ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р 58910.1— 2020

КАУЧУК И РЕЗИНА. МАТЕРИАЛЫ ПРОМЫШЛЕННЫЕ КОНТРОЛЬНЫЕ

Часть 1

Общие требования

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2020

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Федеральным государственным унитарным предприятием «Ордена Ленина и ордена Трудового Красного Знамени научно-исследовательский институт синтетического каучука имени академика С.В. Лебедева» (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 30 июня 2020 г. № 335-ст

4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Правила применения настоящего стандарта установлены в статье 26 Федерального закона от 29 июня 2015 г. № 162-ФЗ «О стандартизации в Российской Федерации». Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодном (по состоянию на 1 января текущего года) информационном указателе «Национальные стандарты», а официальный текст изменений и поправок — в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ближайшем выпуске ежемесячного информационного указателя «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)

© Стандартинформ, оформление, 2020

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 Термины и определения 2
4 Назначение и применение промышленных контрольных материалов 2
5 Получение промышленных контрольных материалов 2
6 Испытания промышленных контрольных материалов 3
7 Документация на промышленные контрольные материалы 4
Приложение А (рекомендуемое) Требования к техническому заданию на разработку и производство промышленного контрольного материала 5
Приложение Б (рекомендуемое) Рекомендации по разработке документа по стандартизации на промышленный контрольный материал на примере промышленного контрольного технического углерода 6
Приложение В (обязательное) Оценка однородности промышленных контрольных материалов 7
Приложение Г (обязательное) Порядок проведения межлабораторных испытаний промышленных контрольных материалов 8
Приложение Д (рекомендуемое) Содержание программы проведения межлабораторных испытаний (на примере промышленного контрольного технического углерода) 9
Приложение Е (справочное) Форма свидетельства на промышленный контрольный технический углерод (ПКТУ) 13
Приложение Ж (рекомендуемое) Форма протокола результатов межлабораторных испытаний контрольных материалов 14
Библиография 15

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

КАУЧУК И РЕЗИНА. МАТЕРИАЛЫ ПРОМЫШЛЕННЫЕ КОНТРОЛЬНЫЕ

Часть 1

Общие требования

Raw and vulcanized rubber. Industry reference materials. Part 1. General requirements

Дата введения — 2021—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на промышленные контрольные материалы (далее — ПКМ), применяемые при контроле качества каучуков в процессе их производства и испытаний, в том числе арбитражных.

Стандарт устанавливает общие требования к разработке документации на ПКМ для организации их производства и использования, разработки, испытания, приемки и документирования.

Настоящий стандарт не касается вопросов безопасности, связанных с применением ПКМ.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 8.532—2002 Государственная система обеспечения единства измерений. Стандартные образцы состава веществ и материалов. Межлабораторная метрологическая аттестация. Содержание и порядок проведения работ

ГОСТ 15.016 Система разработки и постановки продукции на производство. Техническое задание. Требования к содержанию и оформлению

ГОСТ ISO Guide 35 Стандартные образцы. Общие и статистические принципы сертификации (аттестации)

ГОСТ Р 15.301 Система разработки и постановки продукции на производство. Продукция производственно-технического назначения. Порядок разработки и постановки продукции на производство

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

ГОСТ Р 54553 Резина и термоэластопласты. Определение упругопрочностных свойств при растяжении

ГОСТ Р 58910.2 Каучук и резина. Материалы промышленные контрольные. Часть 2. Технические условия

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 ежегодному информационному указателю «Национальные стандарты», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по выпускам ежемесячного информационного указателя «Национальные стандарты» за текущий год. Если заменен ссылочный стандарт, на который дана недатированная ссылка, то рекомендуется использовать действующую версию этого стандарта с учетом всех внесенных в данную версию изменений. Если заменен ссылочный стандарт, на который дана датированная ссылка, то рекомендуется использовать версию этого стандарта с указанным выше годом утверждения

Издание официальное

(принятия). Если после утверждения настоящего стандарта в ссылочный стандарт, на который дана датированная ссылка, внесено изменение, затрагивающее положение, на которое дана ссылка, то это положение рекомендуется применять без учета данного изменения. Если ссылочный стандарт отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, рекомендуется применять в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Термины и определения

В настоящем стандарте применены следующие термины с соответствующими определениями:

3.1 **промышленные контрольные материалы;** ПКМ: Промышленные ингредиенты резиновых смесей, технический углерод и нафтеновое масло, изготовленные в соответствии с требованиями настоящего стандарта, прошедшие установленные настоящим стандартом испытания и аттестацию.

3.2 **организация — разработчик ПКМ:** Предприятие, осуществляющее разработку и производство ПКМ по программе ТК 160.

3.3 **уполномоченный представитель:** Представитель ТК 160 или его подкомитетов, наделенный полномочиями, необходимыми для участия в разработке, производстве и аттестации ПКМ.

3.4 **оперативная группа:** Группа специалистов в области стандартизации, методов испытаний, метрологии и статистики, создаваемая в рамках ПК 5 для решения вопросов формирования требований к промышленным контрольным материалам, организации их производства, проведения межлабораторных испытаний.

3.5 **координатор работ:** Специалист из состава оперативной группы, осуществляющий общее руководство и координацию всех работ, указанных в 3.5.

3.6 **межлабораторные (аттестационные) испытания ПКМ:** Испытания проб ПКМ, проводимые по специально разработанной программе одновременно в ряде лабораторий, с целью установления принятого контрольного значения и характеристик погрешности межлабораторной аттестации.

3.7 **принятое контрольное значение:** Среднее значение результатов всех проведенных испытаний (в одной лаборатории) по каждому физико-химическому показателю.

3.8 **характеристика погрешности межлабораторной аттестации ПКМ:** Границы доверительного интервала погрешности межлабораторной аттестации ПКМ при доверительной вероятности $P = 95$.

3.9 **однородность ПКМ:** Способность материала сохранять заданный уровень физико-химических показателей по всему объему партии в пределах установленной погрешности.

3.10 **свидетельство на ПКМ:** Документ, подтверждающий соответствие материала требованиям, предъявляемым к промышленному контрольному материалу (форма свидетельства приведена в приложении А).

4 Назначение и применение промышленных контрольных материалов

4.1 Основным назначением ПКМ является их использование для проверки качества каучуков. При арбитражных испытаниях следует применять только ПКМ.

4.2 Применение ПКМ предусмотрено в стандартных рецептурах резиновых смесей на основе оцениваемых каучуков.

4.3 ПКМ можно использовать при оценке работы испытательной лаборатории. Подробнее возможные результаты такой оценки изложены в [1].

4.4 Использование ПКМ является обязательным при сравнительных испытаниях очередных серийных партий контрольных ингредиентов, технического углерода [2] и нафтенового масла.

5 Получение промышленных контрольных материалов

5.1 Общие положения

5.1.1 Промышленное производство ПКМ относится к серийному производству периодически повторяющимися партиями. Масса партии не регламентирована.

5.1.2 ПКМ должен быть получен таким образом, чтобы была гарантия однородности всего объема партии данного материала по составу и показателям качества.

5.1.3 ПКМ должен быть получен в ходе одного производственного цикла.

5.2 Требования к документам на производство промышленных контрольных материалов

5.2.1 ПКМ следует изготовлять промышленно в соответствии с техническим заданием (ТЗ) и документом по стандартизации на каждый материал (рекомендуемое содержание ТЗ приведено в приложении Б).

5.2.2 Допускается использовать в качестве ПКМ промышленные образцы серийных партий после оценки их однородности и аттестации.

5.3 Упаковка и маркировка промышленных контрольных материалов

5.3.1 Упаковка

5.3.1.1 ПКМ упаковывают малыми количествами с использованием влагонепроницаемой упаковки, обеспечивающей сохранность ПКМ.

- серу, ускорители вулканизации, оксид цинка — в банки из полимерных материалов с завинчивающимися крышками, вмещающие не более 100 г материала;
- нафтеновое масло — в банки вместимостью 0,5 $дм^3$ из полимерных материалов с завинчивающимися крышками;
- стеариновую кислоту — в четырехслойные бумажные мешки или другую тару, включая упаковку небольших количеств (при централизованных поставках ПКМ);
- технический углерод — в полимерные мешки с клапанами вместимостью 25 кг или другую транспортную тару по документации производителя упаковки.

5.3.1.2 Упаковка ПКМ должна обеспечивать сохранение физико-химических показателей при транспортировании и хранении.

5.3.2 Маркировка

Маркировка (содержание этикетки) на упаковке ПКМ включает:

- наименование предприятия-изготовителя и/или его товарный знак;
- наименование ПКМ;
- номер партии;
- массу нетто;
- дату изготовления;
- условия транспортирования и хранения;
- срок годности.

Надписи наносят четким шрифтом на бумажную этикетку, которую прикрепляют любым способом, обеспечивающим ее сохранность.

Допускается наносить надписи непосредственно на упаковку с помощью трафарета или штампа несмываемой водой краской.

По согласованию с заказчиком допускается применять другие виды маркировки, обеспечивающие идентификацию продукции.

6 Испытания промышленных контрольных материалов

6.1 На предприятиях — изготовителях ПКМ проводят приемочные испытания партии на соответствие требованиям, приведенным в техническом задании и документе по стандартизации на ПКМ.

6.2 Предприятие — изготовитель ПКМ должно определить среднее значение для каждого физико-химического показателя ПКМ и установить их тестовые границы, исходя из 95 %-ного доверительного интервала.

6.3 При положительных результатах приемочных испытаний проводят испытания партии ПКМ на однородность по физико-химическим показателям, приведенным в ГОСТ Р 58910.2.

6.4 Испытание на однородность проводит предприятие — изготовитель ПКМ (см. приложение В). Устанавливают объем партии, от которой отбирают пробы.

6.5 Испытание на соответствие принятым контрольным значениям для каждого физико-химического показателя проводят после подтверждения однородности партии. Подробная инструкция по реализации внутрилабораторной программы и анализу полученных данных для принятого контрольного значения приведена в приложении Г.

6.6 Проверенные на однородность партии ингредиентов и технического углерода могут быть приняты в качестве промышленных контрольных материалов только после проведения межлабораторных (аттестационных) испытаний стандартных резиновых смесей, приготовленных с их использованием.

Порядок проведения аттестации ПКМ приведен в приложении Д.

7 Документация на промышленные контрольные материалы

ПКМ должны сопровождаться:

- паспортом качества изготовителя;
- протоколом испытаний ПКМ на однородность партии;
- протоколами межлабораторных испытаний, содержащими вулканизационные и упругопрочностные показатели стандартных резиновых смесей, полученных с использованием ПКМ;
- документами «Свидетельство на промышленный контрольный технический углерод» и «Свидетельство на пакет промышленных контрольных материалов».

Форма документа «Свидетельство на промышленный контрольный технический углерод» приведена в приложении Е.

Приложение А
(рекомендуемое)

Требования к техническому заданию на разработку и производство промышленного контрольного материала

Техническое задание на разработку и производство промышленного контрольного материала должно содержать следующие разделы:

- наименование и область применения ПКМ;
- основание для проведения работы — решение Технического комитета по стандартизации ТК 160 «Продукция нефтехимического комплекса» (ПК 5 «Каучуки и латексы» и ПК 6 «Технический углерод и углеродные материалы на основе технического углерода»);
- технические требования к ПКМ:

1) нормируемые показатели, методы испытаний и точностные характеристики;
2) требования безопасности;
3) требования к маркировке и упаковке;
4) требования к транспортированию и хранению;
5) срок годности;

- стадии и этапы разработки ПКМ при необходимости (например, для выпускаемых впервые);
- программу межлабораторных испытаний и методику аттестации (в соответствии с приложением Г);
- перечень разрабатываемых документов, необходимых для выпуска и аттестации ПКМ, включающий технологический регламент на производства впервые выпускаемых ПКМ, документ по стандартизации на промышленные партии ПКМ, свидетельство об аттестации (подробнее — в ГОСТ 15.016 и ГОСТ Р 15.301).

Приложение Б
(рекомендуемое)

Рекомендации по разработке документа по стандартизации на промышленный контрольный материал на примере промышленного контрольного технического углерода

Б.1 Документ по стандартизации на промышленный контрольный технический углерод (далее — ПКТУ) должен включать: область распространения, технические требования, методы испытаний, требования по технике безопасности и охране окружающей среды, упаковке, маркировке, условиям хранения и гарантийным обязательствам.

Б.2 В технических требованиях должны быть указаны значения показателей, соответствующие приведенным в [2] для промышленного контрольного технического углерода типа IRB.

Б.3 Порядок приемки и испытания на однородность партии ПКТУ

Б.3.1 Приемочные испытания партии промышленного контрольного технического углерода на соответствие установленным требованиям проводит предприятие-изготовитель.

Б.3.1.1 Если масса партии менее 5000 кг, методом случайной выборки от 10 мешков отбирают 10 проб массой по (0,50 ± 0,05) кг каждая (см. [3]).

Б.3.2 Определение физико-химических показателей проб от каждого мешка проводят по методикам, утвержденным в установленном порядке. По результатам положительных результатов испытаний по физико-химическим показателям оформляют паспорт на партию ПКТУ.

Б.3.3 Проверка технического углерода на однородность

Б.3.3.1 Проверку однородности партии ПКТУ осуществляет предприятие-изготовитель при участии уполномоченного представителя от ПК 6 «Технический углерод и углеродные материалы на основе технического углерода» по физико-химическим показателям, указанным в технических требованиях.

Б.3.3.2 От 15 упаковочных единиц (мешков) партии массой менее 5000 кг, принятой предприятием-изготовителем, отбирают 15 проб массой (1,00 ± 0,10) кг каждая (см. [4]). Пробу делят на две равные части и определяют физико-химические показатели согласно техническим требованиям в 1-й и 2-й дни.

Б.3.3.3 По результатам испытаний ПКТУ лаборатория предприятия-изготовителя оформляет протокол испытаний и направляет его в метрологическую службу для статистической обработки.

Б.3.3.4 По результатам статистической обработки представитель ПК 6 оформляет протокол и направляет его координатору работ вместе с паспортом предприятия — изготовителя ПКТУ.

Б.4 Межлабораторные испытания

Межлабораторные испытания стандартных резиновых смесей, содержащих ПКТУ, проводят по упругопрочностным показателям и вулканизационным характеристикам.

Б.4.1 Межлабораторные испытания проводит оперативная группа с участием уполномоченного представителя ПК 5 с учетом рекомендаций, изложенных в приложениях Г и Д настоящего стандарта.

Б.4.2 Для проведения межлабораторных испытаний при объеме партии менее 5000 кг уполномоченный представитель ПК 6 организует отбор проб массой (5,0 ± 0,5) кг от 15 упаковочных единиц (мешков) массой 25 кг каждый.

Б.4.3 Отобранные пробы тщательно перемешивают, составляют усредненную пробу массой 75 кг, которую снова испытывают по физико-химическим показателям. Оформляют протокол испытаний, который подписывает председатель ПК 6.

Б.4.4 После испытаний усредненную пробу фасуют в три мешка (по 25 кг каждый). Один мешок хранят в ПК 6 для арбитражных испытаний, а два мешка направляют в оперативную группу координатору для межлабораторных испытаний.

Б.4.5 Мешки с усредненными пробами ПКТУ сопровождают паспортом предприятия-изготовителя, протоколом проверки однородности партии и протоколом проверки физико-химических показателей усредненной пробы.

Б.4.6 По программе, подготовленной оперативной группой, координатор работ с участием представителя ПК 5 организует проведение межлабораторных испытаний ПКТУ. После статистической обработки результатов испытаний оформляют свидетельство на контрольный технический углерод с приложением паспорта предприятия-изготовителя.

Приложение В
(обязательное)

Оценка однородности промышленных контрольных материалов

В.1 Характеристику однородности состава дисперсного ПКМ устанавливают по результатам определения физико-химических показателей нескольких проб, отобранных случайным образом от всего объема ПКМ, с последующей обработкой результатов испытаний.

В.2 Характеристики однородности каждого ПМК оценивают по всем показателям качества.

Пробы отбирают после выпуска ПКМ. Масса каждой пробы должна быть достаточной для проведения всех испытаний, предусмотренных техническими требованиями на конкретный ПКМ.

В.3 Для экспериментального исследования однородности используют средства измерений с известной или оцененной перед проведением исследования характеристикой случайной погрешности.

Среднеквадратическое отклонение $S_{ПКМ}$, характеризующее случайную погрешность измерений при оценивании однородности ПКМ, должно удовлетворять общему условию $S_{ПКМ} \leq \Delta_{доп}$ (где $\Delta_{доп}$ — допустимое значение погрешности аттестованного значения ПКМ).

В.4 Однородность устанавливают на основе 95 % доверительного интервала, т. е. на основе измеренных значений отбрасывают части партии, значения которых превышают два предела среднеквадратического отклонения. Если однородная партия принята на этой основе, то тестовые границы партии задают как ±3 предела среднеквадратического отклонения измеряемых отдельных результатов испытания в лаборатории-производителе ПКМ.

В.5 Чтобы оценить уровень однородности для какого-либо ПКМ, получают остаточное среднеквадратическое отклонение S_r из типичного двухфакторного дисперсионного анализа ANOVA. Двумя факторами или категориями в этом анализе являются пробы и повторные испытания. Такой вид анализа проводят с применением компьютерной статистической программы, имеющей двухфакторную опцию ANOVA. Табличный ввод и преобразование базовых данных испытания зависит от конкретной применяемой программы.

В.6 Если нет статистической компьютерной программы с двухфакторной версией ANOVA, то двухфакторная ANOVA может быть осуществлена с типовыми программами электронных таблиц.

Подробное описание см. в [1], приложение А.3.

В.7 Порядок проверки однородности ингредиентов для приготовления стандартных резиновых смесей

В.7.1 Для материалов — кандидатов в ПКМ, таких как ускорители, оксид цинка, сера, которые перемешаны в процессе получения или после него, испытания на однородность проводят по упрощенной программе. Для технического углерода из-за больших выпускаемых промышленных объемов однородность ПКТУ оценивают по программе, описанной в приложении Б настоящего стандарта.

В.7.2 Перед испытанием должен быть составлен план отбора проб. Отбирают двенадцать проб от партии. Чтобы установить нормативное значение измеряемого параметра, следует испытывать каждую пробу два раза по схеме: день 1-й, день 2-й с перерывом, не превышающим 7 сут. Значение измеряемого показателя всех испытаний и тестовые границы партии определяют из среднеквадратического отклонения результатов повторных испытаний.

В.7.3 Однородность нафтенового масла проверяет изготовитель и предоставляет в оперативную группу протокол о проведении дополнительного перемешивания после выпуска жидкого ПКМ по форме, рекомендуемой в [1].

Приложение Г
(обязательное)

Порядок проведения межлабораторных испытаний промышленных контрольных материалов

Г.1 Общие положения

Г.1.1 Межлабораторные испытания (МИ) проводят с целью установления аттестованных значений показателей качества ПКМ и характеристик погрешности межлабораторной аттестации.

Г.1.2 ПКМ испытывают в стандартных рецептурах резиновых смесей для определения вулканизационных характеристик (на безроторных реометрах) и в резинах, изготовленных из этих смесей, — для определения упругопрочностных показателей.

Г.2 Организация и проведение межлабораторных испытаний ПКМ

Г.2.1 Для проведения МИ в рамках подкомитета ПК 5 создают оперативную группу под руководством координатора работ, являющегося специалистом в области стандартизации и методов испытаний ПКМ.

Г.2.2 В оперативную группу следует включать специалистов по статистике и метрологии для статистической обработки результатов МИ и установления метрологических характеристик.

Г.2.3 Оперативная группа:

- разрабатывает программу проведения МИ (приведена в приложении Д настоящего стандарта);
- определяет состав участников МИ (не менее 10 лабораторий);
- получает от лабораторий письменные подтверждения о готовности участвовать в проведении МИ с назначением ответственного лица за проведение испытаний и составление протоколов испытаний, о своевременности поверок средств измерения, аттестации и калибровки испытательного оборудования, о необходимой квалификации персонала.

Г.2.4 Перед рассылкой проб для МИ оперативная группа должна:

- проверить наличие паспортов и протоколов испытаний на однородность ПКМ на предприятиях — изготовителях контрольных ингредиентов, технического углерода и нафтенового масла;
- провести предварительные испытания резиновых смесей и резин на основе бутадиен-стирольных каучуков эмульсионной полимеризации, не содержащих масло, полученных с использованием рассылаемого пакета контрольных материалов по вулканизационным характеристикам и упругопрочностным показателям;
- провести развеску, упаковку, маркировку (кодирование) и рассылку проб.

Г.3 Статистическая обработка результатов МИ

Г.3.1 Перед статистической обработкой результатов МИ необходимо провести анализ представленных участниками МИ протоколов с точки зрения правильности выполнения требований программы аттестации ПКМ и формы представления результатов. В случае серьезных нарушений эти протоколы исключают из статистической обработки (рекомендации ГОСТ 8.532—2002, пункт 4.9).

Г.3.2 После получения результатов МИ от всех участников специалистами в области статистики и метрологии оперативная группа проводит статистическую обработку данных упругопрочностных и вулканизационных показателей.

Г.3.3 По результатам статистической обработки устанавливают действительные значения аттестуемой характеристики ПКМ.

Г.3.4 Характеристику погрешности аттестованного значения ПКМ выражают в виде границ (нижней и верхней) доверительного интервала с 95 %-ной вероятностью. При одинаковых абсолютных значениях нижней и верхней границ погрешности в качестве характеристики погрешности аттестованного значения ПКМ указывают границу доверительного интервала.

При различных числовых значениях нижней и верхней границ погрешности в качестве характеристики погрешности аттестованного значения ПКМ указывают значения нижней и верхней границ.

Характеристики погрешности указывают в единицах аттестованного значения ПКМ (абсолютные) или в процентах по отношению к аттестованному значению ПКМ (относительные).

Примечание — Для статистической обработки результатов МИ целесообразно использовать рекомендации, изложенные в [2] и ГОСТ ISO Guide 35.

Г.3.5 Результаты статистической обработки должны быть оформлены в виде свидетельства о соответствии испытанных ингредиентов и технического углерода требованиям, предъявляемым к контрольным материалам.

К свидетельству необходимо приложить установленные контрольные значения измеренных показателей, их тестовые границы, а также метрологические показатели лабораторной и межлабораторной воспроизводимости результатов испытаний.

Приложение Д
(рекомендуемое)

Содержание программы проведения межлабораторных испытаний (на примере промышленного контрольного технического углерода)

Д.1 Цели и задачи межлабораторных испытаний (МИ)

Основной задачей МИ является организация и проведение испытаний стандартных резиновых смесей и резин на основе бутадиен-стирольного каучука, наполненных контрольным техническим углеродом, с целью установления средних нормативных значений упругопрочностных показателей и вулканизационных характеристик.

Д.2 Порядок проведения межлабораторных испытаний

Д.2.1 Испытания проводят в течение 1 мес с момента получения проб бутадиен-стирольного каучука, промышленного контрольного технического углерода ПКТУ и IRB [2], ингредиентов резиновых смесей — в соответствии с рецептурой, приведенной в [5].

Д.2.2 Пробы материалов, полученные лабораториями для проведения межлабораторных испытаний, следует хранить при температуре не выше 30 °С в помещении, защищенном от воздействия атмосферных осадков и прямого солнечного света, при относительной влажности воздуха не выше 60 %.

Д.2.3 Для приготовления резиновых смесей проводят развеску каучука, ингредиентов, технического углерода ПКТУ в соответствии с рецептурой, приведенной в [5].

Д.2.4 В соответствии с методикой, приведенной в [5], проводят смешение на вальцах в 1-й день и через неделю.

Д.2.5 Одновременно только в 1-й день приготавливают на вальцах резиновую смесь с техническим углеродом IRB [2].

Д.2.6 После кондиционирования резиновой смеси не менее 2 ч при температуре (23 $\pm$ 3) °С отбирают образец массой от 5 до 8 г и определяют вулканизационные характеристики на безроторном реометре по ГОСТ Р 54547. Результаты испытаний оформляют в виде таблицы (таблица Д.1).

Д.2.7 Из тех же резиновых смесей, приготовленных по Д.2.5 и Д.2.6 вулканизуют по четыре пластины: две пластины в течение 35 мин и две пластины в течение 50 мин.

Д.2.8 После кондиционирования пластин при комнатной температуре в течение не менее 4 ч определяют упругопрочностные показатели при растяжении по ГОСТ Р 54553. Результаты испытаний без отбраковки отражают в таблице (таблицы Д.2 и Д.3).

Д.2.9 Результаты определения упругопрочностных показателей и вулканизационных характеристик, внесенные в протоколы испытания, направляют координатору работ. Копии всех протоколов и рабочие журналы должны храниться у ответственного исполнителя до завершения аттестации.

Д.2.10 После проведения статистической обработки результатов испытаний всех участников оформляют свидетельство (приложение Е) на контрольный технический углерод с приложением паспорта организации-изготовителя по упругопрочностным показателям.

Д.2.11 Свидетельство на контрольный технический углерод направляют на регистрацию в ТК 160. Протоколы испытаний регистрируют в секретариате ПК 5.

Таблица Д.1 — Определение вулканизационных характеристик резиновых смесей по ГОСТ Р 54547

№ пробы ___ с техническим углеродом (ПКТУ) _____

Наименование организации.	Наименование лаборатории:		
Показатель	1-й день Проба с ПКТУ	2-й день Проба с ПКТУ	Проба с техническим углеродом IRB
M_L, дН·м			
M_H, дН·м			
t_s1, мин			
t'_{50}, мин			
t'_{90}, мин			
Примечание — Температура испытаний — 160 °С, амплитуда колебаний — 0,5°, частота колебаний — 1,67 Гц.			

Исполнитель _____ _____ _____

должность ФИО личная подпись

Руководитель лаборатории _____ _____

ФИО личная подпись

Таблица Д.2 — Результаты определения упругопрочностных показателей по ГОСТ Р 54553 пробы резины №_____с ПКТУ

Организация:		Лаборатория:															
№ пластинки	№ образца	1-й день, дата:								2-й день, дата							
		Время вулканизации: 35 мин				Время вулканизации: 50 мин				Время вулканизации: 35 мин				Время вулканизации. 50 мин			
		T_{300}, %, МПа	T_S, МПа	E, %	характер разрыва	T_{300}, %, МПа	T_S, МПа	E, %	характер разрыва	T_{300} %, МПа	T_S, МПа	E, %	характер разрыва	T_{300} %, МПа	T_S, МПа	E, %	характер разрыва
1	1																
	2																
	3																
	4																
	5																
2	1																
	2																
	3																
	4																
	5																

Примечания

1 T_{300} — растягивающее напряжение при 300 % удлинения; T_S — предел прочности при растяжении; E — относительное удлинение при разрыве.

2 Характер разрыва: РУ — на рабочем участке, НМ — на метке, ВШ — в шейке двусторонней лопатки.

Исполнитель _____ _____ _____

должность ФИО личная подпись

Руководитель лаборатории _____ _____

ФИО личная подпись

Таблица Д.3 — Результаты определения упругопрочностных показателей по ГОСТ Р 54553 пробы резины №_____ с техническим углеродом IRB [2]

Номер пластинки	Номер образца	1-й день, дата:							
		Время вулканизации: 35 мин				Время вулканизации: 50 мин			
		T_{300} %, МПа	T_S, МПа	E, %	характер разрыва	T_{300} %, МПа	T_S, МПа	E, %	характер разрыва
1	1								
	2								
	3								
	4								
	5								
2	1								
	2								
	3								
	4								
	5								

Примечания

1 T_{300} — растягивающее напряжение при 300 % удлинения; T_S — предел прочности при растяжении; E — относительное удлинение при разрыве.

2 Характер разрыва: РУ — на рабочем участке, НМ — на метке, ВШ — в шейке двусторонней лопатки.

Исполнитель _____ _____ _____

должность ФИО личная подпись

Руководитель лаборатории _____ _____

ФИО личная подпись

Приложение Е
(справочное)

Форма свидетельства на промышленный контрольный технический углерод (ПКТУ)

Настоящее свидетельство удостоверяет, что партия промышленного контрольного технического углерода изготовлена:

1 Наименование предприятия-изготовителя _____

2 Номер партии _____

3 Дата выпуска _____

4 Масса нетто _____, количество упаковочных единиц (мешков массой 25 кг) _____

5 Паспорт предприятия — изготовителя ПКТУ по физико-химическим показателям _____

Дата проведения межлабораторных испытаний ПКТУ _____ в качестве ингредиента — наполнителя стандартных резиновых смесей и резин (для определения вулканизационных и упругопрочностных показателей).

Аттестованные значения промышленного контрольного технического углерода и характеристики погрешности межлабораторной аттестации приведены в приложении Б ГОСТ Р 58910.1—2020.

Заключение: партия технического углерода № _____ аттестована и может быть использована в качестве промышленного контрольного технического углерода.

Срок действия свидетельства — 5 лет.

Председатель ПК 5 _____ ФИО

Ответственный исполнитель _____ ФИО

Дата _____

Приложение Ж
(рекомендуемое)

Форма протокола результатов межлабораторных испытаний контрольных материалов

Наименование испытательной лаборатории (организации) _____

_____

Организация — разработчик ПКМ _____

Координатор работ _____

Количество кодированных проб _____

Дата получения проб _____

Условия проведения испытания _____

Дата проведения испытаний _____

Виды испытаний _____
определение упругопрочностных показателей или вулканизационных характеристик

_____

Средства измерений _____
наименование, регистрационный номер, информация о поверке

Испытательное оборудование _____
наименование, регистрационный номер, информация об аттестации

Значения: Таблица Д.1 _____

Таблица Д.2 _____

_____

Ответственный исполнитель _____ _____
личная подпись ФИО

Руководитель лаборатории _____ _____
личная подпись ФИО

Библиография

[1] АСТМ Д4678-15 Стандартная практика для резины. Приготовление, испытание, приемка, документирование и применение контрольных материалов
(ASTM D4678-15) (Standard practice for rubber — Preparation, testing, acceptance, documentation and use of reference materials)

[2] АСТМ Д4122-17 Стандартная практика для технического углерода. Оценка промышленного контрольного технического углерода
(ASTM D4122-17) (Standard practice for carbon black — Evaluation of industry reference)

[3] АСТМ Д5900-17 Стандартная спецификация для физических и химических свойств промышленных контрольных материалов (IRM)
(ASTM D5900-17) [Standard specification for physical and chemical properties of industry reference materials (IRM)]

[4] АСТМ Д1799-14 Стандартная практика для углерода технического. Отбор проб из упаковок
(ASTM D1799-14) (Standard practice for carbon black — Sampling packaged shipments)

[5] АСТМ Д3191-14 Стандартные методы испытаний технического углерода с использованием БСК (бутадиен-стирольного каучука). Рецептура и процедуры оценки
ASTM D3191-14 [Standard test methods for carbon black in SBR (styrene-butadiene rubber) — Recipe and evaluation procedures]

УДК 678:006.354 ОКС 83.040.10

Ключевые слова: каучук и резина, промышленные контрольные материалы, общие требования

БЗ 8—2020

Редактор *Л.В. Коретникова*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *М.И. Першина*
Компьютерная верстка *М.В. Лебедевой*

Сдано в набор 07.07.2020. Подписано в печать 14.07.2020 Формат 60×84¼. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 2,32. Уч.-изд. л. 2,10.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

ИД «Юриспруденция», 115419, Москва, ул. Орджоникидзе, 11
gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

Создано в единичном исполнении во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ»
для комплектования Федерального информационного фонда стандартов,

117418 Москва, Нахимовский пр-т, д. 31, к. 2.
gost.e-ecolog.ru ostinfo.ru

gost.e-ecolog.ru