МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)
INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ ISO 2476— 2017

КАУЧУК БУТАДИЕНОВЫЙ (BR) РАСТВОРНОЙ ПОЛИМЕРИЗАЦИИ

Методы оценки

(ISO 2476:2014, Butadiene rubber (BR) — Solution-polymerized types — Evaluation procedures, IDT)

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2018

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

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

Сведения о стандарте

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

2 ВНЕСЕН Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии

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

За принятие проголосовали:

Краткое наименование страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Код страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Сокращенное наименование национального органа по стандартизации
Беларусь	BY	Госстандарт Республики Беларусь
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Россия	RU	Росстандарт
Таджикистан	TJ	Таджикстандарт
Узбекистан	UZ	Узстандарт

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 3 апреля 2018 г. № 169-ст межгосударственный стандарт ГОСТ ISO 2476—2017 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 января 2020 г.

5 Настоящий стандарт идентичен международному стандарту ISO 2476:2014 «Каучук бутадиеновый (BR) растворной полимеризации. Методы оценки» («Butadiene rubber (BR) — Solution-polymerized types — Evaluation procedures», IDT).

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

Наименование настоящего стандарта изменено относительно наименования указанного международного стандарта для приведения в соответствие с ГОСТ 1.5 (подраздел 3.6).

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

6 ВЗАМЕН ГОСТ ISO 2476—2013

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

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

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

Содержание

1 Область применения 1
2 Нормативные ссылки 1
3 Отбор и подготовка проб для проведения испытаний 2
4 Определение физических и химических свойств каучуков 2
5 Приготовление резиновых смесей для оценки бутадиеновых каучуков 2
6 Кондиционирование смесей 7
7 Определение вулканизационных характеристик 7
8 Определение упругопрочностных свойств вулканизатов при растяжении 8
9 Прецизионность 8
10 Протокол испытания 8
Приложение А (справочное) Прецизионность 9
Приложение ДА (справочное) Сведения о соответствии ссылочных международных стандартов межгосударственным стандартам 15
Библиография 16

М Е Ж Г О С У Д А Р С Т В Е Н Н Ы Й С Т А Н Д А Р Т

КАУЧУК БУТАДИЕНОВЫЙ (BR) РАСТВОРНОЙ ПОЛИМЕРИЗАЦИИ

Методы оценки

Butadiene rubber (BR) of solution polymerized types. Evaluation procedures

Дата введения —2020—01—01

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

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает:

- методы определения физических и химических свойств каучуков;
- стандартные контрольные ингредиенты, стандартную рецептуру для испытаний, оборудование и методы обработки для оценки вулканизационных характеристик бутадиеновых каучуков растворной полимеризации (BR), в том числе маслонаполненных каучуков (OEBR), а также упругопрочностных свойств вулканизатов при растяжении.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие международные стандарты:

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

ISO 247:2006, Rubber — Determination of ash (Каучук. Определение золы)

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

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

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

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

ISO 2393, Rubber test mixes — Preparation, mixing and vulcanization — Equipment and procedures (Смеси резиновые для испытания. Приготовление, смешение и вулканизация. Оборудование и методы)

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

Издание официальное

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

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

3 Отбор и подготовка проб для проведения испытаний

3.1 Лабораторную пробу массой приблизительно 1,5 кг отбирают по ISO 1795.

3.2 Образцы для испытаний готовят по ISO 1795.

4 Определение физических и химических свойств каучуков

4.1 Вязкость по Муни

Вязкость по Муни определяют по ISO 289-1 на образце, подготовленном по ISO 1795 (предпочтительно без вальцевания). При необходимости вальцевания температура поверхности валков должна быть (35 ± 5) °С. Результат записывают как ML (1 + 4) при температуре 100 °С.

4.2 Летучие вещества

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

4.3 Зола

Золу определяют по ISO 247.

5 Приготовление резиновых смесей для оценки бутадиеновых каучуков

5.1 Стандартные рецептуры

В таблице 1 приведены две стандартные рецептуры. Для приготовления смесей используют национальные или международные стандартные контрольные ингредиенты (при отсутствии стандартных контрольных ингредиентов используют ингредиенты, согласованные между заинтересованными сторонами).

Таблица 1 — Стандартные рецептуры

Наименование	Массовая часть для каучука	
	не наполненного маслом	маслонаполненного
Бутадиеновый каучук	100,00	100,00 + Y[a)]
Оксид цинка	3,00	3,00
Технический углерод IRB[b)]	60,0	0,6 (100 + Y)
Стеариновая кислота	2,0	2,0
Масло ASTM, тип 103[c)]	15,00	—
Сера	1,50	1,50
TBBS[d)]	0,90	0,009 (100 + Y)
Всего	182,40	167,40 + 1,609 Y
Рассчитанная плотность, г/см^3	1,11	—

[a)] Y — количество массовых частей масла на 100 частей исходного каучука в маслонаполненном каучуке.

[b)] Используют очередную партию контрольного промышленного технического углерода. Сушат в течение 1 ч при температуре (125 ± 3) °С и хранят в герметичном сосуде.

Окончание таблицы 1

[c] Масло плотностью 0,92 г/см^3 выпускает компания Sun Refining and Marketing Company, распространяет компания R.E. Carroll, Inc., 1570 North Olden Avenue Ext, Trenton, NJ 08638-3204, USA. Зарубежные заказы следует направлять компании Sunoco Overseas, Inc., 1801 Market Street, Philadelphia, PA 19103-1699, USA. Информация приведена для удобства пользователей данного стандарта и не является рекомендацией ISO по использованию продукта. Допускается использовать другие масла, однако при этом могут быть получены разные результаты.

[d] N-*трет*-бутилбензотиазол-2-сульфенамид (TBBS). Поставляется в виде порошка с исходным содержанием нерастворимого вещества, определяемым по стандарту [3], не более 0,3 %. Ингредиент следует хранить при температуре окружающей среды в закрытом сосуде, содержание нерастворимого вещества проверяют через каждые 6 мес. Если содержание нерастворимого вещества более 0,75 %, материал бракуют или перекристаллизовывают.

5.2 Процедура

5.2.1 Общие положения

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

5.2.2 Процедуры смешения

5.2.2.1 Общие положения

Применяют пять альтернативных методов смешения, предпочтительно использовать метод с использованием лабораторного закрытого резиносмесителя:

- метод А1: одностадийное смешение в лабораторном закрытом резиносмесителе;
- метод А2: двухстадийное смешение с использованием лабораторного закрытого резиносмесителя на начальной и конечной стадиях смешения;
- метод В: двухстадийное смешение в лабораторном закрытом резиносмесителе на начальной стадии смешения, на вальцах — на конечной стадии.

Лабораторные закрытые резиносмесители небольших объемов не обеспечивают получения достаточного количества смеси для окончательного смешения на вальцах, поскольку необходима масса загрузки, в четыре раза превышающая массу, указанную в рецептуре. В таких случаях для конечного смешения рекомендуется использовать лабораторный закрытый резиносмеситель. Регулируют начальную температуру в камере смесителя или массу загружаемых ингредиентов таким образом, чтобы конечная температура выгружаемой смеси не превышала 120 °С;

- методы С1 и С2: смешение на вальцах.

Примечание 1 — Разные методы смешения дают разные результаты.

Примечание 2 — Смешение на вальцах бутадиеновых каучуков растворной полимеризации выполнить труднее, чем смешение других каучуков, поэтому лучше выполнять смешение в закрытом резиносмесителе. Для некоторых типов бутадиенового каучука при смешении на вальцах невозможно получить качественную смесь.

5.2.2.2 Метод А1. Одностадийное смешение в закрытом резиносмесителе

Для лабораторных закрытых резиносмесителей номинальной вместимостью 65 — 2000 см^3 масса загружаемых ингредиентов должна быть равна номинальной вместимости резиносмесителя в кубических сантиметрах, умноженной на плотность смеси. При приготовлении серии идентичных смесей для каждой загрузки смешиваемых ингредиентов рабочие режимы лабораторного закрытого резиносмесителя должны быть одинаковыми. На начальной стадии приготовления каждой серии смесей для испытаний ингредиенты, подлежащие обработке при соответствующих режимах, смешивают по той же рецептуре, что и для испытуемых смесей. После выгрузки смеси и перед последующей загрузкой ингредиентов лабораторный закрытый резиносмеситель охлаждают до заданной температуры (подходящей является температура 60 °С). Режим контроля температуры не должен меняться при смешении серии смесей.

При смешении должно быть обеспечено равномерное распределение всех ингредиентов.

Температура выгружаемой смеси после окончания смешения должна быть не более 120 °С. Для выполнения данного требования при необходимости регулируют начальную температуру в камере смесителя или массу загружаемых ингредиентов.

Примечание 1 — Для закрытых лабораторных резиносмесителей разных объемов рекомендуемые рабочие режимы смешения приведены в таблице А.7, приложение А.

Примечание 2 — Общая процедура смешения в лабораторном закрытом резиносмесителе следующая:

Процедура смешения	Время обработки, мин	Общее время, мин
a) Загружают каучук в камеру. Опускают затвор	—	—
b) Пластицируют каучук	1,0	1,0
c) Поднимают затвор и вводят оксид цинка, масло, стеариновую кислоту и половину технического углерода. Очищают горловину смесителя и верхнюю часть затвора, опускают затвор	1,0	2,0
d) Поднимают затвор и вводят TBBS, серу и оставшуюся часть технического углерода. Затем очищают горловину смесителя и верхнюю часть затвора и опускают затвор	1,0	3,0
e) Проводят смешение	6,0	9,0
f) Отключают двигатель, поднимают затвор, извлекают или открывают камеру для смешения и выгружают смесь. Регистрируют максимальную температуру смеси. В некоторых типах резиносмесителей для выгрузки смеси роторы должны вращаться.		

После выгрузки пропускают смесь на вальцах один раз при зазоре между валками 0,5 мм и затем два раза — при зазоре 3,0 мм при температуре поверхности валков (50 ± 5) °С.

Определяют и записывают массу смеси. Если она отличается от расчетной более чем на $^{+0,5}_{-1,5}$ %, смесь бракуют.

При необходимости готовят образец для определения вулканизационных характеристик в соответствии с ISO 3417 или ISO 6502. Перед испытаниями выдерживают смесь в течение 2—24 ч по возможности при стандартной температуре и влажности в соответствии с ISO 23529.

При необходимости листуют смесь до толщины приблизительно 2,2 мм для подготовки пластин для испытаний или до требуемой толщины для подготовки образцов в форме колец в соответствии с ISO 37. Для получения каландрового эффекта четыре раза пропускают сложенную по длине вдвое пластину между валками при зазоре 2,1 и 2,5 мм при температуре поверхности валков (50 ± 5) °С.

5.2.2.3 Метод А2. Двухстадийное смешение в лабораторном закрытом резиносмесителе на начальной и завершающей стадиях смешения

5.2.2.3.1 Стадия 1 — начальное смешение по 5.2.2.2.

Температура выгружаемой смеси после смешения должна быть не более 170 °С. Для выполнения данного требования при необходимости регулируют начальную температуру в камере смесителя или массу загружаемых ингредиентов.

Примечание — Общая процедура начального смешения в лабораторном закрытом резиносмесителе следующая:

Процедура смешения	Время обработки, мин	Общее время, мин
a) Устанавливают температуру (50 ± 5) °С, регулируют угловую скорость вращения ротора и усилие закрытия затвора лабораторного закрытого резиносмесителя таким образом, чтобы смесь выгружалась при температуре, указанной в перечислении e). Закрывают дверцу загрузки ингредиентов, включают двигатель и поднимают затвор. Загружают каучук в камеру. Опускают затвор	—	—
b) Загружают половину каучука, затем вводят оксид цинка, технический углерод, масло (для не наполненного маслом каучука BR), стеариновую кислоту и остаток каучука. Опускают затвор	0,5	0,5
c) Проводят смешение	3,0	3,5
d) Поднимают затвор и очищают горловину смесителя и верхнюю часть затвора. Опускают затвор	0,5	4,0
e) Выгружают смесь, когда температура достигнет 170 °С или общее время смешения 6 мин, в зависимости от того, что произойдет раньше	2,0	6,0

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

5.2.2.3.2 Стадия 2 — окончательное смешение

При смешении должно быть обеспечено равномерное распределение всех ингредиентов.

Температура выгружаемой смеси должна быть не более 120 °С. Для выполнения данного требования при необходимости регулируют начальную температуру в камере смесителя или массу загружаемых ингредиентов.

Примечание — Общая процедура окончательного смешения в лабораторном закрытом резиносмесителе следующая:

Процедура смешения	Время обработки, мин	Общее время, мин
a) Охлаждают резиносмеситель до температуры (40 ± 5) °С, используя полную подачу охлаждающей воды на роторы. Включают двигатель и поднимают затвор	—	—
b) Отключают подачу пара, оставляют охлаждающую воду. Заворачивают всю серу и TBBS в половину маточной смеси и загружают в резиносмеситель. Добавляют оставшуюся часть маточной смеси. Опускают затвор	0,5	0,5
c) Смешивают до достижения температуры 110 °С или общего времени смешения 3 мин, в зависимости от того, что произойдет раньше	2,5	3,0

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

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

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

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

5.2.2.4 Метод В. Двухстадийное смешение: в лабораторном закрытом резиносмесителе на начальной стадии и на вальцах — на завершающей стадии

5.2.2.4.1 Стадия 1 — начальное смешение

Начальное смешение проводят в соответствии с 5.2.2.3.1.

5.2.2.4.2 Стадия 2 — завершающее смешение на вальцах

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

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

Процедура смешения	Время обработки, мин	Общее время, мин
a) Устанавливают и поддерживают температуру поверхности валков (35 ± 5) °С и зазор между валками 1,5 мм. Вальцуют маточную смесь на переднем валке	1,0	1,0
b) Медленно вводят серу и TBBS в смесь. Собирают и вводят в смесь ингредиенты, просыпавшиеся на поддон вальцов	1,0	2,0
c) Делают по шесть подрезов на 3/4 валка с каждой стороны	1,5	3,5
d) Срезают смесь с вальцов. Устанавливают зазор между валками 0,8 мм и пропускают шесть раз свернутую в рулон смесь перпендикулярно к поверхности валков	1,5	5,0
e) Листуют смесь до толщины приблизительно 6 мм. Проводят контрольное взвешивание смеси (см. ISO 2393). Если масса смеси отличается от расчетной более чем на $^{+0,5}_{-1,5}$ %, смесь бракуют и проводят повторное смешение. Отбирают достаточное количество материала для определения вулканизационных характеристик.		
f) Листуют оставшуюся смесь до толщины приблизительно 2,2 мм для подготовки пластин для испытаний или до требуемой толщины — для подготовки образцов в форме колец в соответствии с ISO 37.		

5.2.2.5 Методы С1 и С2. Смешение на вальцах

5.2.2.5.1 Общие положения

Бутадиеновые каучуки растворной полимеризации трудно обрабатываются на вальцах. Поэтому предпочтительно использовать методы А1, А2 и В, обеспечивающие более равномерное распределение ингредиентов. При отсутствии лабораторного закрытого резиносмесителя можно применять два метода смешения на вальцах:

- метод С1, применимый для всех типов бутадиеновых каучуков растворной полимеризации, маслонаполненных или не наполненных маслом;
- метод С2, применимый только для каучуков, не наполненных маслом, но обеспечивающий более легкое смешение и равномерное распределение ингредиентов.

При использовании методов С1 и С2 не всегда получают одинаковые результаты для не наполненных маслом бутадиеновых каучуков растворной полимеризации. Поэтому при межлабораторных испытаниях или при проведении серии испытаний необходимо применять один и тот же метод смешения.

5.2.2.5.2 Метод С1

Масса загрузки ингредиентов в граммах для стандартных вальцов должна в три раза превышать массу, указанную в рецептуре (т. е. 3 × 182,40 г = 547,20 г или 3 × 167,40 г = 502,20 г). При смешении регулируют режим охлаждения валков для поддержания температуры (35 ± 5) °С.

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

Процедура смешения	Время обработки, мин	Общее время, мин
a) Вальцуют каучук на вальцах при зазоре между валками 1,3 мм. Примечание — При вальцевании не наполненных маслом каучуков может потребоваться более длительное смешение для хорошего обволакивания валка	1,0	1,0
b) Вводят равномерно вдоль валков оксид цинка и стеариновую кислоту. Выполняют по два подреза на 3/4 валка с каждой стороны	2,0	3,0
c) Вводят равномерно с постоянной скоростью вдоль валков технический углерод. После введения примерно половины технического углерода увеличивают зазор между валками до 1,8 мм и затем вводят остаток технического углерода. Выполняют по два подреза на 3/4 валка с каждой стороны с интервалом 30 с между подрезами. Обязательно вводят в смесь весь технический углерод, просыпавшийся на поддон вальцов	15,0 — 18,0	18,0 — 21,0
d) Вводят очень медленно по каплям масло (за исключением маслонаполненных BR)	8,0 — 10,0	26,0 — 31,0
e) Вводят серу и TBBS. Собирают и вводят весь материал, просыпавшийся на поддон вальцов	2,0	28,0 — 33,0
f) Выполняют по шесть последовательных подрезов на 3/4 валка с каждой стороны	2,0	30,0 — 35,0
g) Срезают смесь с вальцов. Устанавливают зазор между валками 0,8 мм и пропускают шесть раз свернутую в рулон смесь перпендикулярно к поверхности валков	2,0	32,0 — 37,0

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

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

5.2.2.5.3 Метод С2

Масса загрузки ингредиентов в граммах для стандартных вальцов должна быть в два раза больше массы, указанной в рецептуре (т. е. 2 × 182,40 г = 364,80 г). Регулируют режим охлаждения валков для поддержания при смешении температуры (35 ± 5) °С. Вводят ингредиенты в смесь медленно и равномерно вдоль валков. Подрезы смеси не выполняют, пока не будут введены все ингредиенты.

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

Процедура смешения	Время обработки, мин	Общее время, мин
a) Дважды пропускают каучук при зазоре между валками (0,45 ± 0,01) мм и затем вальцуют каучук. Делают по два последовательных подреза на 3/4 валка с каждой стороны	2,0	2,0
b) Вводят стеариновую кислоту и оксид цинка. Делают по три последовательных подреза на 3/4 валка с каждой стороны	2,0	4,0
c) Вводят последовательно половину масла и половину технического углерода. Делают по семь последовательных подрезов на 3/4 валка с каждой стороны	12,0	16,0
d) Вводят последовательно остаток масла и технического углерода. Вводят в смесь весь материал, просыпавшийся на поддон вальцов. Делают по семь подрезов на 3/4 валка с каждой стороны	12,0	28,0
e) Вводят TBBS и серу. Делают по шесть подрезов на 3/4 валка с каждой стороны	4,0	32,0
f) Срезают смесь с вальцов. Устанавливают зазор между валками 0,7—0,8 мм и пропускают шесть раз свернутую в рулон смесь перпендикулярно к поверхности валков	3,0	35,0

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

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

6 Кондиционирование смесей

После смешения перед вулканизацией смеси, приготовленные по методам А1, А2, В, С1 и С2, выдерживают в течение 2—24 ч по возможности при стандартной температуре и влажности в соответствии с ISO 23529.

7 Определение вулканизационных характеристик

7.1 Использование реометра с колеблющимся диском

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

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

7.2 Использование безроторного реометра

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

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

8 Определение упругопрочностных свойств вулканизатов при растяжении

Вулканизуют пластины при температуре 145 °С в течение 25, 35 и 50 мин или, альтернативно, при температуре 150 °С в течение 20, 30 и 50 мин. Три выбранных времени должны включать подвулканизацию, оптимум вулканизации и предельную степень вулканизации испытуемого материала.

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

Упругопрочностные свойства определяют по ISO 37.

9 Прецизионность

Сведения о прецизионности приведены в приложении А.

10 Протокол испытания

Протокол испытания должен содержать:

a) обозначение настоящего стандарта;

b) полную информацию, необходимую для идентификации пробы;

c) метод определения содержания летучих веществ (вальцевание или метод с использованием термостата);

d) метод определения золы (метод А или В по ISO 247:2006);

e) информацию о стандартных контрольных ингредиентах;

f) использованную стандартную рецептуру;

g) процедуру смешения по 5.2.2;

h) метод определения вулканизационных характеристик по разделу 7 (ISO 3417 или ISO 6502);

i) время определения значения M_H с использованием реометра;

j) температуру и время вулканизации по разделу 8;

k) любые отклонения, отмеченные при испытаниях;

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

m) результаты испытаний с указанием единиц измерения;

n) дату проведения испытаний.

Приложение А
(справочное)

Прецизионность

А.1 Общие положения

В 1987 г. и 2004 г. были реализованы две программы межлабораторных испытаний (ITP). При проведении ITP 1987 г. смешение проводили на лабораторных вальцах. При проведении ITP 2004 г. было использовано двухстадийное смешение: на лабораторных вальцах и в лабораторном закрытом резиносмесителе.

Показатели прецизионности, определенные в рамках данных ITP, не следует использовать при проведении приемочных испытаний какой-либо группы материалов без документального подтверждения того, что данные показатели применимы к этим конкретным материалам и протоколам испытаний, включающим данный метод.

А.2 Прецизионность при выполнении ITP 1987 г. (смешение на вальцах)

А.2.1 Сведения о ITP

А.2.1.1 Рецептуры, содержащие оба типа бутадиенового каучука (BR), были выбраны для приготовления смесей в каждой из 17 лабораторий, принимающих участие в ITP, в каждый из двух дней с интервалом примерно одна неделя. Рецептура 1 содержала не наполненный маслом каучук, рецептура 2 — маслонаполненный каучук.

Для приготовления смесей использовали только метод С1 настоящего стандарта (смешение на вальцах).

Смеси были приготовлены из специальных (стандартных контрольных) образцов ингредиентов, отобранных от однородной партии и направленных в лаборатории перед проведением испытания. Упругопрочностные свойства при растяжении определяли на вулканизованных пластинках, приготовленных из каждой смеси или композиции в соответствии с программой испытаний.

А.2.1.2 Модуль (напряжение при 300 %-ном удлинении), прочность при растяжении и удлинение при разрыве определяли по ISO 37, за результат принимали медианное значение пяти отдельных определений. Все 17 лабораторий испытывали образцы в форме двухсторонней лопатки. Пять лабораторий провели испытания образцов в форме колец. Прецизионность вычисляли как прецизионность типа 2, период времени для повторяемости и воспроизводимости брали по шкале дней.

А.2.2 Показатели прецизионности

Вычисления прецизионности для выражения повторяемости и воспроизводимости были выполнены в соответствии с международным документом [1].

Показатели прецизионности определения упругопрочностных свойств при растяжении для образцов в форме двухсторонней лопатки приведены в таблице А.1, для образцов в форме колец — в таблице А.2.

В таблицах А.1 и А.2 использованы следующие обозначения:

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

(r) — повторяемость, % отн.

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

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

(R) — воспроизводимость, % отн.

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

Данные показатели прецизионности применимы только при смешении на вальцах по методу С1 настоящего стандарта.

Таблица А.1 — Прецизионность типа 2 (образцы в форме двухсторонней лопатки)

Рецептура	Среднее значение	Внутрилабораторная прецизионность		Межлабораторная прецизионность	
		r	(r)	R	(R)
Напряжение при 300 %-ном удлинении, МПа					
Рецептура 1	10,9	1,37	12,6	2,61	23,8
Рецептура 2	13,0	1,66	12,8	2,90	22,3
Прочность при растяжении, МПа					
Рецептура 1	16,5	1,23	7,47	3,13	18,9
Рецептура 2	17,7	1,82	10,3	3,93	22,3
Удлинение при разрыве, %					
Рецептура 1	367	35,1	9,55	76,6	20,8
Рецептура 2	424	57,8	13,6	127	29,9

Таблица А.2 — Прецизионность типа 2 (образцы в форме колец)

Рецептура	Среднее значение	Внутрилабораторная прецизионность		Межлабораторная прецизионность	
		r	(r)	R	(R)
Напряжение при 300 %-ном удлинении, МПа					
Рецептура 1	10,3	0,82	7,98	4,13	40,2
Рецептура 2	11,9	0,82	6,93	4,73	39,7
Прочность при растяжении, МПа					
Рецептура 1	14,4	0,98	6,81	3,03	21,1
Рецептура 2	15,8	1,40	8,88	4,36	27,6
Удлинение при разрыве, %					
Рецептура 1	362	62,1	17,2	62,1	17,2
Рецептура 2	433	51,7	11,9	51,7	11,9

А.3 Прецизионность при выполнении ITP 2004 г. (смешение на вальцах и в закрытом резиносмесителе)

А.3.1 Сведения о ITP

ITP по оценке прецизионности при смешении на вальцах и в закрытых резиносмесителях разных объемов была проведена на резиновых смесях, приготовленных по рецептуре для не наполненного маслом бутадиенового каучука (BR), указанной в таблице 1 [использовали каучук Neocis BR40, 1,4-*цис*-полибутадиен с содержанием *цис*-изомера 97 %, получаемый с использованием неодимсодержащего катализатора (Nd)]. ITP проводили в рамках пересмотра ISO 2393:1994.

Примечание — Использовали резиносмесители закрытого типа — микросмесители, закрытые резиносмесители и лабораторные резиносмесители.

ITP была выполнена с использованием основных положений пересмотренного международного документа [2]. На момент проведения ITP стандарт по оценке прецизионности, заменяющий международный документ [1], находился на стадии голосования. Использованы термины и другие детали оценки прецизионности, приведенные в международным документе [2].

Для оценки каждого метода смешения определяли упругопрочностные свойства при растяжении и вулканизационные характеристики. Прецизионность методов определения упругопрочностных свойств при растяжении определялась при измерении напряжения (модуля) при 100 %-ном, 200 %-ном и 300 %-ном удлинении, удлинения при разрыве и прочности при растяжении. Прецизионность определения вулканизационных характеристик опреде-

ляли для M_H (максимальный крутящий момент), M_L (минимальный крутящий момент), t_{s1} [время подвулканизации или время до подъема до 1 дН · м), t'_c (50) (время достижения 50 % максимального крутящего момента] и t'_c (90) (время достижения 90 % максимального крутящего момента). Была определена прецизионность типа 2. Резиновые смеси были приготовлены и испытаны в каждый из двух дней с интервалом одна неделя.

Для проведения испытаний каждой приготовленной смеси (определение упругопрочностных свойств при растяжении и вулканизационных характеристик) в каждый из двух дней для каждого типа вулканизата в каждый из двух дней испытания были приготовлены отдельные смеси с использованием однородных (стандартных контрольных) ингредиентов. За результат испытаний принимали среднее значение двух параллельных определений, проведенных в каждый из двух дней испытаний, прецизионность была рассчитана с использованием этих результатов.

В программе испытаний с использованием закрытого резиносмесителя принимало участие 10 лабораторий, использовавших резиносмесители разных типов и объемов. В ITP были использованы резиносмесители вместимостью 75, 80, 270, 379, 422, 588, 1500, 1580, 1600 и 3322 см^3. Некоторые лаборатории предоставили полученные данные при использовании резиносмесителей разной вместимости. Данные, полученные при использовании отдельных резиносмесителей, были включены в базу данных ITP как данные, полученные от отдельных лабораторий. Это позволило получить базу данных, эквивалентную участию 17 лабораторий. Каждая комбинация резиносмеситель — лаборатория была обозначена как псевдолаборатория.

А.3.2 Показатели прецизионности

Показатели прецизионности при использовании двух методов приготовления смесей для определения упругопрочностных свойств при растяжении и вулканизационных характеристик приведены в таблицах А.3—А.6. Результаты были получены при применении варианта 1 исключения выбросов в соответствии с международным документом [2]. Основные положения по использованию показателей прецизионности приведены ниже. Показатели прецизионности представлены в виде показателей абсолютной прецизионности r и R и показателей относительной прецизионности (r) и (R) (см. дополнительную информацию, приведенную ниже).

Повторяемость или прецизионность локальной области для каждого метода испытаний установлена в виде значений, приведенных в таблицах А.3—А.6, для каждого определяемого показателя, указанного в этих таблицах. Два отдельных результата испытаний, полученные в одной и той же лаборатории при правильном применении настоящего стандарта, которые отличаются более чем на приведенные в указанных таблицах значения r в единицах измерения или (r) в процентах следует считать недостоверными, т. е. полученными из разных совокупностей. В этом случае требуется проведение соответствующей проверки.

Воспроизводимость или прецизионность общей области для каждого метода испытаний установлена в виде значений, приведенных в таблицах А.3—А.6, для каждого определяемого показателя, указанного в этих таблицах. Два отдельных результата испытаний, полученные в разных лабораториях при правильном применении настоящего стандарта, которые отличаются более чем на приведенные в таблице значения для R в единицах измерений или (R) в процентах следует считать недостоверными, т. е. полученными из разных совокупностей. В этом случае требуется проведение соответствующей проверки.

Таблица А.3 — Прецизионность (тип 2) определения упругопрочностных свойств при растяжении (смешение на вальцах)

Показатель	Среднее значение	Внутрилабораторная прецизионность			Межлабораторная прецизионность			Количество лабораторий[a)]
		s_r	r	(r)	s_R	R	(R)	
S_{100}, МПа	2,15	0,094	0,26	12,2	0,100	0,28	13,0	6
S_{200}, МПа	5,43	0,130	0,37	6,86	0,42	1,19	21,9	6
S_{300}, МПа	10,81	0,136	0,38	3,52	1,02	2,86	26,4	6
Удлинение при разрыве, %	417	11,4	31,9	7,66	30,2	84,5	20,3	8
Прочность при растяжении, МПа	17,42	0,344	0,96	5,53	2,14	5,98	34,4	7
Общее среднее значение		—	—	7,2	—	—	23,2	—

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

Использованы следующие обозначения:

s_r — внутрилабораторное стандартное отклонение, единицы измерения;

r — повторяемость, единицы измерения;

(r) — повторяемость, % от среднего значения;

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

R — воспроизводимость, единицы измерения;

(R) — воспроизводимость, % от среднего значения.

Таблица А.4 — Прецизионность (тип 2) определения вулканизационных характеристик (смешение на вальцах)

Показатель	Среднее значение	Внутрилабораторная прецизионность			Межлабораторная прецизионность			Количество лабораторий[a)]
		s_r	r	(r)	s_R	R	(R)	
M_H, дН · м	18,3	0,293	0,82	4,48	0,937	2,62	14,3	5
M_L, дН · м	2,83	0,130	0,35	12,4	0,230	0,64	22,5	7
t_{s1}, мин	2,87	0,135	0,38	13,2	0,196	0,55	19,1	6
t'_c (50), мин	6,91	0,130	0,36	5,3	0,293	0,82	11,9	5
t'_c (90), мин	11,1	0,150	0,43	3,9	0,900	2,53	22,8	5
Общее среднее значение		—	—	7,9	—	—	18,1	—

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

Использованы следующие обозначения:

s_r — внутрилабораторное стандартное отклонение, единицы измерения;

r — повторяемость, единицы измерения;

(r) — повторяемость, % от среднего значения;

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

R — воспроизводимость, единицы измерения;

(R) — воспроизводимость, % от среднего значения.

Таблица А.5 — Прецизионность (тип 2) определения упругопрочностных свойств (смешение в закрытом резиносмесителе)

Показатель	Среднее значение	Внутрилабораторная прецизионность			Межлабораторная прецизионность			Количество лабораторий[a)]
		s_r	r	(r)	s_R	R	(R)	
S_{100}, МПа	2,33	0,086	0,240	10,3	0,203	0,570	24,4	12
S_{200}, МПа	5,82	0,210	0,59	10,1	0,470	1,31	22,6	12
S_{300}, МПа	11,1	0,346	0,97	8,76	0,838	2,35	21,2	13
Удлинение при разрыве, %	415	12,02	33,7	8,10	40,60	113,6	27,4	15
Прочность при разрыве, МПа	17,0	0,835	2,34	13,8	1,17	3,28	19,3	15
Общее среднее значение		—	—	10,2	—	—	23,0	—

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

Использованы следующие обозначения:

s_r — внутрилабораторное стандартное отклонение, единицы измерения;

r — повторяемость, единицы измерения;

(r) — повторяемость, % от среднего значения;

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

R — воспроизводимость, единицы измерения;

(R) — воспроизводимость, % от среднего значения.

Таблица А.6 — Прецизионность (тип 2) определения вулканизационных характеристик (смешение в закрытом резиносмесителе)

Показатель	Среднее значение	Внутрилабораторная прецизионность			Межлабораторная прецизионность			Количество лабораторий[a)]
		s_r	r	(r)	s_R	R	(R)	
M_H, дН · м	18,55	0,196	0,550	2,97	1,051	2,94	15,9	10
M_L, дН · м	2,97	0,054	0,150	5,04	0,665	1,86	62,6	13
t_{s1}, мин	2,84	0,066	0,185	6,53	0,587	1,64	57,9	13
t'_c (50), мин	6,63	0,087	0,240	3,68	0,661	1,85	27,9	12
t'_c (90), мин	10,5	0,177	0,500	4,73	1,051	2,94	28,1	14
Общее среднее значение		—	—	4,6	—	—	38,5	—

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

Использованы следующие обозначения:

s_r — внутрилабораторное стандартное отклонение, единицы измерения;

r — повторяемость, единицы измерения;

(r) — повторяемость, % от среднего значения;

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

R — воспроизводимость, единицы измерения;

(R) — воспроизводимость, % от среднего значения.

А.3.3 Сравнение значений относительной воспроизводимости

Общее среднее значение или общая относительная воспроизводимость (R), значения которой приведены в таблицах А.3 — А.6, указывает на расхождение относительной воспроизводимости результатов, полученных при смешении на вальцах и в резиносмесителе закрытого типа.

Значения (R) в таблицах А.3 и А.4 результатов определения упругопрочностных свойств и вулканизационных характеристик для смесей, приготовленных на вальцах, составляют 23,2 % и 18,1 % соответственно, а значения в таблицах А.5 и А.6 результатов определения упругопрочностных свойств и вулканизационных характеристик для смесей, приготовленных в закрытом резиносмесителе, составляют 23,0 % и 38,5 % соответственно.

Общая относительная воспроизводимость результатов определений упругопрочностных свойств при приготовлении смеси на вальцах и в закрытом резиносмесителе практически одинакова и составляет 23,2 % и 23,0 % соответственно. Однако для результатов определения вулканизационных характеристик значения относительной воспроизводимости при приготовлении смеси на вальцах и в закрытом резиносмесителе отличаются и составляют 18,1 % и 38,5 % соответственно. Большой межлабораторный разброс обусловлен использованием в разных лабораториях разных закрытых резиносмесителей.

А.3.4 Смещение

Смещение — это разность между средним значением определяемой характеристики, полученным при испытании, и принятым опорным (действительным) значением определяемой характеристики. Опорные значения определяемой характеристики для настоящего метода испытания отсутствуют, поскольку значение определяемой характеристики может быть установлено только при применении данного метода. Следовательно смещение метода не может быть установлено.

А.3.5 Рабочие режимы резиносмесителя закрытого типа

В таблице А.7 приведены режимы смешения для каждого резиносмесителя закрытого типа, использованного в лабораториях — участницах программы ITP 2004 г.

Таблица А.7 — Краткое описание режимов смешения, использованных в ITP 2004 г.

Наименование	Значение																
Начальная температура в камере, °С	50	40	60	88	60	60	60	60	60	60	60	90	90	50	40	40	50
Угловая скорость вращения ротора, об/мин	60	120/80	60	60	60	60	60	60	60	60	60	75	75	77	70/40	90/40	50
Тип ротора	Эксцентриковый	Бенбери	Четырехлопастной	Бенбери	Бенбери	Бенбери	Бенбери	Бенбери	Шестилопастной	Бенбери	Бенбери	Двухлопастной	Двухлопастной	Бенбери	Бенбери	Бенбери	Четырехлопастной
Свободный объем, $см^3$	75	80	80	75	270	379	379	379	422	588	1200	1500	1500	1500	1580	1600	3322
Загрузка, %	76,7	70	81	75	60	60	60	60	60	60	70	80	80	77	55	70	72
Цикл, мин	5	6+3	9	12	9	9	9	9	9	9	6 + 3	6 + 3	6 + 3	6 + 3	6 + 3	6 + 3	6 + 3

Приложение ДА
(справочное)

Сведения о соответствии ссылочных международных стандартов межгосударственным стандартам

Таблица ДА.1

Обозначение ссылочного международного стандарта	Степень соответствия	Обозначение и наименование соответствующего межгосударственного стандарта
ISO 37	IDT	ГОСТ ISO 37—2013 «Резина или термопластик. Определение упругопрочностных свойств при растяжении»
ISO 247:2006	IDT	ГОСТ ISO 247—2013 «Каучук и резина. Определение золы»
ISO 248-1	IDT	ГОСТ ISO 248-1—2013 «Каучук. Определение содержания летучих веществ. Часть 1. Метод горячего вальцевания и метод с использованием термостата»
ISO 248-2	—	*
ISO 289-1	NEQ	ГОСТ 10722—76 «Каучуки и резиновые смеси. Метод определения вязкости и способности к преждевременной вулканизации»
ISO 1795	NEQ	ГОСТ ИСО 1795—96 «Каучук натуральный и синтетический. Отбор проб и дальнейшие подготовительные процедуры»
ISO 2393	IDT	ГОСТ ISO 2393—2016 «Смеси резиновые для испытаний. Приготовление, смешение и вулканизация. Оборудование и процедуры»
ISO 3417	—	*
ISO 6502	—	*
ISO 23529	IDT	ГОСТ ISO 23529—2013 «Резина. Общие методы приготовления и кондиционирования образцов для определения физических свойств»

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

Примечание — В настоящей таблице использованы следующие условные обозначения степени соответствия стандартов:
- IDT — идентичные стандарты;
- NEQ — неэквивалентные стандарты.

Библиография

[1] ISO/TR 9272:1986, Rubber and rubber products — Determination of precision for test method standards (Резина и резиновые изделия. Определение показателей прецизионности для стандартных методов испытаний)[1), 2)]

[2] ISO/TR 9272:2005, Rubber and rubber products — Determination of precision for test method standards (Резина и резиновые изделия. Определение показателей прецизионности для стандартных методов испытаний)[2)]

[3] ISO 11235:1999, Rubber compounding ingredients — Sulfenamide accelerators — Test methods

1) Отменен.

2) Официальный перевод этого международного стандарта находится в Федеральном информационном фонде стандартов.

УДК 678.742.4:006.354 МКС 83.060 IDT

Ключевые слова: бутадиеновый каучук (BR) растворной полимеризации, методы оценки

БЗ 12—2017/21

Редактор *Л.И. Нахимова*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *И.А. Королева*
Компьютерная верстка *И.А. Налейкиной*

Сдано в набор 04.04.2018. Подписано в печать 16.04.2018. Формат 60×84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 2,32. Уч.-изд. л. 2,10.
Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

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

gost.e-ecolog.ru