1.42) 0.59	(11.5) 4.8	(1.8) 1.02	(4.25) 2.89	(38.6) 23.5
M_H	dNm	23.5	(0.51) 0.33	(1.44) 0.93	(6.1) 4.0	(1.73) 1.07	(4.90) 3.03	(20.9) 12.9
t_{s1}	min	3.1	(0.16) 0.19	(0.45) 0.54	(14.5) 17.4	(0.39) 0.39	(1.10) 1.10	(35.5) 35.5
$t'_c(90)$	min	13.1	(0.62) 0.38	(1.75) 1.08	(13.4) 8.2	(2.29) 1.72	(6.48) 4.87	(49.5) 37.2
引張試験								
伸び 300 %時 引張応力	MPa	6.6	(0.41) 0.38	(1.16) 1.08	(17.6) 16.4	(0.61) 0.75	(1.73) 2.12	(26.2) 32.1
破断時 引張強さ	MPa	14.35	(0.57) 0.62	(1.60) 1.75	(11.1) 12.2	(2.15) 1.58	(6.08) 4.47	(42.2) 31.0
破断伸び	%	495	(48) 33	(136) 93	(27.5) 18.8	(41.5) 21.5	(118) 61	(23.8) 123
注記 $M_L, M_H, t_{s1}, t'_c(90)$ のすべては、ダイ温度 160 °C、振動数 1.7 Hz、振幅角度 1° で測定した。ミニチュア密閉式混練機のデータは括弧内に記した。 (r) と (R) の算出には中央値を使用した。								

参考文献 [1] ISO/TR 9272 : 1986, Rubber and rubber products—Determination of precision for test method standards

[2] ASTM D 3958 : 95, Standard test methods for rubber—Evaluation of BIIR and CIIR (Halogenated Isobutene—Isoprene Rubber) (95 年版は廃止されている。)

附属書 JB

(参考)

JIS と対応する国際規格との対比表

JIS K 6389 : 2007 合成ゴム—ハロゲン化 IIR—試験方法					ISO 7663 : 2005, Halogenated isobutene-isoprene rubber (BIIR and CIIR)—Evaluation procedures		
(Ⅰ) JIS の規定		(Ⅱ) 国際規格 番号	(Ⅲ) 国際規格の規定		(Ⅳ) JIS と国際規格との技術的差異の箇条 ごとの評価及びその内容		(Ⅴ) JIS と国際規格との技術的差 異の理由及び今後の対策
箇条番号 及び名称	内容		箇条番号	内容	箇条ごと の評価	技術的差異の内容	
5.1 標準配 合	標準配合のための 薬品		5.1	標準配合のための薬品	変更	配合剤の JIS 及びひょう量許容 差を明示した。	使用する配合剤の適用規格及びひ ょう量許容差を明確にしたもので、 技術的な差異はない。
8 精度	精度データを削除		8	精度データを規定	変更	附属書 JA に移行した。	内容は、データだけ記載され、規定 ではない点及び精度計算に用いて いる ISO/TR 9272 が引用されてい ない点を考慮して、本体から削除し て、附属書 JA に移行した。
附属書 JA (参考)	精度		—	—			—

JIS と国際規格との対応の程度の全体評価：ISO 7663 : 2005 : MOD

関連する外国規格 ASTM D 3958 : 1995

注記 1 箇条ごとの評価欄の用語の意味は、次による。

- 追加……………国際規格にない規定項目又は規定内容を追加している。
- 変更……………国際規格の規定内容を変更している。

注記 2 JIS と国際規格との対応の程度の全体評価欄の記号の意味は、次による。

- MOD……………国際規格を修正している。