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

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ 34751— 2021

СМЕСИ РЕЗИНОВЫЕ

Определение вулканизационных характеристик с использованием безроторных реометров

Издание официальное

Москва
Российский институт стандартизации
2021

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

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

Сведения о стандарте

1 ПОДГОТОВЛЕН Федеральным государственным бюджетным учреждением «Российский институт стандартизации» (ФГБУ «РСТ»), Межгосударственным техническим комитетом по стандартизации МТК 542 «Продукция нефтехимического комплекса» на основе собственного перевода на русский язык англоязычной версии 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 14 июля 2021 г. № 59)

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
Армения	AM	ЗАО «Национальный орган по стандартизации и метрологии» Республики Армения
Беларусь	BY	Госстандарт Республики Беларусь
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Россия	RU	Росстандарт
Узбекистан	UZ	Узстандарт

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 27 октября 2021 г. № 1353-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 34751—2021 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 июля 2022 г.

5 Настоящий стандарт идентичен стандарту ASTM D5289—19a «Стандартный метод определения свойств каучука. Вулканизация с использованием безроторных реометров» («Standard test method for rubber property — Vulcanization using rotorless cure meters», IDT).

Стандарт разработан подкомитетом D11.12 «Испытания на технологичность» Технического комитета ASTM D11 «Резина и резиноподобные материалы».

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

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

6 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Информация о введении в действие (прекращении действия) настоящего стандарта и изменений к нему на территории указанных выше государств публикуется в указателях национальных стандартов, издаваемых в этих государствах, а также в сети Интернет на сайтах соответствующих национальных органов по стандартизации.

В случае пересмотра, изменения или отмены настоящего стандарта соответствующая информация будет опубликована на официальном интернет-сайте Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации в каталоге «Межгосударственные стандарты»

© Оформление. ФГБУ «РСТ», 2021



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 Термины и определения 2
4 Сущность метода 3
5 Назначение и применение 4
6 Аппаратура 4
7 Отбор проб 9
8 Образец для испытания 9
9 Проведение испытания 9
10 Протокол испытания 10
11 Прецизионность и смещение 11
Приложение ДА (обязательное) Сведения о соответствии ссылочных стандартов межгосударственным стандартам 15

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

СМЕСИ РЕЗИНОВЫЕ

Определение вулканизационных характеристик с использованием безроторных реометров

Rubber compounds. Determination of vulcanization characteristics using rotorless cure meters

Дата введения — 2022—07—01

1 Область применения

1.1 Настоящий стандарт устанавливает метод определения вулканизационных характеристик резиновых смесей с использованием безроторных реометров сдвигового типа с герметизированной и негерметизированной испытательными камерами. Указанные приборы двух типов могут давать несопоставимые результаты измерения.

Примечание 1 — Альтернативный метод определения вулканизационных характеристик — по ASTM D2084.

1.2 Значения в единицах системы СИ рассматривают как стандартные. Значения в скобках приведены для информации.

1.3 В настоящем стандарте не предусмотрено рассмотрение всех вопросов обеспечения безопасности, связанных 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.

1.4 Настоящий стандарт разработан в соответствии с международно признанными принципами стандартизации, установленными в Решении о принципах разработки международных стандартов, руководств и рекомендаций Комитета Всемирной торговой организации по техническим барьерам в торговле (ВТО).

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты [для датированных ссылок применяют только указанное издание ссылочного стандарта, для недатированных — последнее издание (включая все изменения)]:

2.1 Стандарты ASTM[1)]:

ASTM D1349, Practice for rubber — Standard temperatures for testing (Практика для резины. Стандартные температуры испытаний)

ASTM D1566, Terminology relating to rubber (Терминология, касающаяся резины)

ASTM D2084, Test method for rubber property — Vulcanization using oscillating disk cure meter (Метод определения свойства резины. Вулканизация с использованием реометра с колеблющимся диском)

ASTM D4483, Practice for evaluating precision for test method standards in the rubber and carbon black manufacturing industries (Практика оценки прецизионности стандартов на методы испытаний в отраслях производства каучуков, резин и технического углерода)

[1)] Уточнить ссылки на стандарты ASTM можно на сайте ASTM gost.e-ecolog.ru з службе поддержки клиентов ASTM gost.e-ecolog.ru Информация о томе ежегодного сборника стандартов ASTM (Annual Book of ASTM Standards) приведена на странице сводной информации о стандарте на сайте ASTM.

Издание официальное

3 Термины и определения

3.1 В настоящем стандарте применены следующие термины с соответствующими определениями.

3.1.1 **безроторный реометр** (rotorless cure meter): Наименование класса реометра, в котором деформация испытуемого образца, приводящая к появлению крутящего момента или напряжения сдвига, осуществляется за счет движения одного из двух элементов (полуформ), формирующих образец. В безроторных реометрах отсутствует третий элемент конструкции в виде ротора (см. определения реометра в ASTM D1566 и ASTM D2084).

3.1.2 **крутящий момент *S'*** (*S'* torque): Для безроторных реометров сдвигового типа значение, измеряемое с использованием датчика крутящего момента на пике (максимуме) амплитуды деформации колебательного цикла; является характеристикой упругости испытуемого материала.

3.1.3 Используя кривую зависимости крутящего момента от времени, определяют следующие показатели (см. рисунок 1).

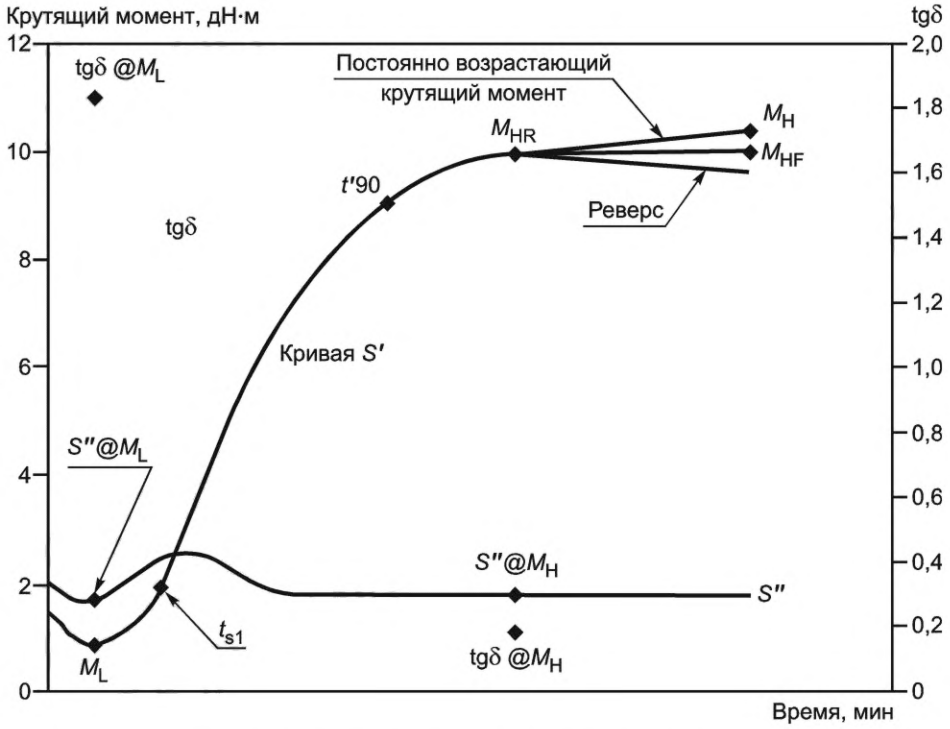


Рисунок 1 — Типичная вулканизационная кривая

3.1.3.1 **минимальный крутящий момент *S'*** (minimum *S'* torque): Значение упругого сопротивления деформации невулканизованного образца при заданной температуре вулканизации, соответствующее нижней точке вулканизационной кривой.

3.1.3.2 **максимум плато или максимальный крутящий момент *S'*** (maximum, plateau, or highest *S'* torque): Значение упругого сопротивления деформации вулканизованного образца при температуре вулканизации, достигаемое за определенный промежуток времени.

3.1.3.3 **время достижения процента от полной вулканизации** (time to a percentage of full cure): Время, за которое крутящий момент увеличивается на определенное значение *S'*, выраженное в процентах от разности между максимальным и минимальным значениями.

3.1.3.4 **время подвулканизации** [time to incipient cure (scorch time)]: Время, за которое происходит небольшое увеличение крутящего момента *S'* на заданное значение; это указывает на начало вулканизации.

3.1.4 **крутящий момент *S"*** (*S"* torque): Для безроторных реометров сдвигового типа значение, измеренное с помощью датчика крутящего момента в нулевой точке амплитуды деформации колебательного цикла, представляет собой вязкостную реакцию испытуемого материала на деформацию (см. рисунок 2).

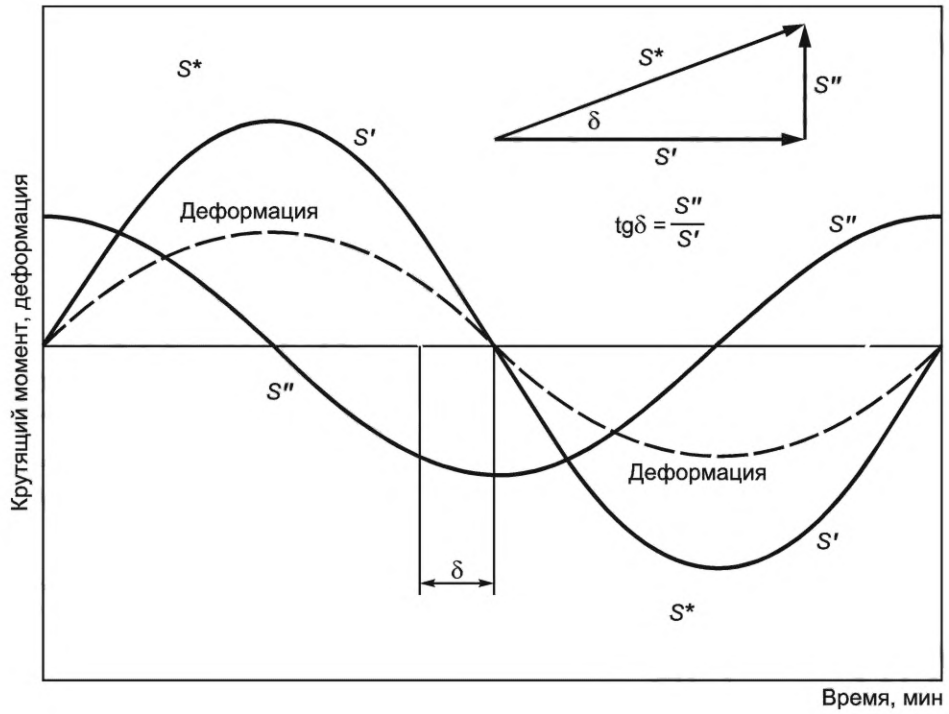


Рисунок 2 — Пример изменения крутящего момента в течение колебательного цикла

3.1.5 **крутящий момент *S**** (*S** torque): Для безроторных реометров сдвигового типа — максимальное значение, измеренное с помощью датчика крутящего момента в течение колебательного цикла (см. рисунок 2).

3.1.6 **Зависимость между *S**, *S′* и *S″*** для любого колебательного цикла вычисляют по формуле

$$S^* = \sqrt{(S')^2 + (S'')^2}. \quad (1)$$

3.1.7 **угол сдвига фаз δ** (phase angle δ): Для безроторных реометров сдвигового типа — угол сдвига между синусоидальной деформацией и синусоидальным крутящим моментом *S** в течение колебательного цикла (см. рисунок 2).

3.1.8 **тангенс δ** (tg δ): Для безроторных реометров сдвигового типа — тангенс угла сдвига фаз δ.

3.1.8.1 Пояснение: зависимость между tg δ, *S′*, *S″* выражают формулой

$$\text{tg}\,\delta = \frac{S''}{S'}. \quad (2)$$

3.1.9 Используя кривые зависимости *S″* и tg δ от времени, можно определять следующие показатели (см. рисунок 1).

3.1.9.1 $S''@M_L$ — значение крутящего момента *S″* при минимальном крутящем моменте *S′*.

3.1.9.2 tg δ $@M_L$ — значение tg δ при минимальном крутящем моменте *S′*.

3.1.9.3 $S''@M_H$ — значение крутящего момента *S″* при максимальном крутящем моменте *S′*.

3.1.9.4 tg δ $@M_H$ — значение tg δ при достижении максимального крутящего момента *S′*.

4 Сущность метода

4.1 Образец испытуемой резиновой смеси помещают в камеру прибора, которая может быть закрыта или почти закрыта, и выдерживают при повышенной температуре. Камеру образуют две полуформы, одна из них колеблется с небольшой амплитудой кручения. Это вызывает в образце синусои-

дальную переменную деформацию кручения и синусоидальный сдвиговый крутящий момент, который зависит от жесткости (модуля сдвига) резиновой смеси.

4.2 Жесткость образца возрастает по мере вулканизации резиновой смеси. Испытание считают завершенным, когда зарегистрированный крутящий момент возрастает до максимального или постоянного значения или закончится предварительно заданная продолжительность испытания (см. рисунок 1). Кривая, представляющая крутящий момент, измеренный при максимальной деформации в одном направлении колебательного цикла, автоматически записывается как функция времени.

5 Назначение и применение

5.1 Метод испытания применяют для определения вулканизационных характеристик вулканизуемых резиновых смесей.

5.2 Метод испытания используют для контроля качества при производстве каучуков и резин, в научно-исследовательских и прикладных работах по оптимизации рецептур резин, а также для оценки различных материалов и ингредиентов, используемых при изготовлении резиновых смесей.

5.3 Благодаря отсутствию ротора, требующего нагревания, в реометрах с колеблющимся диском образец достигает необходимой температуры испытания за более короткое время, а также обеспечено равномерное распределение температуры в образце.

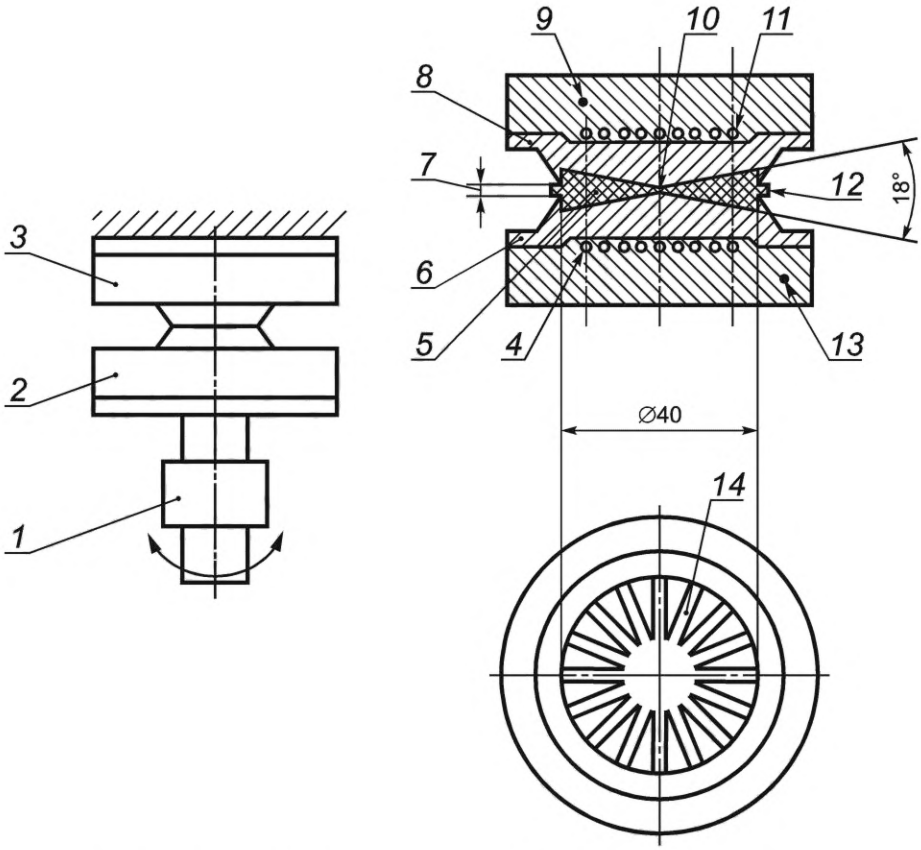
5.4 Безроторные реометры разных изготовителей имеют конструктивные различия, что может приводить к получению разных характеристик крутящего момента и времени вулканизации, поэтому необходимо проводить оценку корреляции результатов испытаний, полученных на реометрах разных конструкций для каждой испытуемой смеси и для каждого режима испытаний.

6 Аппаратура

6.1 Используют безроторные реометры двух типов для каждого из них применяют колебания с небольшой амплитудой одной полуформе.

6.1.1 Безроторный реометр сдвигового типа с негерметизированной камерой

Реометр такого типа измеряет крутящий момент, создаваемый в образце за счет циклической деформации кручения постоянной амплитуды, в не полностью закрытой испытательной камере [см. рисунок 3а)].



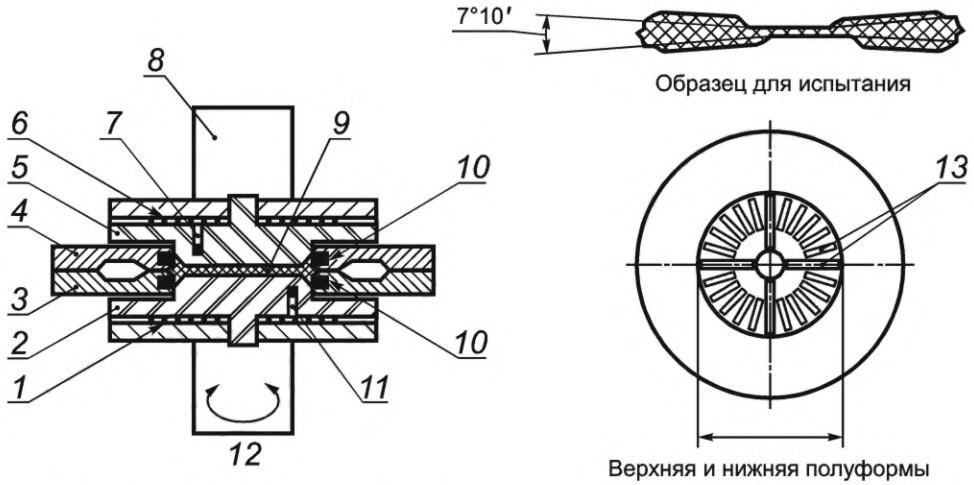
a) Принцип измерения b) Испытательная камера

1 — система измерения крутящего момента; *2* — колеблющаяся полуформа; *3* — неподвижная полуформа; *4* — нагреватель; *5* — образец для испытания; *6* — нижняя полуформа; *7* — зазор между полуформами; *8* — верхняя полуформа; *9* — температурный датчик; *10* — зазор, равный 0,5 мм плюс зазор между полуформами; *11* — нагреватель; *12* — излишки образца; *13* — температурный датчик; *14* — канавки

Рисунок 3 — Безроторный реометр сдвигового типа с негерметизированной камерой

6.1.2 Безроторный реометр сдвигового типа с герметизированной камерой

Реометр данного типа измеряет крутящий момент, создаваемый в образце за счет циклической деформации кручения постоянной амплитуды, в полностью закрытой и герметичной камере [см. рисунок 4а)].



a) Принцип устройства для измерения

b) Полуформы

1 — нагреватель; *2* — нижняя полуформа; *3* — нижняя плита с уплотнительным кольцом; *4* — верхняя плита с уплотнительным кольцом; *5* — верхняя полуформа; *6* — нагреватель; *7* — датчик температуры; *8* — система измерения крутящего момента; *9* — образец для испытания; *10* — уплотнительное кольцо; *11* — датчик температуры; *12* — система создания колебаний; *13* — канавки

Рисунок 4 — Безроторный реометр сдвигового типа с герметизированной камерой

6.2 Испытательная камера

Испытательная камера состоит из двух полуформ, установленных на определенном расстоянии друг от друга таким образом, чтобы в рабочем положении камера была почти закрыта [см. рисунок 3b)] или полностью закрыта и герметизирована [см. рисунок 4a)].

6.2.1 Типовые реометры указанного типа состоят из биконических полуформ (дисков) диаметром (40 ± 2) мм (1,57" ± 0,08"), которые в зависимости от конструкции прибора образуют конусность испытательной камеры в диапазоне 7° — 18°. В центре полуформ расстояние между ними должно быть равным 0,5 мм (0,02") плюс зазор между полуформами [см. рисунок 3b) или рисунок 4 b)]. При износе и замене полуформ необходимо следовать инструкциям изготовителя.

6.2.2 Зазор между кромками полуформ

Зазор между кромками полуформ в сомкнутом положении должен быть от 0,05 до 0,20 мм (от 0,002" до 0,008"). Для негерметизированной камеры предпочтительный зазор 0,1 мм (0,004"), в герметизированной камере между кромками полуформ не должно быть зазора.

6.2.3 Устройство для смыкания полуформ

Для смыкания полуформ используют пневматический цилиндр или другое устройство, обеспечивающее усилие закрытия и удержания полуформ в сомкнутом состоянии во время испытания не менее 8,0 кН (1820 фунт-сил).

6.3 Система колебания полуформ

Система колебания передает крутильные колебательные движения одной из полуформ в плоскости камеры.

6.3.1 Амплитуда колебаний должна быть от ±0,1° до ±3,0°, для реометров сдвигового типа предпочтительней ±0,5° дуги.

6.3.2 Частота колебаний должна быть от 0,5 до 2 Гц, предпочтительней (1,7 ± 0,1) Гц.

6.4 Система измерения крутящего момента

С помощью указанного устройства измеряют крутящий момент.

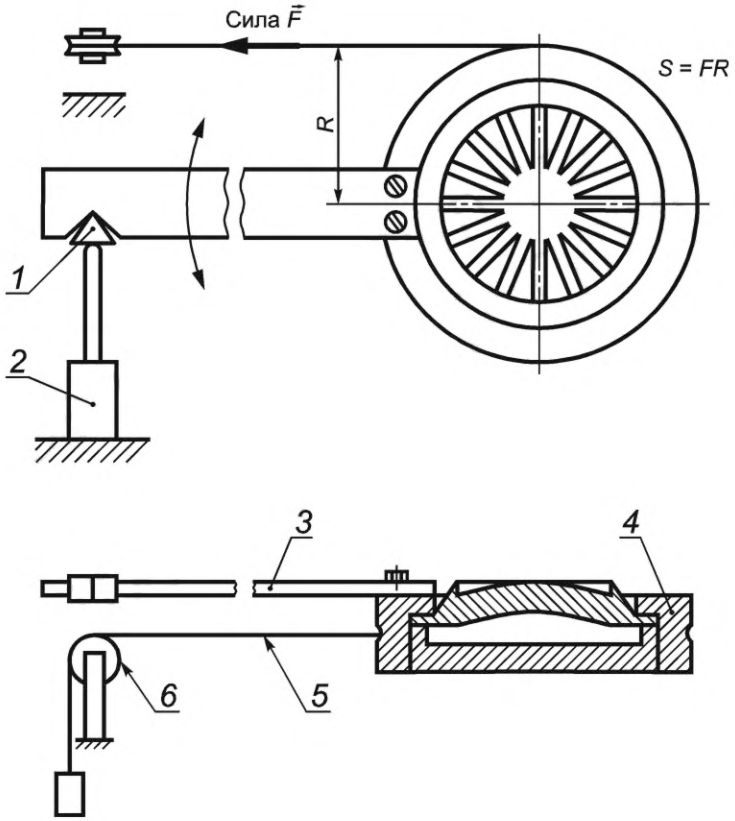
6.4.1 Устройство для измерения крутящего момента должно быть жестко связано с одной из полуформ, обладать незначительной деформацией и генерировать сигнал, пропорциональный крутящему моменту. Общая погрешность, включающая погрешность установки нуля, погрешности чувствительности, линейности и воспроизводимости, должна быть не более 1 % выбранного диапазона измерения.

Примечание 2 — Упругая деформация колебательной и измерительной систем не должна превышать 1 % амплитуды колебаний, в противном случае кривые вулканизации следует корректировать.

6.4.2 Для регистрации сигнала с датчика измерения крутящего момента используют записывающее устройство, регистрирующее крутящий момент S', измеренный в точке максимальной амплитуды деформации, как функцию времени.

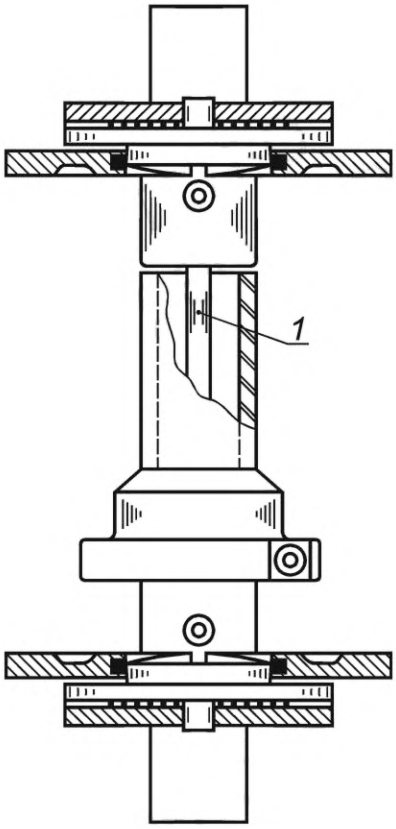
6.4.3 Устройство для записи крутящего момента предназначено для непрерывной регистрации крутящего момента в точке максимальной амплитуды деформации как функции времени (см. рисунок 1) и должно иметь время запаздывания при отклонении на всю шкалу измерения крутящего момента, не превышающее 1 с. Крутящий момент следует регистрировать с точностью ±0,5 % диапазона измерения. Устройства для регистрации крутящего момента могут включать самописцы для записи диаграмм, принтеры, плоттеры или компьютеры.

6.5 Для измерения деформации кручения и калибровки датчика крутящего момента используют специальные калибровочные устройства. Примеры таких калибровочных устройств приведены на рисунках 5 и 6. Проверяют амплитуду колебания устройства, когда в устройстве отсутствует образец для испытания. При измерении амплитуды используют датчик перемещения, а крутящий момент проверяют по отношению к стандартным массам, используя устройство, приведенное на рисунке 5. В качестве альтернативного метода применяют эталон крутящего момента.



1 — призматическая опора; *2* — датчик перемещения; *3* — плечо рычага; *4* — кольцо; *5* — проволочный трос; *6* — шкив

Рисунок 5 — Датчик перемещения и устройство для калибровки в виде проволоки и груза для безроторного реометра сдвигового типа



1 — торсион

Рисунок 6 — Типовое калибровочное устройство для безроторного реометра сдвигового типа (торсион)

6.5.1 Для калибровки реометров сдвигового типа применяют датчик перемещения с устройством для калибровки в виде троса и груза или эталон крутящего момента.

6.5.1.1 Для проверки углового смещения соединяют датчик перемещения с помощью призматической опоры с рычагом, прикрепленным к одной из полуформ (см. рисунок 5). Систему измерения крутящего момента проверяют, используя груз, создающий усилие, соответствующее максимальному значению шкалы измерения. Присоединяют груз к полуформе с помощью троса и шкива. При этом крутящий момент рассчитывают как произведение приложенной силы и радиуса плиты с полуформой, к которой крепят трос при калибровке.

6.5.1.2 При калибровке с использованием эталона крутящего момента (торсиона), представляющего собой стальной стержень с известным значением крутящего момента, его зажимают между колеблющейся и неподвижной полуформами и измеряют крутящий момент при выбранной амплитуде колебаний (см. рисунок 6). Для каждого торсиона изготовитель устанавливает эталонные значения крутящего момента при соответствующих значениях углового смещения (амплитуды колебания).

6.6 Система контроля температуры

Система контроля температуры должна поддерживать следующие параметры, необходимые для получения воспроизводимой кривой вулканизации: время нагревания образца, температуру вулканизации, распределение температуры в образце и заданную температуру. Система контроля температуры должна поддерживать заданную температуру в диапазоне 110 °С — 200 °С с точностью не менее ±0,3 °С.

6.6.1 Время нагревания полуформ после смыкания не должно превышать 1,5 мин.

6.6.2 После нагревания в течение всего времени испытания температура полуформ должна меняться не более чем на ±0,3 °С.

6.6.3 Распределение температуры внутри образца для испытания должно быть по возможности равномерным. В зоне деформации среднее отклонение температуры испытания не должно превышать ±1 °С.

6.6.4 Заданную температуру определяют датчиком температуры, используемым для контроля. Разность между заданной температурой и средней температурой образца не должна превышать 2 °С.

6.6.5 Точность датчика температуры должна быть ±0,3 °С.

6.7 Стандартная температура испытания — 160 °С (320 °F). При необходимости испытания можно проводить при другой температуре, которую выбирают по ASTM D1349.

7 Отбор проб

7.1 Пробы вулканизуемой резиновой смеси отбирают в соответствии с требованиями метода смешения или другими указаниями по отбору проб.

7.2 Проба должна быть в форме пластины, быть однородной, иметь комнатную температуру и по возможности не содержать включений воздуха.

7.3 Температура пробы и ее тепловая история могут существенно влиять на результаты испытаний. Для подтверждения соответствия и испытаний в контролируемых условиях пробу перед испытанием выдерживают не менее 1 ч при температуре (23 ± 1) °С [(73 ± 2) °F].

7.4 При производственном контроле допускается испытывать пробы без кондиционирования, но следует соблюдать осторожность, чтобы минимизировать изменения температуры и тепловой истории до проведения испытаний.

8 Образец для испытания

8.1 Рекомендуемый объем образца для испытания должен быть от 3 до 6 $см^3$ в зависимости от используемого прибора.

8.2 Образец для испытания должен быть в форме диска диаметром меньше диаметра испытательной камеры прибора.

8.3 Образец для испытания считают подходящего размера, если при смыкании полуформ по окружности равномерно выдавливается небольшой валик резиновой смеси (от 116 % до 160 % объема испытательной камеры). Для прибора с объемом испытательной камеры 3,44 $см^3$ это достигается при объеме образца для испытаний от 4,0 до 5,5 $см^3$ (от 4,6 до 6,3 г резиновой смеси относительной плотностью 1,15). Образцы для испытаний недостаточного размера могут создавать низкое давление в камере и низкие значения крутящего момента. Слишком большие образцы для испытаний охлаждают полуформы камеры на начальной стадии испытания, влияя на характеристики вулканизации.

8.4 При испытании материалов с низкой вязкостью, клейких материалов или материалов, прилипающих к металлу, чтобы свести к минимуму загрязнение полуформ или обеспечить автоматическое удаление испытанного образца, допускается вставлять между образцом и полуформами слой пленки толщиной приблизительно 0,025 мм (0,001"). Пленка не должна реагировать с образцом для испытания или плавиться при температуре испытания. Подходящими материалами для пленки являются сложный полиэфир, термостабилизированный нейлон и подобные материалы. Для контрольных испытаний используют полиэфирную пленку толщиной (0,025 ± 0,001) мм (0,00100" ± 0,00004") одного поставщика. Результаты испытаний, полученные при использовании пленки, могут отличаться от результатов, полученных без пленки, но испытания, проводимые с использованием пленки, могут быть более воспроизводимыми за счет уменьшения загрязнения от предыдущих испытаний.

9 Проведение испытания

9.1 Подготовка к проведению испытания

Доводят температуру обеих полуформ до заданного значения при закрытой испытательной камере. При необходимости устанавливают системы измерения усилия или крутящего момента на ноль.

9.2 Загрузка реометра

9.2.1 Размыкают полуформы, выгружают предыдущий образец (при необходимости), помещают образец для испытания в камеру и смыкают полуформы. Эти операции выполняют в течение не более 20 с.

9.2.2 Отсчет времени испытания начинают с момента смыкания полуформ. Подвижная полуформа должна начать колебание в момент смыкания полуформ или ранее.

10 Протокол испытания

10.1 Протокол испытания должен содержать:

10.1.1 Полное описание пробы, ее происхождение и подробности приготовления резиновой смеси.

10.1.2 Метод и условия проведения испытаний.

10.1.2.1 Обозначение настоящего стандарта.

10.1.2.2 Тип и модель используемого реометра (безроторный с герметизированной или негерметизированной камерой, наименование изготовителя, варианты полуформ, при необходимости).

10.1.2.3 Амплитуду колебания полуформы в градусах.

10.1.2.4 Частоту колебаний в герцах.

10.1.2.5 Выбранный диапазон крутящего момента в дециньютон-метрах (преобразование дециньютон-метров в фунт-силы-дюймы проводят, используя соотношение 1,13 дН·м = 1,00 фунт-силы-дюйма).

10.1.2.6 Шкалу времени регистрирующего устройства.

10.1.2.7 Температуру вулканизации в градусах Цельсия.

10.1.2.8 Дату проведения испытания.

10.1.2.9 Тип пленки, при ее использовании.

10.2 Приводимые в протоколе результаты испытаний выбирают обычно из перечня следующих показателей (для руководства см. рисунок 1).

10.2.1 M_L — минимальный крутящий момент S' в дециньютон-метрах (фунт-силы-дюймах).

10.2.2 Максимальный крутящий момент S' в дециньютон-метрах (фунт-силы-дюймах):

10.2.2.1 M_{HF} — максимальный крутящий момент S' при наличии плато на кривой.

10.2.2.2 M_{HR} — максимальный крутящий момент кривой S' для кривой с реверсией.

10.2.2.3 M_H — максимальный крутящий момент S', достигаемый в течение определенного промежутка времени при отсутствии плато или, если не достигнут максимум крутящего момента.

10.2.3 $t_s x$ — время подвулканизации в минутах (время, необходимое для увеличения крутящего момента S' на x единиц от значения M_L). Предпочтительным временем подвулканизации для испытаний с амплитудой колебаний ±0,5 ° является $t_s 1$ (возрастание крутящего момента S' на 1,0 единицу).

Примечание 3 — Если крутящий момент измеряли в фунт-силы-дюйм вместо дН·м, то значение $t_s 1$ будет другим.

10.2.4 Время вулканизации в минутах:

10.2.4.1 $t'x$, равное времени до увеличения крутящего момента S' на x % или времени до достижения крутящего момента S', вычисляемого по формуле

$$S' = M_L + x\frac{M_H - M_L}{100}. \quad (3)$$

Показатель обозначают *TC x*.

Примечание 4 — Это стандартный метод определения времени вулканизации. Наиболее часто используют значения x, равные 50 и 90. Иногда время вулканизации $t'10$ принимают за время подвулканизации.

10.2.4.2 tx, равное времени до увеличения крутящего момента S' на x % или времени до достижения крутящего момента S', вычисляемого по формуле

$$S' = x\frac{M_H}{100}. \quad (4)$$

Примечание 5 — Это альтернативный метод определения времени вулканизации.

10.2.5 Показатель скорости вулканизации, равный 100/(время вулканизации — время подвулканизации).

10.2.6 *PCR* (максимальная скорость вулканизации) — максимальный наклон кривой зависимости крутящего момента S' от времени, дН·м/мин. Это значение обычно определяют, используя компьютерные данные.

10.2.7 Время *PCR* — время испытания, при котором достигается максимальная скорость вулканизации в минутах.

10.2.8 *t* 10 % повышения — время, необходимое для повышения крутящего момента до 110 % минимального значения. В некоторых случаях его можно использовать для определения времени подвулканизации.

10.2.9 *S″* @M_L — значение крутящего момента *S″* при крутящем моменте *S′*, равном M_L.

10.2.10 tg δ @M_L — значение tg δ при крутящем моменте *S′*, равном M_L.

10.2.11 *S″* @M_H — значение крутящего момента *S″* при крутящем моменте *S′*, равном M_H.

10.2.12 tg δ @M_H — значение tg δ при крутящем моменте *S′*, равном M_H.

11 Прецизионность и смещение

11.1 Настоящий раздел подготовлен в соответствии с ASTM D4483, в котором также приведены термины и детали статистических расчетов.

11.1.1 Сведения, представленные в настоящем разделе, дают оценку прецизионности метода испытания каучуков, использованных в конкретных программах межлабораторных испытаний, как описано ниже. Параметры прецизионности не следует использовать для проведения приемочных или браковочных испытаний любых групп материалов без документов, подтверждающих их применимость к данным материалам, и без протоколов испытаний этих материалов с применением данного метода.

11.1.2 Прецизионность оценивали по результатам двух отдельных программ межлабораторных испытаний: программу 1 проводили в 1989 г., программу 2 — в 2000 г. Каждая из указанных программ описана ниже с указанием повторяемости и воспроизводимости. В обеих программах оценивали прецизионность 1-го типа с использованием полностью подготовленных образцов, направленных всем участникам испытаний.

11.1.3 Данные программ 1 и 2, были получены по результатам испытаний, проведенных на приборах одного изготовителя. Это связано с тем, что большинство участников обоих межлабораторных исследований имеют одинаковое оборудование. Метод испытаний предусматривает использование безроторных реометров разных конструкций, и тот факт, что приведенные данные получены на приборе одного изготовителя, не означает, что именно этот прибор лучше прибора другого изготовителя. Различные конструкции реометров разных изготовителей имеют специфические характеристики и могут приводить к получению разных результатов испытаний. Как указано в разделе 10, в протоколы испытаний включают информацию о применяемом оборудовании.

11.2 Прецизионность результатов испытаний по программе 1

В соответствии с указанной программой тщательно готовили три резиновые смеси на основе каучуков SBR, SBR/NR, наполненных техническим углеродом, с вулканизационной системой на основе сульфенамида. Готовые образцы для испытаний были разосланы в 11 лабораторий для проведения испытаний двух параллельных проб каждых смесей в один день и повторения испытаний через неделю после проверки калибровки. Испытания проводили на безроторном реометре с герметизированной камерой[1)], приведенном на рисунке 4, с типовыми полуформами при температуре 175 °С с амплитудой колебаний ±0,5°. Результаты параллельных испытаний для каждого дня были усреднены для получения одного значения по каждому показателю для каждого из дней. Затем проводили анализ усредненных результатов. В таблице 1 приведены результаты прецизионности программы 1.

Таблица 1 — Прецизионность результатов испытаний по программе 1[A)]

Показатель	Среднее значение	Внутрилабораторная прецизионность			Межлабораторная прецизионность		
		Sr	*r*	(*r*)	*SR*	*R*	(*R*)
Смесь А							
M_L, дН·м	1,35	0,007	0,02	1,4	0,071	0,20	14,8
M_H, дН·м	13,60	0,025	0,07	0,5	0,608	1,72	12,7
t_s1, мин	1,55	0,009	0,02	1,6	0,065	0,18	11,8

[1)] Участники межлабораторных испытаний использовали Реометр MDR-2000 фирмы Alpha Technologies, 3030, Gilchrist Road, Akron, OH 44305. Безроторные реометры также выпускают другие изготовители, но не было достаточного количества участников, использующих приборы других изготовителей, чтобы сделать статистически значимую выборку для расчета прецизионности и смещения.

Окончание таблицы 1

Показатель	Среднее значение	Внутрилабораторная прецизионность			Межлабораторная прецизионность		
		Sr	*r*	(*r*)	*SR*	*R*	(*R*)
*t'*50, мин	3,10	0,007	0,03	0,8	0,061	0,17	5,6
*t'*90, мин	4,93	0,015	0,04	0,9	0,147	0,42	8,5
Общее среднее значение		0,013	0,036	1,04	0,190	0,538	10,68
Смесь B							
M_L, дН·м	1,00	0,008	0,02	2,2	0,048	0,14	13,6
M_H, дН·м	10,17	0,024	0,07	0,7	0,478	1,35	13,3
t_s1, мин	2,22	0,008	0,02	1,0	0,076	0,21	9,6
*t'*50, мин	3,55	0,007	0,02	0,6	0,098	0,28	7,8
*t'*90, мин	5,74	0,023	0,06	1,1	0,156	0,44	7,7
Общее среднее значение		0,014	0,036	1,12	0,171	0,484	10,40
Смесь C							
M_L, дН·м	1,50	0,011	0,03	2,1	0,076	0,22	14,3
M_H, дН·м	12,30	0,045	0,13	1,0	0,571	1,62	13,1
t_s1, мин	1,80	0,011	0,03	1,7	0,063	0,18	9,9
*t'*50, мин	3,34	0,009	0,03	0,8	0,098	0,28	8,3
*t'*90, мин	5,73	0,018	0,05	0,9	0,156	0,44	7,7
Общее среднее значение		0,019	0,054	1,30	0,193	0,548	10,66

[A)] Указанные значения — это значения прецизионности типа 1, полученные на приготовленных образцах для испытаний (смеси готовили в одной лаборатории), которые направляли лабораториям, участвовавшим в программе испытаний.

Примечание 1 — *Sr* — стандартное отклонение повторяемости, единицы измерения;
r — повторяемость, единицы измерения;
(*r*) — повторяемость, %;
SR — стандартное отклонение воспроизводимости, единицы измерения;
R — воспроизводимость, единицы измерения;
(*R*) — воспроизводимость, %.

11.3 Прецизионность результатов испытаний по программе 2

В данной программе для испытаний использовали четыре резиновых смеси. Смеси A, B и C — на основе каучука SBR (наполненные техническим углеродом, с вулканизационной системой на основе сульфенамида, с повышенным содержанием серы), смесь D — на основе фторкаучука. При испытании смеси D между образцом и полуформами прокладывали пленку. Все упомянутые смеси были тщательно приготовлены для проведения испытаний. Предварительно отобранные образцы смесей A, B и C были разосланы в 20 лабораторий, смеси D — в 12 лабораторий для проведения испытаний двух параллельных проб каждой смеси в один день и затем через неделю после проверки калибровки. Испытание проводили на безроторном реометре с герметизированной камерой[1)], приведенном на рисунке 4, с типовыми полуформами при температуре 160 °C и с амплитудой колебаний ±0,5°. Результаты параллельных испытаний для каждого дня были усреднены для получения одного значения по каждому показателю для каждого из дней. Затем проводили анализ усредненных результатов. В таблице 2 приведены результаты прецизионности по программе 2.

[1)] Участники межлабораторных испытаний использовали Реометр MDR-2000 фирмы Alpha Technologies, 3030, Gilchrist Road, Akron, OH 44305. Безроторные реометры также выпускают другие изготовители, но не было достаточного количества участников, использующих приборы других изготовителей, чтобы сделать статистически значимую выборку для расчета прецизионности и смещения.

Таблица 2 — Прецизионность результатов испытаний по программе 2

Показатель	Среднее значение	Внутрилабораторная прецизионность			Межлабораторная прецизионность			Число лабораторий[A), B)]
		Sr	*r*	(*r*)	*SR*	*R*	(*R*)	
Смесь A								
M_L, дН·м	2,13	0,025	0,071	3,34	0,076	0,210	10,0	17
M_H, дН·м	14,43	0,176	0,49	3,42	0,548	1,53	10,6	17
t_s1, мин	3,14	0,055	0,15	4,90	0,095	0,270	8,47	16
t'10, мин	3,26	0,048	0,14	4,14	0,085	0,240	7,29	16
t'50, мин	5,37	0,091	0,25	4,73	0,204	0,572	10,7	19
t'90, мин	10,34	0,172	0,48	4,66	0,586	1,64	15,9	19
Общее среднее значение		0,079	0,222	4,11	0,202	0,564	9,39	–
Смесь B								
M_L, дН·м	2,00	0,021	0,059	2,93	0,067	0,19	9,3	18
M_H, дН·м	16,32	0,122	0,341	2,09	0,635	1,78	10,9	17
t_s1, мин	2,78	0,023	0,066	2,37	0,069	0,19	6,9	14
t'10, мин	3,00	0,027	0,077	2,55	0,086	0,24	8,0	16
t'50, мин	4,61	0,032	0,091	1,97	0,090	0,25	5,4	16
t'90, мин	8,10	0,081	0,226	2,79	0,303	0,85	10,5	18
Общее среднее значение		0,045	0,127	2,38	0,189	0,530	8,1	–
Смесь C								
M_L, дН·м	2,23	0,026	0,074	3,30	0,063	0,18	7,9	17
M_H, дН·м	10,68	0,118	0,329	3,08	0,391	1,10	10,3	17
t_s1, мин	6,25	0,126	0,359	5,75	0,228	0,64	10,2	17
t'10, мин	5,81	0,106	0,297	5,12	0,157	0,44	7,56	18
t'50, мин	5,37	0,091	0,254	4,73	0,204	0,57	10,7	19
t'90, мин	10,31	0,156	0,438	4,25	0,583	1,63	15,8	19
Общее среднее значение		0,093	0,263	4,40	0,209	0,586	9,3	–
Смесь D								
M_L, дН·м	2,19	0,0098	0,027	1,25	0,034	0,100	4,4	9
M_H, дН·м	31,52	0,245	0,685	2,17	0,536	1,50	4,8	9
t_s1, мин	2,56	0,027	0,076	2,97	0,107	0,300	11,7	9
t'10, мин	3,76	0,065	0,183	4,87	0,082	0,230	6,1	10
t'50, мин	4,98	0,061	0,170	3,42	0,119	0,333	6,7	11
t'90, мин	7,32	0,117	0,327	4,47	0,322	0,901	12,3	8
Общее среднее значение		0,103	0,288	3,73	0,233	0,65	8,3	–

[A)] Окончательное число лабораторий, оставшихся в программе 2 после удаления выбросов (вариант 1). Смеси A, B, C испытывали в 20 лабораториях.

[B)] Смесь D анализировали в 12 лабораториях.

Примечание 1 — M_L — минимальный крутящий момент;
M_H — максимальный крутящий момент;
t_s1 — время возрастания крутящего момента на 1 единицу;
t'10, *t*'50, *t*'90 — время вулканизации 10 %, 50 %, 90 % от времени полной вулканизации соответственно;
S_r — стандартное отклонение повторяемости, единицы измерения;
r — повторяемость, единицы измерения;
(*r*) — повторяемость, проценты от среднего уровня;
S_R — стандартное отклонение воспроизводимости, единицы измерения;
R — воспроизводимость, единицы измерения;
(*R*) — воспроизводимость, проценты от среднего уровня.

11.3.1 Анализ данных, полученных в соответствии с программой испытания 2, проводили после пересмотра ASTM D4483 (см. версию 2004 г). Пересмотренный стандарт содержит усовершенствованные методы идентификации выбросов с последующим их исключением. Он позволяет идентифицировать основную группу лабораторий, участвующих в любой межлабораторной программе испытания, имеющих хороший контроль всех процедур испытаний и являющихся образцом выполнения высококачественных испытаний в промышленности. Следует обратить внимание на то, что в последней графе таблицы 2 приведено число лабораторий, результаты которых использованы в расчете прецизионности после удаления выбросов.

11.4 Прецизионность может быть выражена в формате следующих утверждений, которые используют соответствующее значение *r, R* (*r*) или (*R*), т. е. значение, приведенное в таблицах 1 и 2 для любого показателя, при принятии решения о результатах, полученных для этого показателя по настоящему методу испытаний.

11.4.1 Повторяемость *r*

Повторяемость *r* данного метода испытаний была установлена в виде соответствующих значений, указанных в таблицах 1 и 2 для любого показателя по настоящему стандарту. Два единичных результата испытаний, полученных при нормальном выполнении процедур данного метода, расхождение между которыми превышает указанное значение *r*, следует рассматривать как относящиеся к различным или неидентичным выборкам.

11.4.2 Воспроизводимость *R*

Воспроизводимость *R* данного метода испытания была установлена в виде соответствующих значений, указанных в таблицах 1 и 2 для любого показателя по настоящему стандарту. Два единичных результата испытаний, полученных в двух разных лабораториях при нормальном выполнении процедур данного метода, расхождение между которыми превышает указанное значение *R*, следует рассматривать как относящиеся к различным, неидентичных выборкам.

11.4.3 Повторяемость и воспроизводимость (*r*) и (*R*), выраженные в процентах от среднего уровня, применяют также, как установлено для *r* и *R*. При использовании (*r*) и (*R*) расхождение между двумя единичными результатами испытаний выражают в процентах от среднеарифметического значения двух результатов испытаний.

11.5 Смещение

В терминологии, относящейся к методам испытаний, смещение представляет собой разность между средним значением результата испытаний и принятым опорным (или истинным) значением определяемого показателя. Для настоящего метода испытаний не существует принятых опорных значений, т. к. значения рассматриваемых показателей определяют только по настоящему методу, поэтому смещение не может быть установлено.

Приложение ДА
(обязательное)

Сведения о соответствии ссылочных стандартов межгосударственным стандартам

Таблица ДА.1

Обозначение ссылочного стандарта	Степень соответствия	Обозначение и наименование соответствующего межгосударственного стандарта
ASTM D1349	—	*
ASTM D1566	—	*
ASTM D2084	—	*
ASTM D4483	—	*
* Соответствующий межгосударственный стандарт отсутствует. До его принятия рекомендуется использовать перевод на русский язык данного стандарта.		

УДК 678.4.7:678.016:006.354 МКС 83.060 IDT

Ключевые слова: смеси резиновые, определение вулканизационных характеристик, безроторные реометры

Редактор *Л.С. Зимилова*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *И.А. Королева*
Компьютерная верстка *И.Ю. Литовкиной*

Сдано в набор 01.11.2021. Подписано в печать 24.11.2021. Формат 60×84⅛. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 2,32. Уч-изд. л. 2,24.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

Создано в единичном исполнении в ФГБУ «РСТ»
для комплектования Федерального информационного фонда стандартов,
117418 Москва, Нахимовский пр-т, д. 31, к. 2.

gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru