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

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ
СТАНДАРТ

**ГОСТ
34752—
2021**

КАУЧУКИ БУТАДИЕН-СТИРОЛЬНЫЕ (SBR)

Приготовление и испытание резиновых смесей

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 РАЗРАБОТАН Федеральным государственным бюджетным учреждением «Российский институт стандартов» (ФГБУ «РСТ»), Межгосударственным техническим комитетом по стандартизации МТК 542 «Продукция нефтехимического комплекса»

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 3 ноября 2021 г. № 1409-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 34752—2021 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 июля 2022 г.

5 В настоящем стандарте учтены основные нормативные положения стандарта ASTM D3185—06 (2016) «Стандартные методы испытаний каучука. Оценка SBR (стирол-бутадиенового каучука), включая смеси с маслом» [«Standard test methods for rubber — Evaluation of SBR (styrene-butadiene rubber) including mixtures with oil», NEQ]

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 Сущность методов 2
4 Назначение и применение методов испытаний 2
5 Стандартные рецептуры 2
6 Отбор и подготовка проб 4
7 Методы смешения 4
8 Проведение испытаний 7
9 Прецизионность и смещение 8
Библиография 10

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

КАУЧУКИ БУТАДИЕН-СТИРОЛЬНЫЕ (SBR)

Приготовление и испытание резиновых смесей

Styrene-butadiene rubbers (SBR). Preparation and testing of rubber compounds

Дата введения — 2022—07—01

1 Область применения

1.1 Настоящий стандарт устанавливает стандартные рецептуры, ингредиенты, режимы смешения и методы испытаний резиновых смесей и вулканизатов, используемых для оценки бутадиен-стирольных (SBR) и бутадиеновых (EBR) каучуков эмульсионной полимеризации.

Стандарт распространяется также на маслонаполненные эмульсионные бутадиеновый и бутадиен-стирольный каучуки, а также на частично сшитые каучуки и каучуки с высокой вязкостью по Муни.

1.2 Настоящий стандарт применим также к типам ненаполненных и маслонаполненных бутадиен-стирольных каучуков растворной полимеризации, использование которых требует вулканизации.

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.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие межгосударственные стандарты:

ГОСТ ISO 1795[1)] Каучук натуральный и синтетический. Отбор проб и дальнейшие подготовительные процедуры

ГОСТ ISO 2322 Каучук бутадиен-стирольный (SBR) эмульсионной и растворной полимеризации. Методы оценки

ГОСТ ISO 2393[2)] Смеси резиновые для испытаний. Приготовление, смешение и вулканизация. Оборудование и процедуры

ГОСТ 34750 Резина и термоэластопласты. Определение упругопрочностных свойств при растяжении

ГОСТ 34751 Смеси резиновые. Определение вулканизационных характеристик с использованием безроторных реометров

Примечание — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов и классификаторов на официальном интернет-сайте Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации (gost.e-ecolog.ru по указателям национальных стандартов, издаваемым в государствах, указанных в предисловии, или на официальных сайтах соответствующих национальных органов по стандартизации. Если на документ дана недатированная ссылка, то следует использовать документ, действующий на текущий момент, с учетом всех внесенных в него изменений. Если заменен ссылочный документ, на который

[1)] В Российской Федерации также действует ГОСТ Р 54549—2011 «Каучуки синтетические. Отбор проб».

[2)] В Российской Федерации также действует ГОСТ Р 54554—2011 «Смеси резиновые стандартные. Материалы, оборудование, методы смешения и приготовления вулканизованных пластин».

Издание официальное

дана датированная ссылка, то следует использовать указанную версию этого документа. Если после принятия настоящего стандарта в ссылочный документ, на который дана датированная ссылка, внесено изменение, затрагивающее положение, на которое дана ссылка, то это положение применяется без учета данного изменения. Если ссылочный документ отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Сущность методов

3.1 Настоящий стандарт устанавливает требования к стандартным рецептурам, процедурам смешения, а также методы испытаний резиновых смесей на основе следующих типов синтетических каучуков:

3.1.1 Не наполненные маслом — смешение на вальцах и в микросмесителе закрытого типа.

3.1.2 Наполненные маслом — смешение на вальцах и в микросмесителе закрытого типа.

3.2 Результаты смешения на вальцах и в микросмесителе закрытого типа несопоставимы.

4 Назначение и применение методов испытаний

Методы испытаний предназначены для оценки качества каучуков, а также могут быть использованы при производстве каучуков.

Допускается использовать методы испытаний в научных исследованиях и разработках, а также для сравнения различных образцов каучука с использованием стандартной рецептуры.

5 Стандартные рецептуры

5.1 Стандартные рецептуры резиновых смесей для каучуков, не наполненных маслом, приведены в таблице 1.

Таблица 1 — Стандартные рецептуры для каучуков, не наполненных маслом

Наименование	Номер SRM/IRM по NIST	Массовая часть для рецептуры	
		1A	2A
Каучук SBR или маточная смесь	—	100,0	100,0
Оксид цинка	*	3,0	3,0
Сера	*	1,75	1,75
Стеариновая кислота	*	1,00	1,00
Печной технический углерод из нефтяного сырья**	*	50,00	35,00
TBBS***	*	1,00	1,00
Всего:		156,75	141,75
Коэффициент загрузки при смешении на вальцах*4		3,0	3,3
Коэффициент загрузки при смешении в микросмесителе закрытого типа*5:			
- роторы кулачкового типа		0,47	0,49
- роторы типа Бенбери		0,41	0,46

* Используют очередные партии стандартного ингредиента SRM/IRM.

** Очередная партия промышленного контрольного технического углерода (IRB), предварительно высушенного при температуре (125 ± 3) °С в течение 1 ч.

*** TBBS– N-*трет*-бутил-2-бензотиазолсульфенамид.

*4 При изготовлении смесей на вальцах каучук и технический углерод взвешивают с точностью до 1,0 г, серу и ускоритель вулканизации — с точностью до 0,02 г, другие ингредиенты — с точностью до 0,1 г.

Окончание таблицы 1

*5 При приготовлении смесей в микросмесителе закрытого типа взвешивают каучук и технический углерод с точностью до 0,1 г, смесь ингредиентов — с точностью до 0,01 г, отдельно вводимые ингредиенты, при наличии таковых, — с точностью до 0,001 г.

Примечание — Допускается использовать контрольные ингредиенты, аттестованные в качестве стандартных (промышленные контрольные материалы)[1]. При разногласиях используют стандартные ингредиенты SRM/IRM.

5.1.1 При смешении в микросмесителе закрытого типа для повышения точности взвешивания ингредиентов рекомендуется предварительно смешать все ингредиенты, кроме технического углерода. Для этого смешивают пропорциональные массы каждого ингредиента в биконическом смесителе, предназначенном для сухих порошков, или в V-образном смесителе. Для смешения небольших количеств ингредиентов можно использовать ступку с пестиком.

5.1.2 Рецептуру 1А применяют для каучуков общего назначения, не наполненных маслом. Аналогичная рецептура приведена в ГОСТ ISO 2322. Рецептуру 2А применяют для частично сшитых каучуков и каучуков с высокими значениями вязкости по Муни (более 90 ML 1+4 при температуре 100 °С), например SBR 1009, 1018 и 1012.

5.2 Стандартные рецептуры резиновых смесей для каучуков, наполненных маслом, приведены в таблице 2.

Таблица 2 — Стандартные рецептуры для каучуков, наполненных маслом

Наименование	Номер SRM/IRM	Массовая часть для рецептуры					
		1В	2В	3В	4В	5В	6В
Маслонаполненный каучук	–	125,00	137,50	150,00	162,50	175,00	100+*Y* *
Содержание масла в маточной смеси	–	25	37,50	50	62,50	75	Базовое
Оксид цинка	**	3,00	3,00	3,00	3,00	3,00	3,00
Сера	**	1,75	1,75	1,75	1,75	1,75	1,75
Стеариновая кислота	**	1,00	1,00	1,00	1,00	1,00	1,00
Печной технический углерод из нефтяного сырья***	**	62,50	68,75	75,00	81,25	87,50	50(100 + *Y*) 0,01
TBBS*4	384	1,25	1,38	1,50	1,63	1,75	1(100 + *Y*) 0,01
Всего:		194,50	213,38	232,25	251,13	270,00	—
Коэффициент загрузки при смешении на вальцах*5		2,4	2,2	2,0	1,9	1,7	—
Коэффициент загрузки при смешении в микросмесителе закрытого типа*6:							
- роторы кулачкового типа		0,37	0,34	0,31	0,29	0,27	—
- роторы типа Бенбери		0,328	0,298	0,273	0,252	0,234	—

* *Y* — массовая часть масла на 100 частей каучука в маточной смеси.

** Используют очередную партию стандартного ингредиента SRM/IRM.

*** Очередная партия промышленного контрольного технического углерода (IRB), предварительно высушенного при температуре (125 ± 3) °С в течение 1 ч.

*4 TBBS — N-*трет*-бутил-2-бензотиазолсульфенамид.

[1] В Российской Федерации действует ГОСТ Р 58910.2—2020 «Каучук и резина. Материалы промышленные контрольные. Часть 2. Технические условия».

Окончание таблицы 2

[*5] При приготовлении смесей на вальцах взвешивают каучук и технический углерод с точностью до 1,0 г, серу и ускоритель — с точностью до 0,02 г, другие ингредиенты — с точностью до 0,1 г.

[*6] При приготовлении смесей в микросмесителе закрытого типа взвешивают каучук и технический углерод с точностью до 0,1 г, смесь ингредиентов — с точностью до 0,01 г, отдельно вводимые ингредиенты, при их наличии, — с точностью до 0,001 г.

Примечание — Допускается использовать контрольные ингредиенты, аттестованные в качестве стандартных (промышленные контрольные материалы)[1)]. При разногласиях используют стандартные ингредиенты SRM/IRM.

5.2.1 Рецептуры 1В—6В применяют для маслонаполненных каучуков общего назначения в зависимости от содержания масла в каучуке. Рецептуру 1А можно использовать в качестве альтернативы рецептурам 1В—6В.

В ГОСТ ISO 2322 приведена рецептура для оценки маслонаполненных бутадиен-стирольных каучуков общего назначения.

5.2.2 При смешении в микросмесителе закрытого типа для повышения точности взвешивания ингредиентов рекомендуется предварительно смешать все ингредиенты, кроме технического углерода. Для этого смешивают пропорциональные массы каждого ингредиента в смесителе биконического типа для приготовления сухих порошков или в V-образном смесителе. Для смешения небольших количеств ингредиентов можно использовать ступку и пестик.

6 Отбор и подготовка проб

Отбор и подготовка проб — в соответствии с ГОСТ ISO 1795 (см. также [1]).

7 Методы смешения

7.1 Применяют три метода приготовления смеси (смешения):

7.1.1 Метод А — смешение на вальцах (7.2).

7.1.2 Метод Б — смешение в микросмесителе закрытого типа (7.3).

7.1.3 Метод В — смешение в резиносмесителе закрытого типа (7.4).

Примечание — Использование разных методов приготовления смеси не всегда приводит к получению сопоставимых результатов.

7.2 Метод А — Смешение на вальцах

7.2.1 Общие требования по процедурам смешения приведены в ГОСТ ISO 2393 (см. также [2]).

7.2.2 При смешении температура поверхности валков должна быть (50 ± 5) °С. Необходимо поддерживать, насколько это возможно, указанный ниже зазор между валками, чтобы обеспечить одинаковую пластикацию каучука вследствие вальцевания.

7.2.3 Режим смешения приведен в таблице 3.

Таблица 3 — Режим смешения при приготовлении смеси на вальцах

Процедуры смешения	Продолжительность, мин	Общая продолжительность, мин
Вальцуют каучук при зазоре между валками (1,15 ± 0,05) мм на медленном валке. Через каждые 30 с подрезают смесь на 3/4 валка попеременно с каждой стороны	7	7
Медленно вводят серу, равномерно по всей длине валков	2	9
Вводят стеариновую кислоту. После того как стеариновая кислота войдет в смесь, делают по одному подрезу на 3/4 валка с каждой стороны	2	11

[1)] В Российской Федерации действует ГОСТ Р 58910.2—2020 «Каучук и резина. Материалы промышленные контрольные. Часть 2. Технические условия».

Окончание таблицы 3

Процедуры смешения	Продолжительность, мин	Общая продолжительность, мин
Вводят примерно половину технического углерода, равномерно по всей длине валков с постоянной скоростью. Увеличивают зазор между валками до 1,25 мм и делают по одному подрезу на 3/4 валка с каждой стороны. Вводят оставшийся технический углерод, увеличивают зазор до 1,40 мм и делают по одному подрезу на 3/4 валка с каждой стороны	10	21
Вводят остальные ингредиенты	3	24
Делают по три подреза на 3/4 валка с каждой стороны и срезают смесь с вальцов	2	26
Устанавливают зазор между валками 0,8 мм и пропускают свернутую рулоном смесь перпендикулярно поверхности валков шесть раз	2	28
Увеличивают зазор между валками для получения минимальной толщины смеси 6 мм и пропускают смесь четыре раза через зазор между валками, каждый раз складывая ее вдвое	1	29
Примечание — Смесь не подрезают, если на поверхности валков или в запасе имеется технический углерод, не вошедший в смесь. Все ингредиенты, просыпавшиеся через валки, следует возвращать в смесь.		

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

7.2.3.2 При необходимости отрезают от смеси образцы, достаточные для определения вязкости смеси и ее способности к переработке (см. [3][1)] или [4]) и вулканизационных характеристик в соответствии с ГОСТ 34751 (см. также [5]).

7.2.3.3 Для определения упругопрочностных свойств при растяжении листуют смесь до толщины примерно 2,2 мм и кондиционируют ее в соответствии с ГОСТ ISO 2393 (см. также [2]).

7.3 Метод Б — Смешение в микросмесителе закрытого типа

7.3.1 Общие требования к процедуре смешения приведены в ГОСТ ISO 2393 (см. также [2]).

Готовят смесь при температуре роторов смесителя (60 ± 3) °С и угловой скорости вращения ненагруженного ротора 6,3—6,6 рад/с.

7.3.2 Подготавливают каучук, пропуская его один раз на вальцах при температуре поверхности валков (50 ± 5) °С и зазоре между валками 0,5 мм. При необходимости разрезают полученный лист на полосы шириной примерно 25 мм.

7.3.3 Режим смешения в микросмесителе закрытого типа приведен в таблице 4.

Таблица 4 — Смешение в микросмесителе закрытого типа

Процедуры смешения	Продолжительность, мин	Общая продолжительность, мин
Загружают в смесительную камеру полоски каучука, опускают затвор и включают таймер	0,0	0,0
Пластицируют каучук	1,0	1,0
Поднимают затвор и добавляют предварительно смешанные оксид цинка, серу, стеариновую кислоту и TBBS, не допуская потерь ингредиентов. Затем добавляют технический углерод. Чистят отверстие и опускают затвор	1,0	2,0
Проводят смешение	7,0	9,0

[1)] В Российской Федерации также действует ГОСТ Р 54552—2011 «Каучуки и резиновые смеси. Определение вязкости, релаксации напряжения и характеристик подвулканизации с использованием вискозиметра Муни».

7.3.3.1 После приготовления смеси в соответствии с таблицей 4 выключают мотор, поднимают затвор, снимают смесительную камеру и выгружают смесь. При необходимости записывают максимальную зарегистрированную температуру смеси.

7.3.3.2 Для отвода тепла смесь из смесителя сразу же пропускают на вальцах сначала дважды при температуре (50 ± 5) °С и зазоре между валками 0,5 мм, а затем — дважды при зазоре 3 мм. Для улучшения распределения ингредиентов пропускают свернутую рулоном смесь перпендикулярно поверхности валков шесть раз при зазоре между валками 0,8 мм.

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

7.3.3.4 При необходимости отрезают от смеси образцы, достаточные для определения вязкости смеси и ее способности к переработке (см. [3][1)] или [4]) и вулканизационных характеристик в соответствии с ГОСТ 34751 (см. также [5]).

7.3.3.5 Для определения упругопрочностных свойств при растяжении смесь листуют до толщины около 2,2 мм и кондиционируют в соответствии с ГОСТ ISO 2393 (см. также [2]).

7.4 Метод В — Смешение в резиносмесителе закрытого типа

7.4.1 Общие требования к процедуре смешения приведены в ГОСТ ISO 2393 (см. также [2]).

7.4.2 Начальная стадия смешения приведена в таблице 5.

Таблица 5 — Начальная стадия смешения в резиносмесителе закрытого типа

Процедуры смешения	Продолжительность, мин	Общая продолжительность, мин
Регулируют температуру резиносмесителя для достижения условий выгрузки смеси, приведенных ниже. Закрывают разгрузочное отверстие, включают роторы с угловой скоростью 8,1 рад/с и поднимают затвор	0,5	0,5
Загружают 50 % необходимого количества каучука, весь оксид цинка, технический углерод, стеариновую кислоту, а затем оставшуюся половину каучука. Опускают затвор	3,0	3,5
Перемешивают смесь	0,5	4,0
Поднимают затвор и очищают бункер смесителя и поверхность затвора. Опускают затвор	2,0	6,0
Перемешивают смесь до достижения температуры 170 °С или общего времени смешения 6 мин, в зависимости от того, что наступит раньше. Выгружают смесь	2,0	6,0

7.4.3 Завершающая стадия смешения в резиносмесителе приведена в таблице 6.

Таблица 6 — Завершающая стадия смешения в резиносмесителе закрытого типа

Процедуры смешения	Продолжительность, мин	Общая продолжительность, мин
Снижают температуру резиносмесителя до (40 ± 5) °С отключением пара и подачей охлаждающей воды в рубашку роторов. Включают роторы с угловой скоростью 8,1 рад/с и поднимают затвор	0,0	0,0
Заворачивают всю серу и ускоритель в половину смеси и загружают в резиносмеситель. Добавляют оставшуюся часть смеси. Опускают затвор	5,0	5,0

[1)] В Российской Федерации также действует ГОСТ Р 54552—2011 «Каучуки и резиновые смеси. Определение вязкости, релаксации напряжения и характеристик подвулканизации с использованием вискозиметра Муни».

Окончание таблицы 6

Процедуры смешения	Продолжительность, мин	Общая продолжительность, мин
Перемешивают смесь до достижения температуры (110 ± 5) °С или общего времени смешения 3 мин, в зависимости от того, что наступит раньше. Выгружают смесь	2,5	3,0
Пропускают свернутую рулоном смесь перпендикулярно поверхности валков шесть раз при температуре поверхности валков (40 ± 5) °С и зазоре между валками 0,8 мм	2,0	5,0
Увеличивают зазор для получения минимальной толщины листа 6 мм и пропускают смесь четыре раза, складывая ее каждый раз вдвое	1,0	6,0

7.4.3.1 После приготовления смеси в соответствии с таблицей 6 проверяют и записывают массу смеси. Если масса отличается от теоретического значения более чем на 0,5 %, смесь бракуют.

7.4.3.2 При необходимости отрезают от смеси образцы, достаточные для определения вязкости смеси и ее способности к переработке (см. [3][1)] или [4]) и вулканизационных характеристик в соответствии с ГОСТ 34751 (см. также [5]).

7.4.3.3 Для определения упругопрочностных свойств вулканизатов при растяжении смесь листуют до толщины около 2,2 мм и кондиционируют в соответствии с ГОСТ ISO 2393 (см. также [2]).

8 Проведение испытаний

8.1 Упругопрочностные свойства определяют на вулканизованных пластинках, приготовленных в соответствии с ГОСТ ISO 2393 (см. также [2]).

8.1.1 Рекомендуемыми стандартными режимами вулканизации смесей, полученных на вальцах, являются 25, 35 или 50 мин при температуре 145 °С. Рекомендуемое стандартное время вулканизации для смесей, приготовленных в микросмесителях закрытого типа, — 35 мин при температуре 145 °С.

8.1.2 Кондиционируют вулканизованные пластины при температуре (23 ± 3) °С в течение 16—96 ч.

Примечание — Для контроля качества при производстве каучуков может возникнуть необходимость проведения испытаний через 1—6 ч после вулканизации, полученные при этом результаты могут отличаться.

8.1.3 Готовят образцы для испытания и определяют упругопрочностные свойства вулканизатов при растяжении в соответствии с ГОСТ 34750.

8.2 Вместо определения вулканизационных характеристик по упругопрочностным свойствам вулканизатов при растяжении можно определять вулканизационные характеристики резиновой смеси в соответствии с методами испытаний по ГОСТ 34751 (см. также [5]). Эти методы дают несопоставимые результаты.

8.2.1 Рекомендуемые условия испытаний на реометре с колеблющимся диском:

- частота колебаний — 1,67 Гц;
- амплитуда колебаний — 1°;
- температура полуформ — 160 °С;
- время испытания — 30 мин, без предварительного нагревания.

Рекомендуемые условия испытания по ГОСТ 34751:

- частота колебаний — 1,67 Гц;
- амплитуда колебаний — 0,5°;
- температура полуформ — 160 °С;
- время испытания — 30 мин, без предварительного нагревания.

Допустимые отклонения условий испытаний от заданных определены методами испытаний.

8.2.2 Рекомендуемые стандартные параметры испытания: M_L, M_H, t_{s1}, $t'50$, $t'90$.

[1)] В Российской Федерации также действует ГОСТ Р 54552—2011 «Каучуки и резиновые смеси. Определение вязкости, релаксации напряжения и характеристик подвулканизации с использованием вискозиметра Муни».

9 Прецизионность и смещение

9.1 Оценка прецизионности методов испытаний каучуков, использованных в конкретной программе межлабораторных испытаний, описана 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 материалов с применением данного метода.

9.2 Прецизионность типа 2 (см. [6]) установлена по результатам межлабораторных испытаний каучуков типов 1712 и 1502. Семь лабораторий готовили смеси в микросмесителе закрытого типа и проводили испытание каждого типа каучука в два дня.

9.3 В таблице 7 приведены основные данные прецизионности, полученные при межлабораторных испытаниях. Испытания проводили с использованием реометра (см. [5]). Прецизионность типа 2 включает в себя в качестве компонентов испытаний, приводящих к рассеянию результатов, процедуры приготовления и вулканизации резиновых смесей в каждой лаборатории.

9.4 Результат испытаний на реометре (см. [5]) представлен одним определением.

9.5 Результат определения упругопрочностных свойств при растяжении (см. [7]) представлен медианой результатов испытаний трех образцов в форме двусторонней лопатки.

9.6 Результат определения вязкости с использованием вискозиметра (см. [3]) представлен одним определением.

9.7 Прецизионность данных методов испытаний можно выразить с использованием соответствующего значения r, R, (r) или (R), т. е. значения, которое следует использовать при принятии решений по результатам испытания, полученным по соответствующему методу. Соответствующие значения — это значения r или R, соотнесенные с тем средним уровнем определяемых параметров, приведенным в таблице 7, который является наиболее близким среднему рассматриваемому уровню в любое время для любого конкретного материала при обычном проведении испытаний.

Таблица 7 — Прецизионность типа 2

Показатель	Значение	Повторяемость			Воспроизводимость		
		S_r	r	$(r)^*$	S_R	R	$(R)^*$
Испытания на реометре с колеблющимся диском (см. [5]): температура 160 °С, частота колебаний 1,7 Гц, амплитуда 1°							
M_L, дН м	9,7—9,8	0,21	0,594	6,1	0,52	1,47	15,2
M_H, дН м	32,5—43,8	0,77	2,18	5,7	2,21	6,25	16,4
t_{s1}, мин	3,5—4,9	0,13	0,368	8,8	0,67	1,90	45,2
$t'50$, мин	8,2— 8,3	0,20	0,566	6,9	0,74	2,09	25,3
$t'90$, мин	13,6—16,4	0,48	1,36	9,1	1,12	3,17	21,1
Определение упругопрочностных свойств (см. [7]): время вулканизации смеси 35 мин при температуре 145 °С							
Напряжение при 300 %-ном удлинении, МПа	8,7—13,8	0,62	1,75	15,6	1,55	4,39	39,0
Прочность при растяжении, МПа	21,9—25,9	0,83	2,35	9,8	1,40	3,96	16,6
Удлинение при разрыве, %	504—599	16,2	45,8	8,3	67,7	191,0	34,7
Испытания на вискозиметре Муни (см. [3])							
Вязкость по Муни ML1+4 при температуре 100 °С	63,8—70,3	1,51	4,27	6,4	6,61	18,7	27,9

* Среднее значение интервала, используемого для расчета (r) и (R).

Примечание — Использованы следующие обозначения:

S_r — стандартное отклонение повторяемости;

r — предел повторяемости, единицы измерения;

Окончание таблицы 7

(r) — предел повторяемости, %; S_R — стандартное отклонение воспроизводимости; R — предел воспроизводимости, единицы измерения; (R) — предел воспроизводимости, %.

9.8 Повторяемость *r*

Повторяемость r настоящих методов испытаний была установлена в виде соответствующего значения, приведенного в таблице 7. Два отдельных результата испытаний, полученных с использованием обычных процедур, расхождение между которыми превышает значение r, приведенное в таблице 7 (для любого данного уровня), следует рассматривать как относящиеся к различным или неидентичным наборам проб.

9.9 Воспроизводимость *R*

Воспроизводимость R настоящих методов испытаний была установлена в виде соответствующего значения, приведенного в таблице 7. Два отдельных результата испытаний, полученных в двух разных лабораториях, с использованием обычных процедур, расхождение между которыми превышает значение R, приведенное в таблице 7 (для любого данного уровня), следует рассматривать как полученные из различных или неидентичных наборов образцов.

9.10 Показатели повторяемости и воспроизводимости (r) и (R), выраженные в процентах от среднего уровня, применяют аналогично показателям r и R. Для показателей (r) и (R) разность двух единичных результатов испытаний выражают в виде процента от среднего арифметического значения двух результатов испытания.

9.11 Смещение

В терминологии, относящейся к методам испытаний, смещение представляет собой разность между средним значением результата испытания и эталонным (или истинным) значением определяемого параметра. Для приведенных в настоящем стандарте методов испытаний эталонных значений не существует, т. к. значения рассматриваемых параметров определяют только с использованием приведенных методов, поэтому смещение не установлено.

Библиография

[1] ASTM D3896 Standard practice for rubber from synthetic sources — Sampling

(АСТМ Д3896) (Стандартная практика для синтетических каучуков. Отбор проб)

[2] ASTM D3182 Standard practice for rubber — Materials, equipment, and procedures for mixing standard compounds and preparing standard vulcanized sheets

(АСТМ Д3182) (Стандартная практика для каучуков. Материалы, оборудование и процедуры приготовления стандартных смесей и подготовка стандартных вулканизованных пластин)

[3] ASTM D1646 Standard test methods for rubber — Viscosity, stress relaxation, and pre-vulcanization characteristics (Mooney viscometer)

(АСТМ Д1646) [Стандартные методы испытаний каучуков. Вязкость, релаксация напряжений и характеристики предварительной вулканизации (вискозиметр Муни)]

[4] ASTM D6204 Standard test method for rubber — Measurement of unvulcanized rheological properties using rotorless shear rheometers

(АСТМ Д6204) (Стандартные методы испытаний каучуков. Измерение реологических характеристик невулканизованных резин с использованием безроторного сдвигового реометра)

[5] ASTM D2084 Standard test method for rubber property — Vulcanization using oscillating disk cure meter

(АСТМ Д2084) (Стандартные методы определения свойств каучуков. Вулканизация с использованием реометра с колеблющимся диском)

[6] ASTM D4483 Standard practice for evaluating precision for test method standards in the rubber and carbon black manufacturing industries

(АСТМ Д4483) (Стандартная практика по оценке прецизионности стандартов на методы испытаний для резиновой промышленности и производства технического углерода)

[7] ASTM D412 Standard test methods for vulcanized rubber and thermoplastic elastomers — Tension

(АСТМ Д412) (Стандартные методы испытания вулканизованных резин и термопластичных эластомеров. Растяжение)

УДК 678.762.9:678.016:006.354 МКС 83.060 NEQ

Ключевые слова: каучуки бутадиен-стирольные (SBR), приготовление и испытание резиновых смесей

Редактор *Л.В. Коретникова*
Технический редактор *И.Е. Черепкова*
Корректор *И.А. Королева*
Компьютерная верстка *Е.А. Кондрашовой*

Сдано в набор 09.11.2021. Подписано в печать 07.12.2021. Формат 60×84⅛. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,86. Уч.-изд. л. 1,68.

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