



รายงานวิจัยฉบับสมบูรณ์

โครงการวิจัย

มาตรฐานสากลสำหรับกระบวนการตรวจสอบยางครัมป์วัลคาไนซ์
International Standard for Vulcanized Crumbs Rubber - Evaluation
Procedure (ISO16097)

โดย

ดร. ณัฐพงศ์ นิธิอุทัย

ดร. ตุลยพงษ์ ตุลยพิทักษ์

ดร. อนุวัติ แซ่ตั้ง

ภาควิชาเทคโนโลยียางและพอลิเมอร์ คณะวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี

มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์ วิทยาเขตปัตตานี

ชุดโครงการ “การวิจัยเพื่อพัฒนามาตรฐานผลิตภัณฑ์ยางไทย”

สนับสนุนโดยสำนักงานคณะกรรมการวิจัยแห่งชาติ (วช.)

และสำนักงานกองทุนสนับสนุนการวิจัย (สกว.)

(ความเห็นในรายงานนี้เป็นของผู้วิจัย วช.-สกว. ไม่จำเป็นต้องเห็นด้วยเสมอไป)

บทสรุปรายงานสำหรับผู้บริหาร (Executive Summary)

รหัสโครงการ : RDG5550098

ชื่อโครงการ มาตรฐานสากลสำหรับกระบวนการตรวจสอบยางครัมป์วัลคาไนซ์
(ภายใต้แผนงาน “การวิจัยเพื่อพัฒนามาตรฐานผลิตภัณฑ์ยางไทย”)
International Standard for Vulcanized Crumbs Rubber – Evaluation
Procedure (ISO16097)
(Under “Research to Develop Standards for Rubber Products”
Project)

หัวหน้าโครงการ : ดร. ณัฐพงศ์ นิธิอุทัย

หน่วยงาน: ภาควิชาเทคโนโลยียางและพอลิเมอร์ คณะวิทยาศาสตร์และ
 เทคโนโลยี มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์ วิทยาเขตปัตตานี

โทรศัพท์ 0815433177 โทรสาร 073-331099 E-mail: nattapong@nithiuthai.com

ระยะเวลาโครงการ : 1 ส. ค. 2555 – 31 ก. ค. 2556

ความสำคัญของปัญหา / ความจำเป็น

มาตรฐาน ISO16097 “Vulcanized crumbs rubber – Evaluation procedure” เป็น
มาตรฐานภายใต้ ISO/TC45/SC3/WG5 กล่าวคือ คณะอนุกรรมการ 3 (Secretariat 3 : SC3)
Raw materials (including latex) for use in the rubber industry และ คณะทำงาน 5 (WG5)
Synthetic and reclaim rubber

ในปัจจุบันประธานคณะกรรมการวิชาการ 45 เป็นประเทศมาเลเซีย ประธานคณะ
อนุกรรมการ 3 เป็นประเทศอิตาลี ส่วน Convenor ของ WG5 เป็นประเทศฝรั่งเศส ซึ่งปัจจุบัน
ประเทศไทยเป็น Project Leader สำหรับมาตรฐาน ISO16097 “Vulcanized crumbs rubber –
Evaluation procedure” นำโดยคุณบุญหาญ อุ่อุตม์ยิ่ง ตามการประชุม ISO/TC45/SC3 ที่เมือง
โยโกฮามา ประเทศญี่ปุ่น เมื่อวันที่ 20 ตุลาคม 2554 (Resolution N19/2011 Yokohama –
Japan)

วัตถุประสงค์ของโครงการ(ตามสัญญาฯรับทุน)

1. เพื่อเตรียมกระบวนการที่เหมาะสมในการตรวจสอบยางครัมป์วัลคาไนซ์
2. เพื่อร่างมาตรฐานการตรวจสอบยางครัมป์วัลคาไนซ์เพื่อนำเสนอในระดับ
ASEAN

3. เพื่อร่างและผลักดันมาตรฐานเข้าระบบ ISO (ISO16097)

ผลการวิจัย (โปรดสรุปสั้นๆ สอดคล้องกับวัตถุประสงค์และoutputs ของโครงการ)

โครงการได้วิจัยเพื่อให้ได้กระบวนการที่เหมาะสมในการตรวจสอบยางครัมป์วัลคาไนซ์เป็นผลสำเร็จ ได้ร่างมาตรฐานการตรวจสอบยางครัมป์วัลคาไนซ์ที่ได้รับการสนับสนุนจากกลุ่มประเทศสมาชิกร่วมทำงาน และได้ออกเป็นมาตรฐานสากล ISO/TS 16097 : Vulcanized crumb rubber – Evaluation procedures ในวันที่ 1 ตุลาคม 2556 ตามเอกสารแนบ

การนำผลงานวิจัยไปใช้ประโยชน์ / หน่วยงานที่นำผลงานวิจัยไปใช้ประโยชน์

มาตรฐานสากล ISO/TS 16097 : Vulcanized crumb rubber – Evaluation procedures

รายงานฉบับสมบูรณ์

โครงการ“มาตรฐานสากลสำหรับกระบวนการตรวจสอบอย่างครัมป์วัลคาไนซ์”

คณะผู้วิจัย	สังกัด
1. ดร. ณัฐพงศ์ นิธิอุทัย	ภาควิชาเทคโนโลยียางและพอลิเมอร์ คณะ วิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์ วิทยาเขตปัตตานี
2. ดร. ดุลยพงษ์ ดุลยพิทักษ์	ภาควิชาเทคโนโลยียางและพอลิเมอร์ คณะ วิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์ วิทยาเขตปัตตานี
3. ดร. อนุวัติ แซ่ตั้ง	ภาควิชาเทคโนโลยียางและพอลิเมอร์ คณะ วิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์ วิทยาเขตปัตตานี

สนับสนุนโดยสำนักงานคณะกรรมการการวิจัยแห่งชาติ (วช.)

และสำนักงานกองทุนสนับสนุนการวิจัย (สกว.)

(ความเห็นในรายงานนี้เป็นของผู้วิจัย วช. - สกว. ไม่จำเป็นต้องเป็นด้วยเสมอไป)

บทคัดย่อ

มาตรฐาน ISO16097 “Vulcanized crumbs rubber – Evaluation procedure” เป็นมาตรฐานภายใต้ ISO/TC45/SC3/WG5 กล่าวคือ คณะอนุกรรมการ 3 (Secretariat 3 : SC3) Raw materials (including latex) for use in the rubber industry และ คณะทำงาน 5 (WG5) Synthetic and reclaim rubber ในปัจจุบันประธานคณะกรรมการวิชาการ 45 เป็นประเทศมาเลเซีย ประธานคณะอนุกรรมการ 3 เป็นประเทศอิตาลี ส่วน Convenor ของ WG5 เป็นประเทศฝรั่งเศส ซึ่งปัจจุบันประเทศไทยเป็น Project Leader สำหรับมาตรฐาน ISO16097 “Vulcanized crumbs rubber – Evaluation procedure” ตามการประชุม ISO/TC45/SC3 ที่เมืองโยโกฮามา ประเทศญี่ปุ่น เมื่อวันที่ 20 ตุลาคม 2554 (Resolution N19/2011 Yokohama – Japan) โครงการได้วิจัยเพื่อให้ได้กระบวนการที่เหมาะสมในการตรวจสอบยางครัมป์วัลคาไนซ์เป็นผลสำเร็จ ได้ร่างมาตรฐานการตรวจสอบยางครัมป์วัลคาไนซ์ที่ได้รับการสนับสนุนจากกลุ่มประเทศสมาชิกร่วมทำงาน และได้ออกเป็นมาตรฐานสากล ISO/TS 16097 : Vulcanized crumb rubber – Evaluation procedures ในวันที่ 1 ตุลาคม 2556

สัญญาเลขที่ RDG5550098
“มาตรฐานสากลสำหรับกระบวนการตรวจสอบยางครัมป์วัลคาไนซ์”
รายงานฉบับสมบูรณ์

ความสำคัญ และที่มาของปัญหา

ผลิตภัณฑ์ยางล้อเป็นผลิตภัณฑ์หลักที่ใช้ยางทั้งยางธรรมชาติและยางสังเคราะห์ โดยประมาณร้อยละเจ็ดสิบของปริมาณยางจะถูกนำไปผลิตเป็นยางล้อ ในปี 2009 คิดเป็นปริมาณยางถึง 15 ล้านตัน ในขณะที่ในประเทศที่พัฒนาแล้วเช่น สหรัฐอเมริกา สามารถบริหารจัดการยางล้อใช้แล้วได้สูงถึง 96–100% และสามารถนำไปใช้ประโยชน์เชิงพาณิชย์ได้มากถึง 89% โดยร้อยละ 40 ของการใช้ประโยชน์ถูกนำไปใช้เป็นเชื้อเพลิง รองลงมาร้อยละ 26 ถูกทำเป็นยางครัมป์ (Rubber Manufacturers Association, 2011) การใช้ประโยชน์ยางครัมป์ในช่วงปี 2002 แสดงในตารางที่ 1

ตารางที่ 1 การใช้ประโยชน์ยางครัมป์ในเชิงพาณิชย์ของประเทศสหรัฐอเมริกาในปี 2002

Market	Weight in Millions of Pounds	Percent	Mesh Range
Molded products	307	31	3/8 inch–40 mesh
Asphalt modification	292	29	4–200 mesh
Sport surfacing	141	14	1/4 inch–40 mesh
Tire and automotive products	112	11	10–40 mesh and 80 mesh for tires
Plastic blends	38	4	10–120 mesh
Animal bedding	37	4	1/4–3/8 inch
Surface modifications	36	3	10–40 mesh
Construction	28	3	10–40 mesh
Other	5	1	1/4 inch–200 mesh

ประเทศไทยเป็นสมาชิกร่วมงาน (Participating member หรือ P-member) ในคณะกรรมการวิชาการคณะที่ 45 ยางและผลิตภัณฑ์ยาง (ISO/TC45) โดยรัฐบาลได้มอบหมายให้ สำนักงานมาตรฐานผลิตภัณฑ์อุตสาหกรรม เป็นสมาชิกผู้แทนประเทศไทยร่วม

พิจารณาร่างมาตรฐานต่างๆ ที่ ISO/TC45 จัดทำทั้งในการทำงานร่วมกันกับผู้แทนประเทศอื่นๆ ในต่างประเทศ และรับทั้งงานที่ต้องปฏิบัติบางเรื่องมาทำรวมไปถึงรับพิจารณาเรื่องการกำหนดมาตรฐานต่างๆ ที่คณะทำงานของ ISO/TC45 เสนอ

สำนักงานมาตรฐานผลิตภัณฑ์อุตสาหกรรม ได้แต่งตั้ง คณะกรรมการวิชาการ 253 (กว.253) มาตรฐานยาง ซึ่งประกอบด้วยผู้แทนจากสำนักงานมาตรฐานผลิตภัณฑ์อุตสาหกรรม ผู้เชี่ยวชาญและผู้ทรงคุณวุฒิจากสถาบัน องค์การทั้งภาครัฐและเอกชน เพื่อดำเนินการต่าง ๆ และได้ส่งผู้แทนไทยไปร่วมประชุมทุกปี

การทำงานของ ISO/TC45 ประกอบด้วย

1. งานกำหนดมาตรฐาน/แก้ไขปรับปรุง ทุกมาตรฐานจะเริ่มจากข้อเสนอให้กำหนดมาตรฐาน (NWIP) และร่างมาตรฐานในขั้นตอนตามลำดับดังนี้คือ CD DIS และ FDIS โดยทั่วไปมาตรฐานแต่ละเรื่องจะใช้เวลาไม่น้อยกว่า 3 ปี จึงจะสามารถประกาศใช้เป็นมาตรฐาน ISO
2. คณะทำงาน (WG) พิจารณาร่างมาตรฐานแต่ละขั้นตอนพร้อมผลการเขียนร่างมาตรฐาน ในการประชุมประจำปี Project leader (convenor หรือผู้แทนประเทศสมาชิกใน WG) จัดทำร่างตามมติการประชุม WG ส่งร่างให้ Subcommittee (SC) เพื่อเขียนขอข้อคิดเห็น ซึ่งจะสรุปผลการเขียนให้ Convenor เสนอที่ประชุม WG พิจารณาหลักการ
 - 1) ชั้น NWIP ต้องมีประเทศสมาชิกสนับสนุน/เสนอชื่อผู้แทนให้เข้าร่วมทำงานอย่างน้อย 5 ประเทศ จึงจะผ่านการลงมติให้ทำได้
 - 2) ชั้น CD หากมีข้อคิดเห็นทางวิชาการต้องดำเนินการให้ได้ข้อยุติในชั้น CD ดังนั้นประเทศใดที่มีข้อคิดเห็นและต้องการแก้ไขร่างให้เป็นไปตามต้องการ ต้องส่งผู้แทนที่มีความรู้ติดตามเรื่อง เข้าร่วมประชุม เตรียมข้อมูลเพื่อชี้แจงและหาเสียงสนับสนุนในการประชุม
 - 3) ชั้น DIS ประเทศใดจะเสนอยับยั้งทำได้ยากมากนอกจากมีข้อมูลทางวิชาการเพียงพอและประเทศสมาชิกใน WG สนับสนุนมากพอในการประชุม
 - 4) ชั้น FDIS ประเทศสมาชิกจะเสนอยับยั้งทำได้ยากมาก ต้องมีข้อคิดเห็นทางวิชาการที่ได้รับการยอมรับและมีเสียงสนับสนุน
1. คณะอนุกรรมการ (SC) กำกับดูแลการทำงานของ WG ที่อยู่ในสังกัดให้สอดคล้องกับนโยบายของ TC 45 Convenor ของ WG ต้องเสนอผล

การประชุมให้ SC ทราบ หากมีเรื่องใดที่ประเทศสมาชิกไม่เห็นด้วยใน WG สามารถเสนอใน SC ตัดสินได้ แต่ไม่บ่อยนัก

2. คณะกรรมการวิชาการ (TC) กำกับดูแลการทำงานของ SC และ WG ภายใต้ TC ให้สอดคล้องกับนโยบาย ISO ประธาน SC convenor WG ของ TC จะรายงานผลการประชุม WG ของ SC และ WG ของ TC

มาตรฐาน ISO16097 “Vulcanized crumbs rubber – Evaluation procedure” เป็นมาตรฐานภายใต้ ISO/TC45/SC3/WG5 กล่าวคือ คณะอนุกรรมการ 3 (Secretariat 3 : SC3) Raw materials (including latex) for use in the rubber industry และ คณะทำงาน 5 (WG5) Synthetic and reclaim rubber

ในปัจจุบันประธานคณะกรรมการวิชาการ 45 เป็นประเทศมาเลเซีย ประธานคณะอนุกรรมการ 3 เป็นประเทศอิตาลี ส่วน Convenor ของ WG5 เป็นประเทศฝรั่งเศส อย่างไรก็ตาม Project Leader สำหรับมาตรฐาน ISO16097 “Vulcanized crumbs rubber – Evaluation procedure” เป็นของประเทศไทย นำโดยคุณบุญหาญ อุอุมยิ่ง ตามการประชุม ISO/TC45/SC3 ที่เมืองโยโกฮามา ประเทศญี่ปุ่น เมื่อวันที่ 20 ตุลาคม 2554 (Resolution N19/2011 Yagohama – Japan)

จากเอกสารการประชุม ISO/TC45/SC3/WG5 “Synthetic and Reclaim rubber” N161 ที่เมืองโยโกฮามา ประเทศญี่ปุ่น เมื่อวันที่ 17 ตุลาคม 2554 มีแนวโน้มว่าที่ประชุมจะคงความเป็น multiple-methods-standards ของกระบวนการตรวจสอบวัตถุดิบยางสังเคราะห์ (Synthetic rubber j- Evaluation procedure) ตามรายการที่ได้แจ้งไว้ซึ่งได้แก่ Isobutene-isoprene rubber (IIR), Isoprene rubber (IR), Chloroprene rubber (CR), Styrene-butadiene rubber, Halogenated isobutene isoprene rubber (BIIR and CIIR) ในขณะเดียวกันที่กระบวนการตรวจสอบวัตถุดิบ ISO/DIS 5658 Acrylonitrile-butadiene rubber (NBR) ซึ่งอยู่ในขั้นตอน DIS ก็จะมีแนวโน้มที่เป็น multiple-methods-standards เช่นเดียวกัน รวมไปถึงการแก้ไขปรับปรุง ISO 2322:2006 SBR – Evaluation procedures และ ISO 2476:2009 BR – Evaluation procedures ซึ่งต้องมีการปรับปรุงร่วมกับ WG1 ในหัวข้อของ ISO 2393:2008 Rubber tes mixes – Preparation, mixing and vulcanization – Equipment and procedures จากความซับซ้อนและความเกี่ยวเนื่องกันของ Evaluation procedures และคณะทำงานที่หลากหลาย คาดว่าในท้ายที่สุด Evaluation procedure จะยังคงความเป็น multiple-methods-standards ต่อไป

Vulcanized crumb rubber ถูกจัดให้อยู่ในกลุ่มของ Reclaim rubber ซึ่งในการประชุมได้มีการสรุปการทำ ISO/PWIs ตามรายการต่าง ๆ ดังนี้คือ

ISO/PWI 16095 Reclaimed rubber derived from products containing mainly natural rubber –Evaluation procedure

ISO/PWI 16096 Reclaimed isobutene-isoprene (IIR) rubber – Evaluation procedure

ISO/PWI 16097 Vulcanized crumbs rubber – Evaluation procedure

ISO/PWI 16098 Vulcanized crumbs rubber – Evaluation of dispersion in rubber mixes

ซึ่งที่ประชุมมีความเห็นที่จะให้มีการนำแบบร่างที่มีการนำเสนอโดยประเทศอินเดีย ไปปรับปรุงสำหรับ ISO/PWI หัวข้อต่างๆ ที่ได้กล่าวในข้างต้นเพื่อนำเสนอที่ประชุมในการประชุมครั้งต่อไป โดย ISO/PWI 16097 มีประเทศไทยโดยคุณบุญหาญ อยู่อุดมยิ่งเป็น Project leader

ตามเอกสาร N138 (ISO/TC45/SC3/WG5, 2009) ร่างมาตรฐาน Vulcanized natural crumb rubber – Evaluation procedures (ISO/TC45/SC3/WG5, 2009) ที่นำมาเป็นต้นแบบในการปรับปรุงนั้น ได้ถูกเขียนขึ้นตามแนวทางของ Evaluation procedures ของยางประเภทอื่น ๆ ได้แก่ ISO 2302:2005, Isobutene-isoprene rubber (IIR) – Evaluation procedures, ISO 1658:1994, Natural rubber (NR) – Evaluation procedure, ISO 4659:2003, Styrene-butadiene rubber (carbon black or carbon black and oil mastebatches) – Evaluation procedure และ ISO 4097:2007, Rubber, ethylene-propylene-diene (EPDM) – Evaluation procedure ซึ่งได้ถูกกำหนดตามข้อตกลงในเอกสาร N161 (ISO/TC45/SC3/WG5, 2011) ที่จะคงความเป็น multiple-methods-standards ในชื่อมาตรฐานฉบับ WD เดิมนั้น ไม่มีกระบวนการตรวจสอบที่เป็น Physical and chemical tests เหมือนกัน Evaluation procedure ของยางประเภทอื่น ๆ โดยอ้างว่า ยางครัมป์มีความไม่สม่ำเสมอสูง ในการวิเคราะห์สมบัติทางกายภาพและเคมีจะใช้ปริมาณตัวอย่างในปริมาณน้อยซึ่งไม่เหมาะสมและไม่แนะนำ

อย่างไรก็ตามเนื่องจากความไม่สม่ำเสมอของยางครัมป์และการประยุกต์ใช้ยางครัมป์ การทดสอบสมบัติทางกายภาพและเคมีที่อาจจะคิดถึงความไม่สม่ำเสมอของวัตถุดิบ ยังเป็นการตรวจสอบที่มีประโยชน์ในการควบคุมคุณภาพและการประยุกต์ใช้ยางครัมป์ในด้านต่าง ๆ

ในช่วงเวลาเดียวกันนี้ยังมี ISO/PWI 16098 Vulcanized crumbs rubber – Evaluation of dispersion in rubber mixes ซึ่งเป็นประโยชน์ในการวิเคราะห์ความสามารถในการ disperse ของยางครัมป์ในยางมาตรฐาน และเป็นข้อมูลทางอ้อมที่สำคัญอย่างหนึ่งในการนำยางครัมป์ไปประยุกต์ใช้งาน ข้อเสนอการเตรียม ISO

ฉบับนี้จะถูกนำเสนอในเวลาเดียวกันกับมาตรฐานที่กำลังพัฒนาขึ้น ยางมาตรฐาน รวมไปถึงสูตรในการผสมอาจจะมีการนำมาเปรียบเทียบและปรับเข้าหากันในการปรับปรุงในขั้นตอนที่สูงขึ้นเพื่อสร้างมาตรฐานที่ไปในทิศทางเดียวกัน

ยางครัมป์โดยมากเนื่องจากความไม่สม่ำเสมอของยาง ไม่ว่าจะเป็นปริมาณสารตัวเติม ชนิดและปริมาณของเนื้อยาง ทำให้ในการออกสูตรเพื่อทดสอบสมบัติด้านต่างๆ ของยางคอมปอนด์ในมาตรฐานจะถูกออกแบบในลักษณะที่เป็นสารตัวเติม ตามเอกสาร N134 เสนอ 60 phr ในขณะที่เอกสาร N138 เสนอ 30 phr ในขณะที่การประยุกต์ใช้ในอุตสาหกรรมโดยมากจะใช้ได้ไม่เกินระดับ 30 phr เท่านั้น

ตรวจสอบเอกสารฉบับร่าง

จากการตรวจสอบเอกสารฉบับร่างที่ได้มาจาก ISO/TC 45 Vulcanized crumbs rubber – Evaluation procedures พบว่าร่างมาตรฐานประกอบด้วยส่วนต่าง ๆ ดังรูปที่ 1 ซึ่งจะเห็นว่าในร่างมาตรฐานนี้จะมีการทดสอบทั้งหมดแบ่งเป็นสามกลุ่มคือ Evaluation of vulcanized crumb rubber dispersion, Preparation of test mixes for evaluation และการทดสอบสมบัติต่าง ๆ ของ test mix

Contents	Page
Foreword	iv
1 Scope	1
2 Normative references	1
3 Sampling and sample preparation	1
4 Evaluation of vulcanized crumb rubber dispersion	1
5 Preparation of test mixes for evaluation	2
5.1 Standard test formulation	2
5.2 Procedure	2
5.2.1 Equipment and procedure	2
5.2.2 Mixing procedure – Two stage mixing using an internal mixer for initial mixing and a mill for final mixing	3
6 Evaluation of vulcanization characteristics by a curemeter test	4
6.1 Using an oscillating-disc curemeter	4
6.2 Using a rotorless curemeter	5
7 Evaluation of Mooney viscosity of test mixes	5
8 Evaluation of tensile stress-strain properties of vulcanized test mixes	5
9 Evaluation of Shore hardness of vulcanized test mixes	5
10 Evaluation of tear strength of vulcanized test mixes	5
11 Precision	6
12 Test report	6
Annex A (informative) Precision	7

รูปที่ 1 ส่วนประกอบของร่างมาตรฐานที่ได้รับจาก ISO/TC 45

ในการประชุม กว. 253 350-33/55 ในวันที่ 28 มิถุนายน 2555 ที่ประชุมได้ลงความเห็นให้เพิ่มเติมการหาสมบัติทางเคมี และสมบัติทางกายภาพของยางครัมป์วัลคาไนซ์ลงในร่างมาตรฐานฉบับใหม่ที่จะร่างขึ้น

ในขณะเดียวกัน ในร่างมาตรฐานฉบับเดิมนั้น ใช้สูตรยางผสมดังรูปที่ 2 ซึ่งจะเห็นว่ามีส่วนส่วนของยางครัมป์วัลคาไนซ์สูงถึง 60 phr เมื่อทดสอบทำการผสมตามร่างมาตรฐานแล้วกลับพบว่าไม่สามารถผสมยางคอมปาวด์ให้เข้ากันได้ภายในระยะเวลาที่กำหนด เนื่องจากมีปริมาณยางครัมป์สูงในขณะให้เวลาในการผสมรวมเพียง 2.75

นาที่เท่านั้น ซึ่งจากการทดลองพบว่าไม่สามารถผสมยางให้เข้ากันเป็นก้อนได้จึงต้องมีการแก้ไขสูตรยางในร่างมาตรฐานฉบับใหม่

Table 1 — Standard test formulation

Material	Parts by mass
Natural rubber TSR 20	100,00
Vulcanized crumb rubber	60,00
Industry reference black ^a	5,00
Stearic acid ^b	2,00
Zinc oxide ^b	3,00
Sulfur ^b	2,25
TBBS ^c	1,00
Total	173,25
^a The current industry reference black shall be used. ^b Powder materials shall be used (standard curing ingredients used in the industry). ^c N-tert-butyl-benzothiazole-2-sulfenamide. This is supplied in powder form having an initial insoluble-matter content, determined in accordance with ISO 11235, of less than 0,3 %. The material shall be stored at room temperature in a closed container and the insoluble matter checked every 6 months. If this is found to exceed 0,75 % the TBBS shall be discarded or recrystallized.	

รูปที่ 2 สูตรยางคอมปาวด์เพื่อใช้ในการทดสอบสมบัติในร่างมาตรฐานที่ได้รับจาก ISO/TC 45

คณะผู้วิจัยจึงได้ร่างมาตรฐาน ISO-WD 16097 ขึ้นโดยมีใจความที่สำคัญตามรายการในรูปที่ 3 ซึ่งหลักใหญ่ ๆ ที่แตกต่างจากร่างมาตรฐานเดิมที่ได้รับจาก ISO/TC 45 คือ การเพิ่มขั้นตอนการหาสมบัติทางเคมี และสมบัติทางกายภาพ และลดปริมาณยางครัมป์วัลคาไนซ์ในสูตรเพื่อทดสอบลงเหลือ 30 phr ดังรูปที่ 4 และส่งให้คณะทำงาน กว. 253 เพื่อตรวจสอบ ในการประชุม กว. 253 351-4/55 ในเดือนกรกฎาคม 2555 คณะทำงานเห็นสมควรที่จะส่งร่างมาตรฐานจากเดิมที่จะขอเป็นมาตรฐาน ISO เปลี่ยนไปเป็น Technical Specification แทน ดังนั้นร่างมาตรฐานจึงเปลี่ยนสถานะไปเป็น ISO/TS 16097 และถูกส่งให้กับ ISO/TC 45 เพื่อทำ NWIP ballot ในการประชุม ISO/TC 45 ที่ Riccione Italy ในเดือนตุลาคม 2555

ผลของ ballot ทาง ISO/TC 45 รับให้ ISO/TS 16097 เข้าในโปรแกรมของ WG5/SC 3 และจะมีการประชุมเพื่อตอบข้อ comments จากประเทศสมาชิก ดังแสดงในรูปที่ 5 และ 6 ตามลำดับ ซึ่งรายละเอียดของ NWIP ISO/TS 16097 แสดงในภาคผนวกที่ 1 โดยวิธีการทดสอบทางเคมีคณะนักวิจัยเลือกที่จะปฏิบัติตามมาตรฐานที่มีอยู่ของ ISO ในขณะที่สมบัติทางกายภาพนั้น ISO ไม่มีมาตรฐานนี้จึงเลือกที่จะใช้มาตรฐานที่มีอยู่ของ ASTM

Contents

Foreword

1. Scope
 2. Normative references
 3. Sampling and sample preparation
 4. Physical and chemical tests on raw vulcanized crumb rubber
 - 4.1. Acetone extract
 - 4.2. Ash
 - 4.3. Carbon Black
 - 4.4. Rubber content
 - 4.5. Classification
 - 4.6. Determination of particle size distribution
 5. Preparation of test mixes for evaluation
 - 5.1. Standard test formulation
 - 5.2. Procedure
 - 5.3. Equipment and procedure
 - 5.4. Mixing procedure - Two stage mixing using an internal mixer for initial mixing and a mill for final mixing
 6. Evaluation of vulcanization characteristics by a curemeter test
 - 6.1. Using an oscillating-disc curemeter
 - 6.2. Using a rotorless curemeter
 7. Evaluation of Mooney viscosity of test mixes
 8. Evaluation of tensile stress-strain properties of vulcanized test mixes
 9. Evaluation of Shore hardness of vulcanized test mixes
 10. Evaluation of tear strength of vulcanized test mixes
 11. Precision
 12. Test report
- Annex A (informative) Precision

รูปที่ 3 ส่วนประกอบของร่างมาตรฐาน NWIP ISO/TS 16097

Material	Parts by mass
Natural rubber STR 20	100.00
Vulcanized crumb rubber	30.00
Industry reference black ^a	5.00
Stearic acid ^b	2.00
Zinc oxide ^b	3.00
Sulfur ^b	2.25
TBBS ^c	1.00
Total	143.25
^a The current industry reference black shall be used. ^b Powder materials shall be used (standard curing ingredients used in the industry). ^c N-tert-butyl-benzothiazole-2-sulfenamide. This is supplied in powder form having an initial insoluble-matter content, determined in accordance with ISO 11235, of less than 0.3 %. The material shall be stored at room temperature in a closed container and the insoluble matter checked every 6 months. If this is found to exceed 0.75 % the TBBS shall be discarded or recrystallized.	

รูปที่ 4 สูตรยางคอมปาวด์เพื่อใช้ในการทดสอบสมบัติในร่างมาตรฐาน NWIP ISO/TS 16097

Title: Result of the NWIP ballot for ISO/TS 16097

Source: ISO CIB

Project(s): ISO/TS 16097 « Vulcanized crumb rubber – Evaluation procedure »

Status: ISO/TS 16097 has been registered in WG 5 work programme.
The next stage is the enquiry within SC 3 to approve the publication of the TS.
The comments were considered during WG 5 meeting in October 2012 in Riccione (Italy), in view of preparing the draft for the CD enquiry in SC 3.

รูปที่ 5 แสดงผลของ NWIP ballot ของ ISO/TS 16097

Template for comments and secretariat observations				Date: 2012-10-16	Document: ISO/TC 45/SC 3 N 1271 (ISO/TS 16097)
1	2	3	4	5	6
NO	Clause No./ Subclause No./ Annex (e.g. 3.1)	Paragraph/ Figure/Table/ Note (e.g. Table 1)	Type of comment	Comment (justification for change) by the NB	Proposed change by the NB
				Secretariat observations on each comment submitted	
CN	General			Determination of iron and fiber content should be added, because there may be some wire and fiber in the bias tire and steel-wire tire.	Accepted to add the method.
IT				The document refers to ASTM standards instead of ISO standards.	Accepted to refer to ISO 1467 for acetone determination.

รูปที่ 6 แสดงข้อ comments ของประเทศสมาชิก การตอบคำถามในที่ประชุม

ในที่ประชุม ISO/TC45/WG5/SC3 ที่เมือง Riccione Italy ในเดือนตุลาคม 2555 ข้อเสนอแนะจากประเทศจีนให้มีการเพิ่มเติมวิธีการหาปริมาณโลหะและไฟเบอร์ลงในมาตรฐานด้วยซึ่งคณะกรรมการวิจัยยอมรับที่จะนำมาแก้ไข ในขณะที่ประเทศอิตาลีมีข้อสังเกตว่ามีการเลือกใช้มาตรฐาน ASTM แทนที่จะเลือกใช้ ISO ในการร่างมาตรฐาน คณะนักวิจัยให้คำตอบไปตามแนวปฏิบัติของ ISO คือถ้ามีมาตรฐานอยู่แล้วของ ISO จะเลือกใช้มาตรฐาน ISO ก่อน และจะใช้อ้างอิงถึงมาตรฐานอื่น ๆ ก็ต่อเมื่อไม่มีมาตรฐาน ISO ในเรื่องดังกล่าว อย่างไรก็ตามสมาชิกจากประเทศอเมริกา ค่อนข้างแสดงความไม่พอใจที่จะอ้างอิงมาตรฐาน ASTM ในการทดสอบสมบัติทางกายภาพของยางครัมป์ แม้ว่า จะเป็นแนวปฏิบัติที่ตกลงไว้ของ ISO อย่างไรก็ตามคณะทำงานด้านสิ่งแวดล้อมของ ISO ได้เสนอแนะให้เลือกใช้มาตรฐานของกลุ่มยุโรปในการทดสอบสมบัติทางกายภาพของยางครัมป์วัลคาไนซ์ ซึ่งจะเป็นไปในแนวทางเดียวกันของมาตรฐานใหม่ที่กำลังจะร่างขึ้นเกี่ยวกับการจัดการสิ่งแวดล้อมจากการใช้ผลิตภัณฑ์ยาง โดยสรุปที่ประชุม ISO/TC45/WG5/SC3 ยอมรับร่างมาตรฐาน ISO/TS 16097 ทำให้ร่างมาตรฐานถูกเลื่อนเป็นระดับ Committee Draft (CD) ภายหลังการประชุมเสร็จสิ้น

คณะนักวิจัยจึงทำการแก้ไขปรับปรุง CD ISO/TS 16097 เพื่อเตรียมเป็นเอกสารในระดับต่อไป DTS คือ โดยมีเนื้อหาหลักในการแก้ไขคือการเพิ่มวิธีการหาปริมาณโลหะและไฟเบอร์ในยางครัมป์วัลคาไนซ์ และเปลี่ยนจากการอ้างอิง ASTM ในการหาสมบัติทางกายภาพไปใช้ CEN/TS ซึ่งเป็นมาตรฐานของกลุ่มยุโรปแทน เนื้อหาที่ปรับปรุงแก้ไขได้แสดงในรูปที่ 7 และเนื้อหาของ ISO DTS 16097 ได้แนบไว้ในภาคผนวกที่ 2 การทำ Inter-laboratory Program (ITP) อยู่ในภาคผนวกที่ 3 ได้ออกเป็นมาตรฐานสากล ISO/TS 16097 : Vulcanized crumb rubber – Evaluation procedures ในวันที่ 1 ตุลาคม 2556 ตามเอกสารแนบ

Contents

Foreword

1. Scope
 2. Normative references
 3. Sampling and sample preparation
 4. Physical and chemical tests on raw vulcanized crumb rubber
 - 4.1. Classification
 - 4.2. Determination of particle size distribution
 - 4.3. Determination of free steel content
 - 4.4. Determination of free textile content
 - 4.5. Acetone extract
 - 4.6. Ash
 - 4.7. Carbon Black
 - 4.8. Rubber content
 5. Preparation of test mixes for evaluation
 - 5.1. Standard test formulation
 - 5.2. Procedure
 - 5.3. Equipment and procedure
 - 5.4. Mixing procedure - Two stage mixing using an internal mixer for initial mixing and a mill for final mixing
 6. Evaluation of vulcanization characteristics by a curemeter test
 - 6.1. Using an oscillating-disc curemeter
 - 6.2. Using a rotorless curemeter
 7. Evaluation of Mooney viscosity of test mixes
 8. Evaluation of tensile stress-strain properties of vulcanized test mixes
 9. Evaluation of Shore hardness of vulcanized test mixes
 10. Evaluation of tear strength of vulcanized test mixes
 11. Precision
 12. Test report
- Annex A (informative) Precision

รูปที่ 7 ส่วนประกอบของร่างมาตรฐาน NWIP ISO/TS 16097

ตารางที่ 2 ตารางเปรียบเทียบกิจกรรมที่เสนอในข้อเสนอโครงการ และกิจกรรมที่ทำจริง

กิจกรรม		เดือน											
		ส ค.	กย .	ต ค.	พ ย.	ธค .	ม ค.	ก พ.	มี ค.	เม ย.	พ ค.	มิย .	กค .
1. ทดลองกระบวนการตรวจสอบ ตามเอกสารฉบับร่าง	แผน	√	√	√	√	√	√						
	ปฏิบัติ	√	√	√	√	√	√						
2. ทดลองหาสมบัติยางครัมป์ทาง กายภาพและเคมี	แผน	√	√	√	√	√	√						
	ปฏิบัติ	√	√	√	√	√	√						
3. ร่างมาตรฐานฉบับ Working Draft	แผน			√	√	√	√	√					
	ปฏิบัติ	√	√	√									
4. inter-laboratory test program	แผน						√	√	√	√	√		
	ปฏิบัติ						√	√	√	√			
5. นำเสนอร่างฉบับ Working Draft ต่อ ISO	แผน							√	√	√			
	ปฏิบัติ	√	√	√	√								
6. นำเสนอร่างฉบับ Working Draft ต่อ ASEAN	แผน							√	√	√			
	ปฏิบัติ	√	√	√	√								
7. เพิ่มเติม Precision Statement	แผน								√	√	√	√	√
	ปฏิบัติ										√	√	√
8. นำเสนอต่อ ISO เพื่อยกระดับ เป็น CD	แผน										√	√	√
	ปฏิบัติ							√	√	√			

ลงนาม.....

(หัวหน้าโครงการ)

วันที่

ภาคผนวกที่ 1
NWIP ISO/TS 16097

Vulcanized crumbs rubber - Evaluation procedures

Contents

Foreword

4. Scope
 5. Normative references
 6. Sampling and sample preparation
 7. Physical and chemical tests on raw vulcanized crumb rubber
 - 7.1. Acetone extract
 - 7.2. Ash
 - 7.3. Carbon Black
 - 7.4. Rubber content
 - 7.5. Classification
 - 7.6. Determination of particle size distribution
 8. Preparation of test mixes for evaluation
 - 8.1. Standard test formulation
 - 8.2. Procedure
 - 8.3. Equipment and procedure
 - 8.4. Mixing procedure - Two stage mixing using an internal mixer for initial mixing and a mill for final mixing
 9. Evaluation of vulcanization characteristics by a curemeter test
 - 9.1. Using an oscillating-disc curemeter
 - 9.2. Using a rotorless curemeter
 10. Evaluation of Mooney viscosity of test mixes
 11. Evaluation of tensile stress-strain properties of vulcanized test mixes
 12. Evaluation of Shore hardness of vulcanized test mixes
 13. Evaluation of tear strength of vulcanized test mixes
 14. Precision
 15. Test report
- Annex A (informative) Precision

Foreword

ISO (the International Organization for Standardization) is a worldwide federation of national standards bodies (ISO member bodies). The work of preparing International Standards is normally carried out through ISO technical committees. Each member body interested in a subject for which a technical committee has been established has the right to be represented on that committee. International organizations, governmental and non-governmental, in liaison with ISO, also take part in the work. ISO collaborates closely with the International Electrotechnical Commission (IEC) on all matters of electrotechnical standardization.

International Standards are drafted in accordance with the rules given in the ISO/IEC Directives, Part 2.

The main task of technical committees is to prepare International Standards. Draft International Standards adopted by the technical committees are circulated to the member bodies for voting. Publication as an International Standard requires approval by at least 75% of the member bodies casting a vote.

Attention is drawn to the possibility that some of the elements of this document may be the subject of patent rights. ISO shall not be held responsible for identifying any or all such patent rights.

ISO was prepared by Technical Committee ISO/TC 45, *Rubber and rubber products, Subcommittee SC 3, Raw materials (including latex) used in the rubber industry*.

Vulcanized crumbs rubber - Evaluation procedures

1. Scope

For all kinds of crumb rubber (from natural rubber and synthetic elastomers), this International Standard specifies:

- physical and chemical test on raw vulcanized crumb rubber;
- standard materials, standard test formulations, equipment and processing methods for evaluating the vulcanization characteristics and the mechanical properties of vulcanized crumb rubber.

2. Normative references

The following referenced documents are indispensable for the application of this document. For dated references, only the edition cited applies. For undated references, the latest edition of the referenced document (including any amendments) applies.

ISO 34-1:2004, *Rubber, vulcanized or thermoplastic - Determination of tear strength - Part1: Trouser, angle and crescent test pieces*

ISO 37, *Rubber, vulcanized or thermoplastic - Determination of tensile stress-strain properties*

ISO 289-1, *Rubber, unvulcanized - Determination using a shearing-disc viscometer - Part1: Determination of Mooney viscosity*

ISO 1407:2001, *Rubber - Determination of solvent extract*

ISO 2393, *Rubber test mixes - Preparation, mixing and vulcanization - Equipment and procedures*

ISO 3417, *Rubber - Measurement of vulcanization characteristics with the oscillating disc curemeter*

ISO 6502, *Rubber - Guide to the use of curemeters*

ISO 7619-1, *Rubber, vulcanized or thermoplastic - Determination of indentation hardness - Part1: Durometer method (Shore hardness)*

ISO 23529, *Rubber - General procedures for preparing and conditioning test pieces for physical test methods*

ASTM D297-93 (2006), *Standard Test Methods for Rubber Products - Chemical Analysis*

ASTM D5603-01 (2008), *Standard Classification for Rubber Compounding Materials - Recycled Vulcanizate Particulate Rubber.*

ASTM D5644-01 (2008), *Standard Test Methods for Rubber Compounding Materials - Determination of Particle Size Distribution of Recycled Vulcanizate Particulate Rubber*.

3. Sampling and sample preparation

Take a laboratory sample of approximately 1.5 kg.

4. Physical and chemical tests on raw vulcanized crumb rubber

4.1. Acetone extract

Determine the acetone extract in accordance with method A or method B of ISO 1407:2011

4.2. Ash

Determine the ash in accordance with method A of ISO 247:2006

4.3. Carbon black

Determine the carbon black content in accordance with ASTM D297-93, Part A, Clause 39.

4.4. Rubber content

Determine the rubber content, R (in %), in accordance with ASTM D297-93, Part A, Clauses 11, 12 and 13.

$$R = 100 - (a+b+c)$$

where:

- a is the carbon black content, in percent (%);
- b is the ash content, in percent (%);
- c is the acetone extract, in percent (%).

4.5. Classification

Classify raw vulcanized crumb rubber in accordance with ASTM D5603-01, Clause 5.

4.6. Determination of particle size distribution

Determine the particle size distribution in accordance with ASTM D5644-01.

5. Preparation of test mixes for evaluation

5.1. Standard test formulation

The standard test formulation is given in Table 1.

The material used shall be national or international standard reference materials. If no standard reference material is available, the materials to be used shall be agreed between the interested parties.

Table 1 - Standard test formulation

Material	Parts by mass
Natural rubber STR 20	100
Vulcanized crumb rubber	30
Industry reference black	5
Stearic acid	2
Zinc oxide	3
Sulfur	2.25
TBBS	1
Total	143.25
^a The current industry reference black shall be used. ^b Powder materials shall be used (standard curing ingredients used in the industry). ^c N-tert-butyl-benzothiazole-2-sulfenamide. This is supplied in powder form having an initial insoluble-matter content, determined in accordance with ISO 11235, of less than 0.3 %. The material shall be stored at room temperature in a closed container and the insoluble matter checked every 6 months. If this is found to exceed 0.75 % the TBBS shall be discarded or recrystallized.	

5.2. Procedure

5.2.1. Equipment and procedure

Equipment and procedure for the preparation, mixing and vulcanization shall be in accordance with ISO 2393.

5.2.2. Mixing procedure - Two stage mixing using an internal mixer for initial mixing and a mill for final mixing

5.2.2.1. Stage 1 - Initial mixing procedure

		Duration (min)	Cumulative time (min)
a)	Adjust the temperature of the internal mixer. Start the rotor and raise the ram.	0	0
b)	Load the rubber, lower the ram and allow the rubber to be masticated.	1	1
c)	Raise the ram and add the zinc oxide and the stearic acid. Lower the ram and allow the batch to be masticated.	0.5	1.5
d)	Raise the ram and add the carbon black and the crumb rubber. Lower the ram and allow the batch to be mixed.	0.75	2.25
e)	Raise the ram, sweep the mouth of the mixing chamber and lower the ram. Allow the batch to be mixed.	0.5	2.75
Total time (max.)		2.75	
f)	Turn off the rotor, raise the ram, remove the mixing chamber and discharge the batch. Record the maximum batch temperature.		
g)	Immediately pass the batch four times through a laboratory mill with its mill opening set at 2.5 mm and at a temperature of 50°C ± 5°C. Check-weigh the batch (see ISO 2393). If the mass of the batch differs from the theoretical value by more than + 0.5 % or - 1.5 %, discard the batch and re-mix.		
h)	Leave the batch for 30 min to 24 h after mixing.		

5.2.2.2. Stage 2 - Final mill mixing procedure

The standard laboratory-mill batch mass, in grams, shall be based on the recorded batch mass.

Set the mill temperature at 50°C ± 5°C and the mill opening to 1.5 mm.

A good rolling bank at the nip of the rolls shall be maintained during mixing. If this is not obtained with the nip settings specified hereunder, small adjustments to the mill openings may be necessary.

		Duration (min)	Cumulative time (min)
a)	Band the master-batch on the slow roll.	1	1
b)	Add the TBBS. Do not cut the band until the accelerator is completely dispersed.	0.5	1.5
c)	Make a 3/4 cut from each side, allowing 15 s between each cut.	0.5	2
d)	Add the sulphur. Do not cut the band until the powder is completely dispersed.	0.5	2.5
e)	Make a 3/4 cut from each side, allowing 15 s between each cut.	0.5	3
f)	Make three alternating 3/4 cuts from each side, allowing 15 s between each cut.	2	5
g)	Cut the batch from the mill. Set the mill opening at 0.8 mm and pass the rolled batch endwise through the rolls six times, introducing it from each end alternately.	2	7
Total time (max.)		7	
h)	Sheet the batch to an approximate thickness of 6 mm and check-weigh the batch (see ISO 2393). If the mass of the batch differs from the theoretical value by more than + 0.5 % or - 1.5 %, discard the batch and re-mix. Remove sufficient material for curemeter testing.		
i)	Sheet the batch to approximately 2.2 mm in order to prepare test sheets or to the appropriate thickness in order to prepare ISO rings or dumbbell test pieces in accordance with ISO 37.		
j)	After mixing and prior to vulcanization, condition the batch for at least 2 h but not more than 24 h.		

6. Evaluation of vulcanization characteristics by a curemeter test

6.1 Using an oscillating-disc curemeter

Measure the following standard test parameters:

M_L , M_H at defined time, t_{s1} , $t'_c(50)$, $t'_c(90)$, $t'_c(95)$ and $t'_c(99)$

in accordance with ISO 3417, using the following test conditions:

- oscillation frequency: 1.7 Hz (100 cycles per minute)
- amplitude of oscillation: 1° of arc
An amplitude of oscillation of 3° of arc is permitted as an alternative. If such an amplitude is chosen, measure t_{s1}
- selectivity: to be chosen to give at least 75 % of full-scale deflection at
- die temperature: 150°C ± 0.3°C
- pre-heat time: none

6.2. Using a rotorless curemeter

Measure the following standard test parameters:

F_L , F_{max} at defined time, t_{s1} , $t'_c(50)$, $t'_c(90)$, $t'_c(95)$ and $t'_c(99)$

in accordance with ISO 6502, using the following test conditions:

- oscillation frequency: 1.7 Hz (100 cycles per minute)
- amplitude of oscillation: 0.5° of arc
An amplitude of oscillation of 1° of arc is permitted as an alternative. If such an amplitude is chosen, measure t_{s1} .
- selectivity: to be chosen to give at least 75 % of full-scale deflection at
- die temperature: 150°C ± 0.3°C
- pre-heat time: none

The two types of curemeter may not give identical results.

7. Evaluation of Mooney viscosity of test mixes

Determine the Mooney viscosity in accordance with ISO 289-1.

Record the result as ML(1+4) at 100°C.

8. Evaluation of tensile stress-strain properties of vulcanized test mixes

Vulcanize sheets at 150°C for a period chosen from $t'_c(95)$.

Condition the vulcanized sheets for 16 h to 96 h.

Measure the stress-strain properties in accordance with ISO 37.

9. Evaluation of Shore hardness of vulcanized test mixes

Use vulcanized sheets for the evaluation of tensile stress-strain properties.

Measure the Shore hardness using durometers with the A scale for rubbers in the normal hardness range in accordance with ISO 7619-1.

10. Evaluation of tear strength of vulcanized test mixes

Use vulcanized sheets for the evaluation of tear strength.

Measure the tear strength using an angle test piece without a nick in accordance with method B of ISO 34-1:2004.

11. Precision

See Annex A.

12. Test report

The test report shall include the following:

- a) a reference to this International Standard;
- b) all details necessary for the identification of the sample;
- c) the reference materials used to prepare the test mix;
- d) the ambient conditions in the laboratory during preparation of the test mix;
- e) the type of curemeter used, the defined time at which was M_H was measured and the amplitude of oscillation used for the curemeter test, as defined in Clause 6;
- f) any unusual features noted during the determination;
- g) details of any operations not included in this International Standard or in the International Standards to which reference is made, as well as of any operation regarded as optional;
- h) the results and the units which they have been expressed;
- i) the date of the test.

ภาคผนวกที่ 2

ISO DTS 16097

ISO TC 45/SC 3

Date: 2013-01-21

N/A

ISO TC 45/SC 3/WG

Secretariat: AFNOR

Vulcanized crumbs rubber — Evaluation procedures

Élément introductif — Élément central — Élément complémentaire

Warning

This document is not an ISO International Standard. It is distributed for review and comment. It is subject to change without notice and may not be referred to as an International Standard.

Recipients of this draft are invited to submit, with their comments, notification of any relevant patent rights of which they are aware and to provide supporting documentation.

Copyright notice

This ISO document is a Draft International Standard and is copyright-protected by ISO. Except as permitted under the applicable laws of the user's country, neither this ISO draft nor any extract from it may be reproduced, stored in a retrieval system or transmitted in any form or by any means, electronic, photocopying, recording or otherwise, without prior written permission being secured.

Requests for permission to reproduce should be addressed to either ISO at the address below or ISO's member body in the country of the requester.

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

Reproduction may be subject to royalty payments or a licensing agreement.

Violators may be prosecuted.

Contents

Foreword

1. Scope
 2. Normative references
 3. Sampling and sample preparation
 4. Physical and chemical tests on raw vulcanized crumb rubber
 - 4.1. Classification
 - 4.2. Determination of particle size distribution
 - 4.3. Determination of free steel content
 - 4.4. Determination of free textile content
 - 4.5. Acetone extract
 - 4.6. Ash
 - 4.7. Carbon Black
 - 4.8. Rubber content
 5. Preparation of test mixes for evaluation
 - 5.1. Standard test formulation
 - 5.2. Procedure
 - 5.3. Equipment and procedure
 - 5.4. Mixing procedure - Two stage mixing using an internal mixer for initial mixing and a mill for final mixing
 6. Evaluation of vulcanization characteristics by a curemeter test
 - 6.1. Using an oscillating-disc curemeter
 - 6.2. Using a rotorless curemeter
 7. Evaluation of Mooney viscosity of test mixes
 8. Evaluation of tensile stress-strain properties of vulcanized test mixes
 9. Evaluation of Shore hardness of vulcanized test mixes
 10. Evaluation of tear strength of vulcanized test mixes
 11. Precision
 12. Test report
- Annex A (informative) Precision

Foreword

ISO (the International Organization for Standardization) is a worldwide federation of national standards bodies (ISO member bodies). The work of preparing International Standards is normally carried out through ISO technical committees. Each member body interested in a subject for which a technical committee has been established has the right to be represented on that committee. International organizations, governmental and non-governmental, in liaison with ISO, also take part in the work. ISO collaborates closely with the International Electrotechnical Commission (IEC) on all matters of electrotechnical standardization.

International Standards are drafted in accordance with the rules given in the ISO/IEC Directives, Part 2.

The main task of technical committees is to prepare International Standards. Draft International Standards adopted by the technical committees are circulated to the member bodies for voting. Publication as an International Standard requires approval by at least 75 % of the member bodies casting a vote.

In other circumstances, particularly when there is an urgent market requirement for such documents, a technical committee may decide to publish other types of normative document:

- an ISO Publicly Available Specification (ISO/PAS) represents an agreement between technical experts in an ISO working group and is accepted for publication if it is approved by more than 50 % of the members of the parent committee casting a vote;
- an ISO Technical Specification (ISO/TS) represents an agreement between the members of a technical committee and is accepted for publication if it is approved by 2/3 of the members of the committee casting a vote.

An ISO/PAS or ISO/TS is reviewed after three years in order to decide whether it will be confirmed for a further three years, revised to become an International Standard, or withdrawn. If the ISO/PAS or ISO/TS is confirmed, it is reviewed again after a further three years, at which time it must either be transformed into an International Standard or be withdrawn.

Attention is drawn to the possibility that some of the elements of this document may be the subject of patent rights. ISO shall not be held responsible for identifying any or all such patent rights.

ISO/TS 16097 was prepared by Technical Committee ISO/TC 45, *Rubber and rubber products*, Subcommittee SC 3, Raw materials (including latex) for use in the rubber industry.

This second/third/... edition cancels and replaces the first/second/... edition (), [clause(s) / subclause(s) / table(s) / figure(s) / annex(es)] of which [has / have] been technically revised.

Vulcanized crumbs rubber — Evaluation procedures

1. Scope

This Technical Specification specifies physical and chemical test, standard test formulations, equipment and processing methods for the vulcanization characteristics evaluation and the mechanical properties of vulcanized crumbs rubber.

2. Normative references

The following referenced documents are indispensable for the application of this document. For dated references, only the edition cited applies. For undated references, the latest edition of the referenced document (including any amendments) applies.

ISO 34-1:2004, *Rubber, vulcanized or thermoplastic - Determination of tear strength - Part1: Trouser, angle and crescent test pieces*

ISO 37, *Rubber, vulcanized or thermoplastic - Determination of tensile stress-strain properties*

ISO 247:2006, *Rubber - Determination of ash*

ISO 289-1, *Rubber, unvulcanized - Determination using a shearing-disc viscometer - Part1: Determination of Mooney viscosity*

ISO 1407:2001, *Rubber - Determination of solvent extract*

ISO 1408:1995, *Rubber - Determination of carbon black content - Pyrolytic and chemical degradation methods*

ISO 2393, *Rubber test mixes - Preparation, mixing and vulcanization - Equipment and procedures*

ISO 3417, *Rubber - Measurement of vulcanization characteristics with the oscillating disc curemeter*

ISO 6502, *Rubber - Guide to the use of curemeters*

ISO 7619-1, *Rubber, vulcanized or thermoplastic - Determination of indentation hardness - Part1: Durometer method (Shore hardness)*

ISO 23529, *Rubber - General procedures for preparing and conditioning test pieces for physical test methods*

CEN/TS 14243:2010, *Materials produced from end of life tyres - Specification of categories based on their dimension(s) and impurities and methods for determining their dimension(s) and impurities*

3. Sampling and sample preparation

Take a laboratory sample of approximately 1.5 kg.

4. Physical and chemical tests on vulcanized crumbs rubber

1. Classification

Classify raw vulcanized crumb rubber, based mainly on their dimensions, in accordance with CEN/TS 14243, Clause 4.

2. Determination of particle size distribution

Determine the particle size distribution in accordance with CEN/TS 14243, Clause 5 and Clause 6.

3. Determination of free steel content

Determine the free steel content in accordance with CEN/TS 14243, Annex B.

4. Determination of free textile content

Determine the free textile content in accordance with CEN/TS 14243, Annex C.

5. Acetone extract

Determine the acetone extract in accordance with ISO 1407 method A or method B

6. Ash

Determine the ash in accordance with ISO 247 method A

7. Carbon black

Determine the carbon black content in accordance with ISO 1408

8. Rubber content

Determine the rubber content, R (in %),

$$R = 100 - (a+b+c)$$

where:

- a is the acetone extract, in percent (%);
- b is the ash content, in percent (%);
- c is the carbon black content, in percent (%).

5. Preparation of test mixes for evaluation

5.1. Standard test formulation

The standard test formulation is given in Table 1.

The material used shall be national or international standard reference materials. If no standard reference material is available, the materials to be used shall be agreed between the interested parties.

Table 1 - Standard test formulation

Material	phr
STR 20	100.00
Vulcanized crumb rubber	30.00
Industry reference black	5.00
Stearic acid	2.00
Zinc oxide	3.00
Sulfur	2.25
TBBS	1.00
Total	143.25
^a The current industry reference black shall be used. ^b Powder materials shall be used (standard curing ingredients used in the industry). ^c N-tert-butyl-benzothiazole-2-sulfenamide. This is supplied in powder form having an initial insoluble-matter content, determined in accordance with ISO 11235, of less than 0.3 %. The material shall be stored at room temperature in a closed container and the insoluble matter checked every 6 months. If this is found to exceed 0.75 % the TBBS shall be discarded or recrystallized.	

5.2. Procedure

5.2.1 Equipment and procedure

Equipment and procedure for the preparation, mixing and vulcanization shall be in accordance with ISO 2393.

5.2.2 Mixing procedure - Two stage mixing using an internal mixer for initial mixing and a mill for final mixing

5.2.2.1 Stage 1 - Initial mixing procedure

		Duration	Cumulative time
		(min)	(min)
a)	Adjust the temperature of the internal mixer. Start the rotor and raise the ram.	0	0
b)	Load the rubber, lower the ram and allow the rubber to be masticated.	1.0	1.0
c)	Raise the ram and add the zinc oxide and the stearic acid. Lower the ram and allow the batch to be masticated.	0.5	1.5
d)	Raise the ram and add the carbon black and the crumb rubber. Lower the ram and allow the batch to be mixed.	0.75	2.25
e)	Raise the ram, sweep the mouth of the mixing chamber and lower the ram. Allow the batch to be mixed.	0.5	2.75
Total time (max.)		2.75	
f)	Turn off the rotor, raise the ram, remove the mixing chamber and discharge the batch. Record the maximum batch temperature.		
g)	Immediately pass the batch four times through a laboratory mill with its mill opening set at 2.5 mm and at a temperature of 50°C ± 5°C. Check-weigh the batch (see ISO 2393). If the mass of the batch differs from the theoretical value by more than + 0.5 % or - 1.5 %, discard the batch and re-mix.		
h)	Leave the batch for 30 min to 24 h after mixing.		

5.2.2.2 Stage 2 - Final mill mixing procedure

The standard laboratory-mill batch mass, in grams, shall be based on the recorded batch mass.

Set the mill temperature at $50^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$ and the mill opening to 1.5 mm.

A good rolling bank at the nip of the rolls shall be maintained during mixing. If this is not obtained with the nip settings specified hereunder, small adjustments to the mill openings may be necessary.

		Duration (min)	Cumulative time (min)
a)	Band the master-batch on the slow roll.	1.0	1.0
b)	Add the TBBS. Do not cut the band until the accelerator is completely dispersed.	0.5	1.5
c)	Make a 3/4 cut from each side, allowing 15 s between each cut.	0.5	2.0
d)	Add the sulphur. Do not cut the band until the powder is completely dispersed.	0.5	2.5
e)	Make a 3/4 cut from each side, allowing 15 s between each cut.	0.5	3.0
f)	Make three alternating 3/4 cuts from each side, allowing 15 s between each cut.	2.0	5.0
g)	Cut the batch from the mill. Set the mill opening at 0.8 mm and pass the rolled batch endwise through the rolls six times, introducing it from each end alternately.	2.0	7.0
	Total time (max.)	7.0	
h)	Sheet the batch to an approximate thickness of 6 mm and check-weigh the batch (see ISO 2393). If the mass of the batch differs from the theoretical value by more than + 0.5 % or - 1.5 %, discard the batch and re-mix. Remove sufficient material for curemeter testing.		
i)	Sheet the batch to approximately 2.2 mm in order to prepare test sheets or to the appropriate thickness in order to prepare ISO rings or dumbbell test pieces in accordance with ISO 37.		
j)	After mixing and prior to vulcanization, condition the batch for at least 2 h but not more than 24 h.		

6. Evaluation of vulcanization characteristics by a curemeter test

6.1. Using an oscillating-disc curemeter

Measure the following standard test parameters:

M_L , M_H at defined time, t_{s1} , $t'_c(50)$, $t'_c(90)$, $t'_c(95)$ and $t'_c(99)$

in accordance with ISO 3417, using the following test conditions:

- oscillation frequency: 1.7 Hz (100 cycles per minute)
- amplitude of oscillation: 1° of arc

An amplitude of oscillation of 3° of arc is permitted as an alternative. If such an amplitude is chosen, measure t instead of t
- selectivity: to be chosen to give at least 75 % of full-scale deflection at M_H
- die temperature: $150^\circ\text{C} \pm 0.3^\circ\text{C}$
- pre-heat time: none

6.2. Using a rotorless curemeter

Measure the following standard test parameters:

F_L , $F_{\max}$ at defined time, t_{s1} , $t'_c(50)$, $t'_c(90)$, $t'_c(95)$ and $t'_c(99)$

in accordance with ISO 6502, using the following test conditions:

- oscillation frequency: 1.7 Hz (100 cycles per minute)
- amplitude of oscillation: 0.5° of arc

An amplitude of oscillation of 1° of arc is permitted as an alternative. If such an amplitude is chosen, measure t instead of t
- selectivity: to be chosen to give at least 75 % of full-scale deflection at $F_{\max}$
- die temperature: $150^\circ\text{C} \pm 0.3^\circ\text{C}$
- pre-heat time: None

The two types of curemeter may not give identical results.

7. Evaluation of Mooney viscosity of test mixes

Determine the Mooney viscosity in accordance with ISO 289-1.

Record the result as ML(1'+4') at 100°C.

8. Evaluation of tensile stress-strain properties of vulcanized test mixes

Vulcanize sheets at 150°C for a period chosen from $t'_c(95)$.

Condition the vulcanized sheets for 16 h to 96 h.

Measure the stress-strain properties in accordance with ISO 37.

9. Evaluation of Shore hardness of vulcanized test mixes

Use vulcanized sheets for the evaluation of tensile stress-strain properties.

Measure the Shore hardness using durometers with the A scale for rubbers in the normal hardness range in accordance with ISO 7619-1.

10. Evaluation of tear strength of vulcanized test mixes

Use vulcanized sheets for the evaluation of tear strength.

Measure the tear strength using an angle test piece without a nick in accordance with method B of ISO 34-1:2004.

11. Precision

See Annex A.

12. Test report

The test report shall include the following:

- a) a reference to this International Standard;
- b) all details necessary for the identification of the sample;
- c) the reference materials used to prepare the test mix;
- d) the ambient conditions in the laboratory during preparation of the test mix;
- e) the type of curemeter used, the defined time at which was M_H was measured and the amplitude of oscillation used for the curemeter test, as defined in Clause 6;
- f) any unusual features noted during the determination;
- g) details of any operations not included in this International Standard or in the International Standards to which reference is made, as well as of any operation regarded as optional;
- h) the results and the units which they have been expressed;
- i) the date of the test.

ภาคผนวกที่ 3

Evaluation of vulcanization characteristics by a curemeter test

DAY 1

Type		M _H (dNm)	M _L (dNm)	t _{s1} (min)	t _{c50} (min)	t _{c90} (min)	t _{c95} (min)	t _{c99} (min)
Sample 1 (elongated)	Lab 1	14.75	3.88	2.43	3.48	6.22	***	***
	Lab 2	7.40	1.33	1.51	2.49	5.29	6.25	80.50
	Lab 3	28.43	5.04	3.10	4.34	7.08	8.07	9.55
Sample 2 (elongated)	Lab 1	15.37	7.39	3.00	3.45	5.51	***	***
	Lab 2	7.53	1.4	1.49	2.50	5.37	6.37	8.12
	Lab 3	28.81	5.02	3.10	4.29	6.58	7.55	9.43
Sample 3 (20 Mesh)	Lab 1	12.60	4.57	3.36	4.25	6.23	***	***
	Lab 2	8.00	1.32	1.57	2.57	5.41	6.40	8.23
	Lab 3	27.76	5.27	3.26	4.49	7.22	8.20	10.02
Sample 4 (20 Mesh)	Lab 1	12.77	4.5	3.36	4.28	6.31	***	***
	Lab 2	7.85	0.99	1.53	2.50	5.27	6.25	8.04
	Lab 3	27.88	5.2	3.28	5.17	7.3	8.23	10.12
Sample 5 (30 Mesh)	Lab 1	13.45	4.43	3.19	4.12	6.17	***	***
	Lab 2	7.50	1.23	2.00	3.02	5.55	6.52	8.34
	Lab 3	28.29	5.09	3.05	4.23	6.46	7.37	9.15
Sample 6 (30 Mesh)	Lab 1	13.1	4.51	3.16	4.90	6.11	***	***
	Lab 2	7.63	1.15	1.54	2.54	5.43	6.43	8.26
	Lab 3	28.45	5.01	3.2	4.31	6.51	7.44	9.19

DAY 2

Type		M_H (dNm)	M_L (dNm)	t_{s1} (min)	t_{c50} (min)	t_{c90} (min)	t_{c95} (min)	t_{c99} (min)
Sample 1 (elongated)	Lab 1	13.97	3.93	3.19	4.13	6.01	***	***
	Lab 2	7.8	1.21	1.43	2.40	5.18	6.14	7.44
	Lab 3	28.20	5.51	3.07	4.32	7.09	8.07	9.63
Sample 2 (elongated)	Lab 1	14.39	4.80	3.22	4.13	6.09	***	***
	Lab 2	7.63	1.29	1.45	2.47	5.33	6.24	7.87
	Lab 3	28.70	5.35	3.03	4.31	7.14	8.15	9.95
Sample 3 (20 Mesh)	Lab 1	13.28	4.42	4.02	4.59	6.52	****	****
	Lab 2	7.72	1.05	2.01	3.00	5.39	6.35	8.15
	Lab 3	28.01	5.26	3.24	4.48	7.25	8.22	9.96
Sample 4 (20 Mesh)	Lab 1	13.26	4.37	4.05	5.02	6.54	***	***
	Lab 2	7.81	1.12	1.67	2.75	5.34	6.33	8.09
	Lab 3	27.86	4.93	3.30	4.75	7.38	8.38	10.25
Sample 5 (30 Mesh)	Lab 1	13.34	4.12	3.46	4.42	6.36	***	***
	Lab 2	8.62	1.10	2.27	3.23	5.46	6.40	8.21
	Lab 3	27.70	4.72	3.35	5.03	7.40	8.38	10.26
Sample 6 (30 Mesh)	Lab 1	13.10	4.12	3.49	4.46	6.35	***	***
	Lab 2	8.02	1.17	2.13	3.12	5.47	6.38	8.27
	Lab 3	27.35	4.69	3.37	4.92	7.36	8.34	10.18

Type		Mooney	Mechanical properties						
			100%moduls (Mpa)	300%moduls (MPa)	500 %modulus (MPa)	Tensilestrength(Mp a)	Elongation at break %	Tearstrength (N/mm)	Hardness
Sample 1 (elongated)	Lab 1	45	10.25	29.5	***	234.8	707	33.02	45
	Lab 2	50.87	0.82	2.41	8.13	19.46	814.23	31.23	43.89
	Lab 3	43	0.7	2.91	10.12	11.24	520.33	33.02	41
Sample 2 (elongated)	Lab 1	46.5	10.9	32.87	***	229.5	673	34.5	46.5
	Lab 2	55.5	0.84	3.1	9.86	18.44	773.83	33.48	43.67
	Lab 3	40	0.74	2.66	9.65	11.88	536.67	33.22	40.8
Sample 3 (20 Mesh)	Lab 1	45	9.8	26.52	***	147.75	669.5	26.6	45
	Lab 2	52.2	0.85	3.33	9.57	12.24	655.5	31.7	45.33
	Lab 3	44	0.96	3.77	12.43	14.46	533.67	39.61	

Sample 4 (20 Mesh)	Lab 1	44	9.7	26.6	***	150.5	673	35.93	44
	Lab 2	51.37	0.91	3.23	9.82	12.79	664	34.32	46.33
	Lab 3	44	1.04	4.62	13.09	14.51	506	39.61	
Sample 5 (30 Mesh)	Lab 1	44	9.9	26.97	***	188.25	700.67	28.87	45
	Lab 2	44	0.84	3.14	10.87	15.21	686.9	33	44.22
	Lab 3	43	1.1	4.67	16.41	18.41	519.67	42.87	
Sample 6 (30 Mesh)									
	Lab 1	45	9.7	25.9	***	171.57	699	32	45
	Lab 2	55.19	0.83	2.99	9.68	14.16	691.9	31.25	44.78
	Lab 3	42	1.01	4.45	16.31	16.05	531	42.77	

Type		Mooney	Mechanical properties						
			100%moduls (Mpa)	300%moduls (MPa)	500 %modulus (MPa)	Tensilestreng(Mp a)	Elongation at break %	Tearstrength (N/mm)	Hardness
Sample 1 (elongated)	Lab 1	23.64	11.30	41.05	***	227.37	578.25	31.27	45.25
	Lab 2	48.78	0.87	0.26	10.95	17.89	741.23	32.18	44.11
	Lab 3	43.00	0.90	3.59	12.46	13.47	514.33	33.33	39.17
Sample 2 (elongated)	Lab 1	28.44	11.42	41.07	***	207.90	590.00	32.72	45.50
	Lab 2	51.15	0.82	3.00	9.83	18.84	761.87	30.32	44.22
	Lab 3	43.0	0.72	2.92	9.89	12.24	523.67	33.73	39.00
Sample 3 (20 Mesh)	Lab 1	28.22	11.47	40.07	***	146.50	524.25	33.20	45.0
	Lab 2	48.09	0.76	2.88	8.99	13.00	676.30	34.32	45.89
	Lab 3	44.0	0.94	3.96	14.12	15.39	513.33	35.95	32.17

Sample 4 (20 Mesh)	Lab 1	28.15	11.35	40.07	****	156.0	536.75	33.92	45.00
	Lab 2	50.04	0.88	3.02	9.25	12.39	640.87	33.05	45.22
	Lab 3	44.0	0.99	3.91	12.21	15.38	550.33	36.91	32.33
Sample 5 (30 Mesh)	Lab 1	26.55	11.02	37.87	***	170.0	545.25	31.90	44.00
	Lab 2	52.85	0.86	3.50	11.64	15.70	667.13	32.06	46.56
	Lab 3	39.0	0.98	3.87	13.21	15.59	535.00	37.60	39.00
Sample 6 (30 Mesh)									
	Lab 1	26.97	11.30	39.62	***	179.45	552.25	30.02	44.00
	Lab 2	53.29	0.85	3.08	10.87	14.71	666.60	32.34	45.11
	Lab 3	40.00	0.93	3.35	12.98	14.96	524.67	34.80	39.00