ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р 54548— 2011

КАУЧУКИ ИЗОПРЕНОВЫЕ (IR)

Приготовление и испытание резиновых смесей

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2013

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Цели и принципы стандартизации в Российской Федерации установлены Федеральным законом от 27 декабря 2002 г. № 184-ФЗ «О техническом регулировании», а правила применения национальных стандартов Российской Федерации — ГОСТ Р 1.0—2004 «Стандартизация в Российской Федерации. Основные положения»

Сведения о стандарте

1 ПОДГОТОВЛЕН Федеральным государственным унитарным предприятием «Всероссийский научно-исследовательский центр стандартизации, информации и сертификации сырья, материалов и веществ» (ФГУП «ВНИЦСМВ») на основе аутентичного перевода на русский язык стандарта, указанного в пункте 4, выполненного Федеральным государственным унитарным предприятием «Научно-исследовательский институт синтетического каучука» (ФГУП «НИИСК»)

2 ВНЕСЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК 160 «Продукция нефтехимического комплекса»

3 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 29 ноября 2011 г. № 632-ст

4 Настоящий стандарт является модифицированным по отношению к стандарту АСТМ Д 3403—2007 «Стандартные методы испытаний каучуков. Оценка IR (изопреновых каучуков)» (ASTM D 3403—2007 «Standard test methods for rubber — Evaluation of IR (isoprene rubber)»). При этом дополнительные слова, фразы, ссылки, примечания, включенные в текст стандарта для учета потребностей национальной экономики Российской Федерации и особенностей российской национальной стандартизации, выделены курсивом.

Наименование настоящего стандарта изменено относительно наименования указанного стандарта для приведения в соответствие с ГОСТ Р 1.5—2004 (пункт 3.5).

Сведения о соответствии ссылочных национальных стандартов международному стандарту и стандартам АСТМ, использованным в качестве ссылочных в примененном стандарте, приведены в дополнительном приложении ДА

5 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодно издаваемом информационном указателе «Национальные стандарты», а текст изменений и поправок — в ежемесячно издаваемых информационных указателях «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ежемесячно издаваемом 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

© Стандартинформ, 2013

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 Назначение и применение методов испытаний 1
4 Стандартный рецепт для испытаний 2
5 Отбор и подготовка проб 2
6 Методы смешения 2
7 Проведение испытаний 6
8 Прецизионность и систематическая погрешность 6
Приложение ДА (справочное) Сведения о соответствии ссылочных национальных стандартов международному стандарту и стандартам АСТМ, использованным в качестве ссылочных в примененном стандарте 10
Библиография 11

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

КАУЧУКИ ИЗОПРЕНОВЫЕ (IR)

Приготовление и испытание резиновых смесей

Isoprene rubbers (IR). Preparation and testing of rubber compounds

Дата введения — 2013—07—01

1 Область применения

1.1 Настоящий стандарт устанавливает стандартные рецепт, ингредиенты, режимы смешения и методы испытаний резиновых смесей и вулканизатов, используемых для оценки и производственного контроля изопренового каучука (IR).

1.2 В настоящем стандарте не установлены все вопросы обеспечения безопасности, связанные с его применением. Пользователь настоящего стандарта несет ответственность за установление соответствующих правил безопасности и охраны здоровья, а также определяет целесообразность применения законодательных ограничений перед его использованием.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ Р ИСО 5725-1—2002 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 1. Основные положения и определения

ГОСТ Р 54547—2011 Смеси резиновые. Определение вулканизационных характеристик с использованием безроторных реометров

ГОСТ Р 54549—2011 Каучуки синтетические. Отбор проб

ГОСТ Р 54552—2011 Каучуки и резиновые смеси. Определение вязкости, релаксации напряжения и характеристик подвулканизации с использованием вискозиметра Муни

ГОСТ Р 54553—2011 Резина и термопластичные эластомеры. Определение упругопрочностных свойств при растяжении

ГОСТ Р 54554—2011 Смеси резиновые стандартные. Материалы, оборудование, методы смешения и приготовления вулканизованных пластин

Примечание — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет или по ежегодно издаваемому информационному указателю «Национальные стандарты», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по соответствующим ежемесячно издаваемым информационным указателям, опубликованным в текущем году. Если ссылочный стандарт заменен (изменен), то при пользовании настоящим стандартом следует руководствоваться заменяющим (измененным) стандартом. Если ссылочный стандарт отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Назначение и применение методов испытаний

3.1 Настоящие методы испытаний предназначены в основном для арбитражных целей, а также могут быть использованы для контроля качества каучуков. Методы могут быть использованы в исследованиях и разработках и для сравнения различных образцов каучука в стандартном рецепте.

Издание официальное

3.2 Настоящие методы испытаний могут быть использованы также для оценки качества каучука покупателем.

4 Стандартный рецепт для испытаний

4.1 Стандартный рецепт приведен в таблице 1.

5 Отбор и подготовка проб

5.1 Отбор и подготовку проб проводят в соответствии с *ГОСТ Р 54549*.

6 Методы смешения

6.1 Смесь может быть приготовлена в закрытом резиносмесителе, на вальцах или в закрытом микросмесителе. Использование этих методов не всегда приводит к получению сопоставимых результатов. Применяют следующие методы смешения:

6.1.1 Метод А — Двухстадийное смешение в закрытом резиносмесителе (6.2).

6.1.2 Метод В — Смешение в закрытом резиносмесителе в начальной стадии и на вальцах в завершающей (6.3).

6.1.3 Метод С — Смешение на вальцах (6.4).

6.1.4 Метод D — Смешение в закрытом микросмесителе (6.5).

Таблица 1 — Стандартный рецепт

Наименование	Номер SRM/IRM по NIST	Массовая часть
Изопреновый каучук (IR)	—	100,00
Оксид цинка	[a]	5,00
Сера	[a]	2,25
Стеариновая кислота	[a]	2,00
Технический углерод из нефтяного сырья[b]	[a]	35,00
TBBS[c]	[a]	0,70
Всего:		144,95
Коэффициент загрузки смеси на вальцах[d]		3,00
Коэффициент загрузки смеси для закрытого смесителя[d]		10,00
Коэффициент загрузки смеси для закрытого микросмесителя[e]:		
- головка кулачкового типа		0,50
- головка типа Бенбери		0,43

[a] Используют очередную партию стандартного ингредиента SRM/IRM.

[b] Следует использовать очередную партию промышленного контрольного технического углерода (IRB).

[c] N-трет-бутил-2-бензотиозолсульфенамид.

[d] Для смесей, получаемых на вальцах и в закрытом резиносмесителе, взвешивают каучук и технический углерод с точностью до 1,0 г, серу и ускоритель вулканизации TBBS — с точностью до 0,02 г, все остальные ингредиенты рецепта — с точностью до 0,1 г.

[e] Для смесей, получаемых в закрытом микросмесителе, взвешивают каучук и технический углерод с точностью до 0,1 г, смесь ингредиентов — с точностью до 0,01 г, при использовании отдельных ингредиентов рецепта — с точностью до 0,001 г.

При смешении в закрытом микросмесителе рекомендуется готовить смесь ингредиентов, кроме технического углерода, чтобы улучшить точность взвешивания этих материалов. Смесь ингредиентов готовят смешением пропорциональных масс каждого материала в смесителе для сухих порошков, например в биконическом или V-образном смесителе. Для смешения небольших количеств ингредиентов можно использовать ступку и пестик.

Допускается использовать отечественные контрольные ингредиенты, аттестованные в качестве стандартных.

При разногласиях используют стандартные ингредиенты SRM/IRM.

6.2 Метод А — Двухстадийное смешение в закрытом резиносмесителе

6.2.1 Общие требования к режиму смешения приведены в *ГОСТ Р 54554*.

6.2.2 Начальная стадия смешения в закрытом резиносмесителе для методов А и В — в соответствии с таблицей 2.

Таблица 2 — Начальная стадия смешения в закрытом резиносмесителе (метод А)

Операция смешения	Продолжительность, мин	Общая продолжительность, мин
Устанавливают температуру закрытого резиносмесителя, позволяющую достигнуть условий выгрузки, описанных ниже. Закрывают разгрузочное отверстие, включают ротор с угловой скоростью вращения 8,1 рад/с и поднимают затвор	0,0	0,0
Загружают 50 % каучука, весь оксид цинка, технический углерод, стеариновую кислоту, затем оставшуюся часть каучука. Опускают затвор	0,5	0,5
Перемешивают смесь	3,0	3,5
Поднимают затвор и очищают бункер смесителя и поверхность затвора. Опускают затвор	0,5	4,0
Выгружают резиновую смесь при достижении температуры 170 °С или по истечении 6 мин, в зависимости от того, что будет достигнуто раньше	2,0	6,0

6.2.2.1 После смешения в соответствии с таблицей 2 взвешивают и записывают массу смеси. Если она отличается от теоретического значения более чем на 0,5 %, смесь бракуют.

6.2.2.2 Немедленно пропускают смесь три раза на вальцах при температуре поверхности валков (40 ± 5) °С и зазоре между валками 6,0 мм.

6.2.2.3 Выдерживают смесь 1—24 ч.

6.2.3 Завершающая стадия смешения в закрытом резиносмесителе (метод А) — в соответствии с таблицей 3.

Таблица 3 — Завершающая стадия смешения в закрытом резиносмесителе (метод А)

Операция смешения	Продолжительность, мин	Общая продолжительность, мин
Охлаждают закрытый резиносмеситель до температуры (40 ± 5) °С подачей охлаждающей воды на роторы. Включают роторы с угловой скоростью 8,0 рад/с и поднимают затвор	0,0	0,0
Заворачивают всю серу и TBBS в 50 % смеси и загружают в закрытый резиносмеситель. Добавляют оставшуюся часть смеси. Опускают затвор	0,5	0,5
Перемешивают смесь до достижения температуры (110 ± 5) °С или по истечении 3 мин общего времени. Выгружают смесь	2,5	3,0
Пропускают смесь шесть раз рулоном перпендикулярно поверхности валков при зазоре между валками 0,8 мм и температуре поверхности валков (40 ± 5) °С	2,0	5,0
Устанавливают такой зазор между валками, чтобы получить толщину смеси не менее 6 мм, и пропускают смесь через вальцы четыре раза, каждый раз складывая ее вдвое	1,0	6,0

6.2.3.1 После приготовления смеси в соответствии с таблицей 3 проверяют и записывают массу смеси. Если она отличается от теоретического значения более чем на 0,5 %, бракуют смесь.

6.2.3.2 Отрезают от смеси образцы, достаточные для определения вязкости смеси и ее способности к переработке в соответствии с *ГОСТ Р 54552* или [*1*] и вулканизационных характеристик в соответствии с [*2*] или *ГОСТ Р 54547*.

6.2.3.3 Если требуется определить упругопрочностные свойства вулканизатов при растяжении, смесь листуют до получения пластин толщиной приблизительно 2,2 мм и кондиционируют в соответствии с *ГОСТ Р 54554*.

6.3 Метод В — Смешение в закрытом резиносмесителе в начальной стадии и на вальцах в завершающей

6.3.1 Общие требования к режиму смешения по *ГОСТ Р 54554*.

6.3.2 Начальную стадию смешения проводят в соответствии с методом, изложенным в 6.2.2.

6.3.3 Завершающая стадия смешения — по таблице 4.

6.3.3.1 После приготовления смеси в соответствии с таблицей 4 проверяют и записывают ее массу. Если она отличается от теоретического значения более чем на 0,5 %, бракуют смесь.

6.3.3.2 Отрезают от смеси образцы, достаточные для определения вязкости смеси и ее способности к переработке в соответствии с *ГОСТ Р 54552* или [*1*] и вулканизационных характеристик в соответствии с [*2*] или *ГОСТ Р 54547*.

6.3.3.3 Если требуется определить упругопрочностные свойства вулканизатов при растяжении, смесь листуют на вальцах до получения пластин толщиной приблизительно 2,2 мм и кондиционируют в соответствии с *ГОСТ Р 54554*.

Таблица 4 — Завершающая стадия смешения (метод В)

Операция смешения	Продолжительность, мин	Общая продолжительность, мин
Устанавливают температуру вальцов (70 ± 5) °С и зазор между валками 1,90 мм. Вальцуют маточную смесь на медленном валке	0	0
Добавляют ускоритель вулканизации TBBS, не допуская потерь. Просыпавшийся ускоритель вулканизации собирают с поддона вальцов и добавляют в смесь. После того как весь ускоритель войдет в смесь, подрезают смесь три раза на $^3/_4$ с каждой стороны	3	3
Добавляют серу, включая просыпавшуюся на поддон. Подрезают смесь на $^3/_4$ с каждой стороны	3	6
Срезают смесь с вальцов, устанавливают зазор между валками 0,8 мм и шесть раз пропускают смесь рулоном перпендикулярно поверхности валков	2	8
Устанавливают такой зазор между валками, чтобы получить толщину смеси не менее 6 мм и пропускают смесь через зазор четыре раза, каждый раз складывая ее вдвое	1	9

6.4 Метод С — Смешение на вальцах

6.4.1 Общие требования к режиму смешения приведены в *ГОСТ Р 54554*.

6.4.2 Процедура смешения на вальцах приведена в таблице 5.

6.4.2.1 После приготовления смеси в соответствии с таблицей 5 взвешивают и записывают массу смеси. Если она отличается от теоретического значения более чем на 0,5 %, смесь бракуют.

Таблица 5 — Смешение на вальцах (метод С)

Операция смешения	Продолжительность, мин	Общая продолжительность, мин
Устанавливают температуру (70 ± 5) °С и зазор между валками 0,20 мм, дважды пропускают каучук через зазор, не допуская обволакивания валков	1	1
Устанавливают зазор между валками 1,40 мм и листуют каучук на переднем валке. Делают по два подреза на $^3/_4$ с каждой стороны	2	3
Устанавливают зазор 1,70 мм и добавляют оксид цинка. Подрезают смесь два раза на $^3/_4$ с каждой стороны	2	5
Равномерно, с постоянной скоростью вдоль валков вводят технический углерод. После введения приблизительно 50 % технического углерода добавляют стеариновую кислоту и устанавливают зазор между валками 1,90 мм. Подрезают смесь один раз на $^3/_4$ валка с каждой стороны и добавляют оставшийся технический углерод	14	19

Окончание таблицы 5

Операция смешения	Продолжительность, мин	Общая продолжительность, мин
Добавляют ускоритель вулканизации TBBS, не допуская потерь. Очищают поддон вальцов и вводят просыпавшийся ускоритель вулканизации в смесь. После того как весь ускоритель войдет в смесь, подрезают смесь три раза на $^3/_4$ валка с каждой стороны	3	22
Добавляют серу, включая просыпавшуюся на поддон вальцов. Подрезают смесь один раз на $^3/_4$ валка с каждой стороны	3	25
Срезают смесь с валков. Устанавливают зазор между валками 0,8 мм и шесть раз пропускают смесь рулоном перпендикулярно поверхности валков	2	27
Устанавливают такой зазор между валками, чтобы минимальная толщина пластины была 6 мм, и пропускают смесь через вальцы четыре раза, каждый раз складывая ее вдвое	1	28

6.4.2.2 Вырезают из смеси образцы, достаточные для определения вязкости смеси и ее способности к переработке в соответствии с *ГОСТ Р 54552* или [*1*] и вулканизационных характеристик в соответствии с [*2*] или *ГОСТ Р 54547*.

6.4.2.3 Если требуется определить упругопрочностные свойства вулканизатов при растяжении, смесь листуют на вальцах до получения пластин толщиной приблизительно 2,2 мм и кондиционируют в соответствии с *ГОСТ Р 54554*.

6.5 Метод D — Смешение в закрытом микросмесителе

6.5.1 Общие требования к режиму смешения приведены в *ГОСТ Р 54554*. В процессе смешения поддерживают температуру головки закрытого микросмесителя (60 ± 3) °С и угловую скорость ротора 6,3—6,6 рад/с.

6.5.2 Готовят каучук к смешению, пропуская его через вальцы один раз при температуре (60 ± 5) °С и зазоре между валками, обеспечивающем получение листа толщиной приблизительно 0,5 мм. При необходимости разрезают полученный лист на полоски шириной примерно 25 мм.

6.5.3 Смешение в закрытом микросмесителе — в соответствии с таблицей 6.

6.5.3.1 После приготовления смеси в соответствии с таблицей 6 выключают мотор, поднимают затвор, снимают смесительную камеру и выгружают смесь. При необходимости записывают максимальную температуру смеси.

6.5.3.2 Выгруженную из закрытого микросмесителя смесь немедленно дважды пропускают через вальцы при температуре (70 ± 5) °С и зазоре между валками 0,5 мм, затем два раза при зазоре 3 мм для отвода тепла. Для улучшения распределения ингредиентов пропускают смесь через вальцы рулоном перпендикулярно поверхности валков шесть раз при зазоре между валками 0,8 мм.

Таблица 6 — Смешение в закрытом микросмесителе (метод D)

Операция смешения	Продолжительность, мин	Общая продолжительность, мин
Загружают полоски каучука в смесительную камеру, опускают затвор и включают таймер	0,0	0,0
Пластицируют каучук	0,5	0,5
Поднимают затвор и аккуратно, избегая потерь, добавляют предварительно смешанные оксид цинка, серу, стеариновую кислоту и TBBS	1,0	1,5
Вводят технический углерод, очищают загрузочное отверстие и опускают затвор	1,0	2,5
Перемешивают смесь, поднимая, если необходимо, затвор на короткое время во избежание потерь ингредиентов	6,5	9,0

6.5.3.3 Проверяют и записывают массу смеси. Если она отличается от теоретического значения более чем на 0,5 %, бракуют смесь.

6.5.3.4 Отрезают от смеси образец, достаточный для определения вязкости смеси и ее способности к переработке в соответствии с *ГОСТ Р 54552* или [*1*] и вулканизационных характеристик в соответствии с [*2*] или *ГОСТ Р 54547*.

6.5.3.5 Для определения упругопрочностных свойств вулканизатов при растяжении смесь листуют на вальцах до получения пластин толщиной приблизительно 2,2 мм и кондиционируют в соответствии с *ГОСТ Р 54554*.

7 Проведение испытаний

7.1 Определение вулканизационных характеристик резиновой смеси с использованием реометра

7.1.1 Определяют вулканизационные характеристики в соответствии с [*2*] или *ГОСТ Р 54547*. Результаты испытаний по обоим методам не сопоставимы.

7.1.2 Рекомендуемые условия испытаний по [*2*]: частота колебаний — 1,67 Гц, амплитуда колебаний — 1°, температура полуформ — 160 °С, подогрев — отсутствует, время испытания — 30 мин.

Рекомендуемые условия испытаний по [*1*]: частота колебаний — 1,67 Гц, амплитуда колебаний — 0,5°, температура полуформ — 160 °С, подогрев — отсутствует, время испытания — 30 мин. Допуски условий испытаний определяются методами испытаний.

7.1.3 Рекомендуемые стандартные параметры испытаний: M_L, M_H, t_s1, $t'50$ и $t'90$.

7.2 Определение вулканизационных характеристик путем измерения упругопрочностных свойств

7.2.1 Вместо определения вулканизационных характеристик с помощью реометра можно определять упругопрочностные свойства при растяжении вулканизованных пластин.

7.2.2 Готовят пластины для испытания и вулканизуют их в соответствии с *ГОСТ Р 54554*.

7.2.3 Рекомендованное стандартное время вулканизации составляет 20, 30, 40 и 60 мин при температуре 135 °С. При использовании только одного времени вулканизации рекомендуется время вулканизации 40 мин.

7.2.4 Выдерживают образцы для испытаний и определяют напряжение при удлинении, условную прочность при растяжении и удлинение в соответствии с *ГОСТ Р 54553*.

Примечание — В производственных условиях может возникнуть необходимость проведения испытаний через 1—6 ч после вулканизации, при этом могут быть получены несколько отличающиеся результаты.

8 Прецизионность и систематическая погрешность

8.1 Настоящий раздел был подготовлен в соответствии с [*3*] и [*4*]. В этих стандартах приведены термины и другие детали статистического расчета.

Примечание — В настоящем стандарте использована терминология в области прецизионности, соответствующая ГОСТ Р ИСО 5725-1.

8.2 Сведения, представленные в настоящем разделе, дают оценку прецизионности методов испытаний изопреновых каучуков, использованных в конкретной программе межлабораторных испытаний, описанной ниже. Параметры прецизионности не следует использовать для проведения приемочных или браковочных испытаний любых других групп материалов без документов, подтверждающих их применимость к данным материалам, и без протоколов испытаний этих материалов с применением данного метода.

8.3 Оценивалась прецизионность типа 2 (межлабораторная), класса III. Принимали участие шесть лабораторий, были испытаны два типа каучука. За результат испытания принимали результат одного определения.

Испытание повторялось два раза с промежутком в неделю. Таким образом, $p = 6$, $q = 2$, $n = 2$. Образцы двух типов каучуков IR были распределены по лабораториям. Другие материалы, необходимые по рецепту, приведенному в настоящем стандарте, закупали лаборатории-участники. Были проведены следующие испытания на смешанных образцах:

- вязкость по Муни ML4+1 при 100 °С (таблица 7);
- упругопрочностные свойства — вулканизация в течение 35 мин при температуре 145 °С, определяли: модуль упругости при 100 %-ном удлинении, модуль упругости при 300 %-ном удлинении, прочность при разрыве, удлинение при разрыве (таблица 8);

- испытание на реометре с колеблющимся ротором — температура — 160 °С, амплитуда колебаний — 1°, частота колебаний — 1,7 Гц (таблица 9);
- испытание на безроторном реометре — температура — 160 °С, амплитуда колебаний — 0,5°, частота колебаний — 1,7 Гц (таблица 10).

Таблица 7 — Прецизионность типа 2, класса III (материалы расположены в порядке возрастания средних значений). Определение вязкости по Муни ML4+1 при 100 °С, условные единицы вязкости по Муни

Материал	Среднее значение	Внутрилабораторная повторяемость			Межлабораторная воспроизводимость		
		s	r	(r)	S	R	(R)
B	50,1	2,4	6,9	13,7	2,4	6,9	13,7
A	51,3	1,9	5,4	10,5	3,3	9,3	18,0
Усредненное среднее значение	50,7	2,2	6,2	12,2	2,9	8,2	16,1

Примечание — Использованы следующие обозначения:
s — стандартное отклонение повторяемости, в единицах измерения;
r — повторяемость (*предел повторяемости*), $s \times 2{,}83$;
(r) — повторяемость (*предел повторяемости*), в процентах от среднего;
S — стандартное отклонение воспроизводимости, в единицах измерения;
R — воспроизводимость (*предел воспроизводимости*), $S \times 2{,}83$;
(R) — воспроизводимость (*предел воспроизводимости*), в процентах от среднего.

8.4 Прецизионность данных методов испытаний может быть выражена с использованием соответствующего значения r, R, (r) или (R) при принятии решения о результатах испытания. Это соответствующее значение является значением r или R, отвечающим среднему уровню в таблицах 7—10, наиболее близкому к среднему уровню рассматриваемых результатов в любое заданное время для любого конкретного материала при обычном проведении испытаний.

Таблица 8 — Прецизионность типа 2, класса III (материалы расположены в порядке возрастания средних значений). Определение упругопрочностных свойств при растяжении

Материал	Среднее значение	Внутрилабораторная повторяемость			Межлабораторная воспроизводимость		
		s	r	(r)	S	R	(R)
Модуль упругости при 100 %-ном удлинении, МПа							
B	2,03	0,10	0,27	13,42	0,31	0,88	43,60
A	2,11	0,11	0,32	15,04	0,31	0,87	41,08
Усредненное среднее значение	2,07	0,10	0,30	14,28	0,31	0,87	42,31
Модуль упругости при 300 %-ном удлинении, МПа							
B	8,94	0,43	1,21	13,58	0,82	2,31	25,83
A	9,22	0,46	1,30	14,09	0,84	2,38	25,81
Усредненное среднее значение	9,08	0,44	1,26	13,85	0,83	2,34	25,83
Прочность при разрыве, МПа							
B	28,22	1,26	3,58	12,68	1,26	3,58	12,68
A	28,28	1,85	5,23	18,49	1,93	5,46	19,33
Усредненное среднее значение	28,25	1,58	4,48	15,86	1,63	4,62	16,35
Удлинение при разрыве, %							
A	576,00	15,02	42,50	7,38	23,69	67,03	11,64
B	582,75	17,12	48,44	8,31	21,09	59,69	10,24
Усредненное среднее значение	579,38	16,10	45,56	7,86	22,43	63,47	10,95

Окончание таблицы 8

Примечание — Использованы следующие обозначения:
s — стандартное отклонение повторяемости, в единицах измерения;
r — повторяемость (*предел повторяемости*), $s \times 2{,}83$;
(r) — повторяемость (*предел повторяемости*), в процентах от среднего;
S — стандартное отклонение воспроизводимости, в единицах измерения;
R — воспроизводимость (*предел воспроизводимости*), $S \times 2{,}83$;
(R) — воспроизводимость (*предел воспроизводимости*), в процентах от среднего.

Таблица 9 — Прецизионность типа 2, класса III (материалы расположены в порядке возрастания средних значений). Испытания на реометре с колеблющимся ротором

Материал	Среднее значение	Внутрилабораторная повторяемость			Межлабораторная воспроизводимость		
		s	r	(r)	S	R	(R)
M_L, дН · м							
A	5,58	0,17	0,47	8,47	0,49	1,40	25,05
B	6,05	0,14	0,39	6,46	0,33	0,94	15,58
Усредненное среднее значение	5,96	0,15	0,43	7,27	0,42	1,19	20,00
M_H, дН · м							
B	36,40	0,92	2,59	7,11	2,19	6,19	17,00
A	38,70	0,69	1,94	5,02	2,00	5,67	14,65
Усредненное среднее значение	37,55	0,81	2,29	6,10	2,10	5,93	15,80
t_s1, мин							
B	3,93	0,13	0,37	9,36	0,35	0,99	25,28
A	4,23	0,16	0,46	10,97	0,28	0,78	18,53
Усредненное среднее значение	4,08	0,15	0,42	10,26	0,32	0,89	21,93
$t'50$, мин							
A	6,35	0,23	0,66	10,43	0,26	0,73	11,45
B	6,58	0,18	0,51	7,70	0,31	0,86	13,12
Усредненное среднее значение	6,46	0,21	0,59	9,13	0,28	0,80	12,35
$t'90$, мин							
A	8,49	0,39	1,09	12,87	0,40	1,13	13,33
B	8,82	0,25	0,70	7,99	0,38	1,08	12,19
Усредненное среднее значение	8,66	0,32	0,92	10,61	0,39	1,10	12,75

Примечание — Использованы следующие обозначения:
s — стандартное отклонение повторяемости, в единицах измерения;
r — повторяемость (*предел повторяемости*), $s \times 2{,}83$;
(r) — повторяемость (*предел повторяемости*), в процентах от среднего;
S — стандартное отклонение воспроизводимости, в единицах измерения;
R — воспроизводимость (*предел воспроизводимости*), $S \times 2{,}83$;
(R) — воспроизводимость (*предел воспроизводимости*), в процентах от среднего.

Таблица 10 — Прецизионность типа 2, класса III (материалы расположены в порядке возрастания средних значений). Испытания на безроторном реометре

Материал	Среднее значение	Внутрилабораторная повторяемость			Межлабораторная воспроизводимость		
		s	r	(r)	S	R	(R)
M_L, дН · м							
A	1,68	0,18	0,51	30,41	0,26	0,72	43,08
B	1,73	0,18	0,50	29,20	0,19	0,53	31,01
Усредненное среднее значение	1,70	0,18	0,51	29,80	0,22	0,64	37,36
M_H, дН · м							
B	14,79	0,26	0,74	5,03	0,66	1,88	12,69
A	16,39	0,07	0,20	1,23	0,67	1,89	11,55
Усредненное среднее значение	15,59	0,19	0,55	3,50	0,67	1,88	12,09
t_s1, мин							
B	3,15	0,08	0,24	7,55	0,18	0,51	16,08
A	3,41	0,13	0,37	10,79	0,14	0,39	11,45
Усредненное среднее значение	3,28	0,11	0,31	9,44	0,16	0,45	13,79
$t'50$, мин							
A	4,74	0,17	0,49	10,33	0,20	0,56	11,82
B	4,79	0,10	0,27	5,61	0,17	0,47	9,81
Усредненное среднее значение	4,77	0,14	0,39	8,29	0,18	0,52	10,85
$t'90$, мин							
A	7,13	0,11	0,32	4,45	0,39	1,12	15,65
B	7,23	0,19	0,54	7,47	0,31	0,88	12,17
Усредненное среднее значение	7,18	0,16	0,44	6,17	0,35	1,00	13,99

Примечание — Использованы следующие обозначения:
s — стандартное отклонение повторяемости, в единицах измерения;
r — повторяемость (*предел повторяемости*), $s \times 2{,}83$;
(r) — повторяемость (*предел повторяемости*), в процентах от среднего;
S — стандартное отклонение воспроизводимости, в единицах измерения;
R — воспроизводимость (*предел воспроизводимости*), $S \times 2{,}83$;
(R) — воспроизводимость (*предел воспроизводимости*), в процентах от среднего.

8.5 Повторяемость (*внутрилабораторная*) r данных методов испытания была установлена в форме соответствующих значений, приведенных в таблицах 7—10. Два единичных результата испытаний, полученные при нормальном выполнении процедур метода испытания, расхождение между которыми превышает значение r, указанное в таблицах 7—10 (для любого данного уровня), должны рассматриваться как относящиеся к различным или неидентичным наборам проб.

8.6 Воспроизводимость (*межлабораторная*) R настоящих методов испытаний была установлена в качестве соответствующих значений, приведенных в таблицах 7—10. Два единичных результата испытаний, полученные при нормальном выполнении процедур метода испытания, расхождение между которыми превышает значение R, указанное в таблицах 7—10 (для любого данного уровня), должны рассматриваться как относящиеся к различным или неидентичным наборам проб.

8.7 Повторяемость и воспроизводимость (r) и (R), выраженные в процентах от среднего уровня, применяются так же, как установлено для r и R. В случае использования (r) и (R) расхождение между двумя единичными результатами испытаний выражается в процентах от среднего арифметического значения двух результатов испытания.

8.8 Систематическая погрешность

В терминологии, относящейся к методам испытаний, систематическая погрешность представляет собой разность между средним значением результата испытания и эталонным (или истинным) значением определяемого параметра. Для приведенных в настоящем стандарте методов испытания не существует эталонных значений, так как величины рассматриваемых параметров определяются только приведенными методами. Поэтому систематическая погрешность не может быть определена.

Приложение ДА
(справочное)

Сведения о соответствии ссылочных национальных стандартов международному стандарту и стандартам АСТМ, использованным в качестве ссылочных в примененном стандарте

Таблица ДА.1

Обозначение ссылочного национального стандарта	Степень соответствия	Обозначение и наименование ссылочного международного стандарта или стандарта АСТМ
ГОСТ Р ИСО 5725-1—2002	IDT	ИСО 5725-1:1994 «Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 1. Основные положения и определения»
ГОСТ Р 54547—2011	IDT	АСТМ Д 5289—2007а «Стандартный метод испытания каучука. Вулканизация с использованием реометров без ротора»
ГОСТ Р 54549—2011	MOD	АСТМ Д 3896—2007 «Стандартная методика для синтетических каучуков. Отбор проб»
ГОСТ Р 54552—2011	MOD	АСТМ Д 1646—2007 «Стандартные методы испытаний резины. Оценка вязкости, релаксации внутренних напряжений и характеристик предварительной вулканизации (вискозиметром Муни)»
ГОСТ Р 54553—2011	MOD	АСТМ Д 412—2006а «Стандартные методы испытания резин и термопластичных эластомеров. Растяжение»
ГОСТ Р 54554—2011	MOD	АСТМ Д 3182—2007 «Стандартные методы испытаний резин. Материалы, оборудование и методики смешения стандартных смесей и приготовления стандартных вулканизованных пластин»

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

- IDT — идентичные стандарты;
- MOD — модифицированные стандарты.

Библиография

[1] АСТМ Д 6204—2007	*Определение свойств невулканизованных резин с использованием безроторного сдвигового реометра*
(ASTM D 6204—2007	*Test method for rubber — Measurement of unvulcanized rheological properties using rotorless shear rheometers)*
[2] АСТМ Д 2084—2007	*Стандартный метод испытаний резин. Определение вулканизационных характеристик с помощью реометра с колеблющимся диском*
(ASTM D 2084—2007	*Standard test method for rubber property — Vulcanization using oscillating disk cure meter)*
[3] АСТМ Д 4483—2005	*Стандартные методики оценки точности методов испытаний на предприятиях — изготовителях резин и технического углерода*
(ASTM D 4483—2005	*Standard practice for evaluating precision for test method standards in the rubber and carbon black manufacturing industries)*
[4] АСТМ Е 691—2009	*Стандартные методики проведения межлабораторных испытаний для определения прецизионности метода испытания*
(ASTM E 691—2009	*Standard practice for conducting an interlaboratory study to determine the precision of a test method)*

УДК 678.4:543.06:006.354 ОКС 83.040.10 Л69 ОКСТУ 2209

Ключевые слова: изопреновые каучуки, приготовление и испытание резиновых смесей

Редактор *П.М. Смирнов*
Технический редактор *Н.С. Гришанова*
Корректор *М.С. Кабашова*
Компьютерная верстка *А.Н. Золотаревой*

Сдано в набор 11.02.2013. Подписано в печать 01.03.2013. Формат 60 × 84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,86. Уч.-изд. л. 1,40. Тираж 111 экз. Зак. 241.

ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.
www.gostinfo.ru gost.e-ecolog.ru
Набрано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» на ПЭВМ.
Отпечатано в филиале ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» — тип. «Московский печатник», 105062 Москва, Лялин пер., 6.

gost.e-ecolog.ru