ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р 54558— 2011

КАУЧУКИ БУТАДИЕНОВЫЕ РАСТВОРНОЙ ПОЛИМЕРИЗАЦИИ (BR)

Приготовление и испытание резиновых смесей

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2013

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

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

Сведения о стандарте

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

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

3 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 29 ноября 2011 г. № 642-ст

4 Настоящий стандарт является модифицированным по отношению к стандарту АСТМ Д 3189—2006 «Стандартные методы испытаний каучуков. Полибутадиеновые каучуки растворной полимеризации (BR)» [ASTM D 3189—2006 «Standard test methods for rubber — Evaluation of solution BR (polybutadiene rubber)»]. При этом дополнительные слова, фразы, ссылки, примечания, включенные в текст стандарта для учета потребностей национальной экономики Российской Федерации, выделены в тексте курсивом.

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

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

5 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

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

© Стандартинформ, 2013

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

Содержание

1 Область применения 1
2 Нормативные ссылки 1
3 Назначение и применение методов испытаний 2
4 Стандартный рецепт для испытаний 2
5 Отбор и подготовка проб 2
6 Методы смешения 2
7 Подготовка и испытание вулканизатов 6
8 Прецизионность и систематическая погрешность 7
Приложение ДА (справочное) Сведения о соответствии ссылочных национальных стандартов международным стандартам и стандартам АСТМ, использованным в качестве ссылочных в примененном стандарте 9
Библиография 10

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

КАУЧУКИ БУТАДИЕНОВЫЕ РАСТВОРНОЙ ПОЛИМЕРИЗАЦИИ (BR)

Приготовление и испытание резиновых смесей

Solution-polymerized butadiene rubber (BR).
Preparation and testing of rubber compounds

Дата введения — 2013—07—01

1 Область применения

1.1 Настоящий стандарт устанавливает стандартные рецепты, ингредиенты, режимы смешения и методы испытаний резиновых смесей и вулканизатов, используемые для оценки бутадиеновых каучуков (BR), полученных полимеризацией в растворе.

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

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

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

ГОСТ Р 53228—2008 Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания

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

ГОСТ Р 54549—2011 Каучуки синтетические. Отбор проб

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

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

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

ГОСТ 25336—82 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры

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

Издание официальное

3 Назначение и применение методов испытаний

3.1 Настоящие методы испытаний предназначены в основном для арбитражных целей, но могут быть использованы для контроля качества каучуков. Они также могут быть использованы в исследовательских работах и разработках для сравнения различных образцов каучуков в стандартном рецепте.

3.2 Приведенные в настоящем стандарте методы испытаний могут быть использованы также для оценки каучука покупателем

4 Стандартный рецепт для испытаний

4.1 Стандартный рецепт приведен в таблице 1.

Таблица 1 — Стандартный рецепт

Наименование	Номер SRM/IRM по NIST	Массовая часть
Бутадиеновый каучук (BR)	—	100,00
Оксид цинка	a)	3,00
Сера	a)	1,50
Стеариновая кислота	a)	2,00
Очередная партия промышленного контрольного технического углерода	a)	60,00
TBBS[b)]	a)	0,90
Нефтяное масло типа 103 по АСТМ[c)]	a)	15,00
Всего		182,40
Коэффициент загрузки при смешении на вальцах[d)]		4,00
Коэффициент загрузки при смешении в закрытом резиносмесителе[d), e)]		7,13
Коэффициент загрузки при смешении в закрытом микросмесителе[d), e)]:		
- с головкой кулачкового типа[e)]		0,40
- с головкой типа Бенбери[e)]		0,34

a) Используют очередную партию стандартного ингредиента SRM/IRM.

b) N-трет-бутил-2-бензотиазолсульфенамид.

c) Вязкость равна (16,8 ± 1,2) мм²/с при температуре 100 °С, определена в соответствии с [*1*] и [*2*]. Гравитационно-вязкостная константа равна (0,889 ± 0,002), определена в соответствии с [*3*].

d) При смешении на вальцах и в закрытом резиносмесителе взвешивают каучук, технический углерод и масло с точностью до 1,0 г, серу и ускорители вулканизации — с точностью до 0,02 г, все остальные ингредиенты рецепта — с точностью до 0,1 г.

Для приготовления смеси в закрытом микросмесителе взвешивают каучук и смесь ингредиентов с точностью до 0,01 г. Отдельно вводимые ингредиенты, если их вводят порознь, взвешивают с точностью до 0,001 г.

e) При смешении в закрытом микросмесителе рекомендуется готовить смесь ингредиентов, кроме технического углерода и масла, для большей точности взвешивания материалов. Смешивают пропорциональные массы каждого ингредиента в смесителе для сухих порошков, например в биконическом или V-образном смесителе. Для смешения небольших количеств ингредиентов допускается использовать ступку и пестик.

Допускается использовать отечественные контрольные ингредиенты, аттестованные в качестве стандартных.

При разногласиях используют стандартные ингредиенты SRM/IRM.

5 Отбор и подготовка проб

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

6 Методы смешения

6.1 Применяют четыре метода смешения:

6.1.1 Метод А — Двухстадийное смешение в закрытом резиносмесителе.

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

6.1.3 Метод С — Смешение на вальцах.

6.1.4 Метод D — Смешение в закрытом микросмесителе.

Примечания

1 Смесь может быть приготовлена или на вальцах или в закрытом резиносмесителе, или в закрытом микросмесителе. При разных методах смешения могут быть получены несколько отличающиеся результаты.

2 Так как использование вальцов для бутадиенового каучука растворной полимеризации более сложное, чем для других полимеров, рекомендуется использовать один из методов с применением закрытого резиносмесителя (метод А, В или D). Вальцы (метод испытания С) могут быть использованы, если достигается хорошее распределение технического углерода в смеси.

6.2 Метод А — Двухстадийное смешение в закрытом резиносмесителе (см. таблицы 2 и 3)

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

Таблица 2 — Начальная стадия смешения в закрытом резиносмесителе

Операция смешения	Продолжительность, мин	Общая продолжительность, мин
Устанавливают температуру закрытого смесителя, позволяющую достигнуть условий выгрузки, описанных ниже. Закрывают разгрузочное отверстие, включают ротор при угловой скорости 8,0 рад/с и поднимают затвор	0,0	0,0
Загружают половину каучука, весь оксид цинка, технический углерод, масло, стеариновую кислоту, затем оставшуюся часть каучука. Опускают затвор	0,5	0,5
Перемешивают смесь	3,0	3,5
Поднимают затвор, очищают бункер смесителя и поверхность затвора. Опускают затвор	0,5	4,0
Смешивают до достижения температуры 170 °С или общего времени смешения 6 мин, в зависимости от того, что произойдет раньше. Выгружают смесь. Промежуточное время (мин), не более	2,0	6,0
Проверяют и записывают массу смеси. Если она отличается от теоретического значения более чем на 0,5 %, смесь бракуют	0	6,0
Немедленно пропускают смесь три раза на вальцах при температуре (40 ± 5) °С и зазоре между валками 6,0 мм	1,0	7,0
Выдерживают смесь 1—24 ч	0,0	0,0

Таблица 3 — Завершающая стадия смешения в закрытом резиносмесителе

Операция смешения	Продолжительность, мин	Общая продолжительность, мин
Устанавливают температуру закрытого смесителя (40 ± 5) °С, отключают подачу пара и включают подачу охлаждающей воды к роторам. Включают мотор при скорости 8,0 рад/с и поднимают затвор	0,0	0,0
Заворачивают всю серу и TBBS в половину маточной смеси и загружают в резиносмеситель. Добавляют оставшуюся часть маточной смеси. Опускают затвор	0,5	0,5
Перемешивают до достижения температуры (110 ± 5) °С или общего времени смешения 3 мин, в зависимости от того, что произойдет раньше. Выгружают смесь. Промежуточное время (мин), не более	2,5	3,0
Проверяют и записывают массу смеси. Если она отличается от теоретического значения более чем на 0,5 %, смесь бракуют	0,0	3,0

Окончание таблицы 3

Операция смешения	Продолжительность, мин	Общая продолжительность, мин
Пропускают смесь шесть раз рулоном на вальцах перпендикулярно к поверхности валков при зазоре между валками 0,8 мм и температуре поверхности валков (40±5) °С	2,0	5,0
Устанавливают такой зазор между валками, чтобы получить толщину смеси не менее 6 мм и пропускают смесь через вальцы четыре раза, каждый раз складывая ее вдвое	1,0	6,0

6.2.1.1 Отрезают от смеси образцы, достаточные для определения вязкости смеси и ее способности к переработке в соответствии с *ГОСТ Р 54552* или [*4*] и вулканизационных характеристик в соответствии с [*5*] или *ГОСТ Р 54547*.

6.2.1.2 Для определения упругопрочностных свойств вулканизатов при растяжении смесь листуют до толщины приблизительно 2,2 мм и кондиционируют в соответствии с *ГОСТ Р 54554*.

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

6.3.1 Общие требования к режиму смешения описаны в *ГОСТ Р 54554*.

6.3.2 Начальная стадия смешения

6.3.2.1 Начальную стадию смешения проводят в соответствии с таблицей 2.

6.3.3 Завершающая стадия смешения — по таблице 4.

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

Таблица 4 — Метод В — Завершающая стадия смешения

Операция смешения	Продолжительность, мин	Общая продолжительность, мин
Устанавливают температуру валков (40 ± 5) °С и зазор между ними 1,5 мм и вальцуют на медленном валке маточную смесь, масса которой должна превышать указанную в рецепте в два раза	0,0	0,0
Медленно добавляют требуемое количество серы и ускорителя вулканизации	1,0	1,0
Делают три подреза на $^3/_4$ с каждой стороны	2,0	3,0
Срезают смесь с вальцов, устанавливают зазор между валками 0,8 мм и пропускают смесь через вальцы шесть раз рулоном перпендикулярно поверхности валков	2,0	5,0
Устанавливают такой зазор между валками, чтобы получить толщину смеси не менее 6 мм и пропускают смесь через вальцы четыре раза, каждый раз складывая ее вдвое	1,0	6,0

6.3.3.2 Отрезают от смеси образцы, достаточные для определения вязкости смеси и ее способности к переработке в соответствии с *ГОСТ Р 54552* или [*4*] и вулканизационных характеристик в соответствии с [*5*] или *ГОСТ Р 54547*.

6.3.3.3 Для определения упругопрочностных свойств при растяжении листуют смесь до толщины приблизительно 2,2 мм и кондиционируют в соответствии с *ГОСТ Р 54547*.

6.4 Метод С — Смешение на вальцах

6.4.1 Общие требования к режиму смешения приведены в *ГОСТ Р 54547*.

6.4.1.1 Предварительно в отдельном контейнере смешивают оксид цинка и стеариновую кислоту.

6.4.1.2 Для облегчения введения масла готовят масляно-углеродную пасту (далее — паста) следующим образом. Наливают масло в стакан вместимостью 100 см^3 по *ГОСТ 25336*. Перемешивая масло

шпателем, постепенно добавляют 30 г технического углерода, взвешенного на весах по *ГОСТ Р 53228,* до образования пасты.

6.4.1.3 Регулируют охлаждение вальцов так, чтобы температура во время смешения была (35 ± 5) °С. Устанавливают такой зазор между валками, чтобы при смешении в зазоре поддерживался необходимый запас резиновой смеси.

6.4.2 Операции смешения приведены в таблице 5.

Таблица 5 — Смешение по методу С

Операция смешения	Продолжительность, мин	Общая продолжительность, мин
Вальцуют каучук на переднем валке при зазоре между валками 0,46 мм и температуре поверхности валков (35 ± 5) °С	1,5	1,5
Вводят вдоль валков предварительно смешанные оксид цинка и стеариновую кислоту. Делают два подреза на $^3/_4$ с каждой стороны	2,5	4,0
Равномерно, с постоянной скоростью вводят вдоль валков небольшое количество сухого технического углерода, затем с помощью шпателя наносят на смесь небольшое количество пасты. Повторяют всю эту процедуру, пока вся паста не будет введена в смесь. Небольшим куском смеси собирают пасту, оставшуюся в емкости. Продолжают медленно добавлять сухой технический углерод, пока не войдет его половина. Увеличивают зазор между валками до 0,6 мм и продолжают добавлять небольшими порциями оставшийся технический углерод. Собирают технический углерод с поддона и вводят в смесь	10,0	14,0
Делают три подреза на $^3/_4$ с каждой стороны	1,5	15,5
Добавляют TBBS и вальцуют смесь до исчезновения белых пятен. Затем медленно и равномерно добавляют серу	2,0	17,5
Делают шесть последовательных подрезов на $^3/_4$ с каждой стороны	2,0	19,5
Срезают смесь с вальцов. Устанавливают зазор между валками 0,8 мм и шесть раз пропускают смесь рулоном перпендикулярно поверхности валков	2,0	21,5

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

6.4.2.2 Отрезают от смеси образцы, достаточные для определения вязкости смеси и ее способности к переработке в соответствии с *ГОСТ Р 54552* или [*4*] и вулканизационных характеристик в соответствии с [*5*] или *ГОСТ Р 54547.*

6.4.2.3 Для определения упругопрочностных свойств при растяжении листуют смесь до толщины приблизительно 2,2 мм и кондиционируют в соответствии с *ГОСТ Р 54554.*

6.5 Метод D — Смешение в закрытом микросмесителе

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

6.5.2 В процессе смешения поддерживают температуру головки закрытого микросмесителя (60 ± 3) °С и угловую скорость ротора 6,3—6,6 рад/с.

6.5.3 Готовят каучук к смешению, пропуская его на вальцах один раз при температуре (40 ± 5) °С и зазоре, обеспечивающем получение пластины толщиной приблизительно 5 мм. Разрезают полученный лист на полоски шириной приблизительно 25 мм. Проводят смешение в соответствии с таблицей 6.

Таблица 6 — Смешение в закрытом микросмесителе

Операция смешения	Продолжительность, мин	Общая продолжительность, мин
Загружают полоски каучука в смесительную камеру, опускают затвор и включают таймер	0,0	0,0

Окончание таблицы 6

Операция смешения	Продолжительность, мин	Общая продолжительность, мин
Перемешивают	0,5	0,5
Поднимают затвор и аккуратно, избегая потерь, добавляют оксид цинка, серу, стеариновую кислоту и TBBS, перемешанные ранее	1,0	1,5
Поочередно добавляют порции технического углерода и масла, чистят горловину и опускают затвор	1,0	2,5
Перемешивают, при необходимости поднимая на мгновение затвор для добавления просыпавшихся ингредиентов	6,5	9,0

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

6.5.3.2 Выгруженную из микросмесителя смесь немедленно дважды пропускают на вальцах при температуре валков (40 ± 5) °С и зазоре между валками 0,5 мм, затем два раза при зазоре 3 мм для отвода тепла. Для повышения диспергирования пропускают смесь на вальцах шесть раз рулоном перпендикулярно поверхности валков при зазоре между валками 0,8 мм.

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

6.5.3.4 Отрезают от смеси образцы для определения вязкости смеси и ее способности к переработке в соответствии с *ГОСТ Р 54552* или [*4*] и вулканизационных характеристик в соответствии с [*5*] или *ГОСТ Р 54547*.

6.5.3.5 Для определения упругопрочностных свойств при растяжении смесь листуют до толщины приблизительно 2,2 мм и кондиционируют в соответствии с *ГОСТ Р 54554*.

7 Подготовка и испытание вулканизатов

7.1 Для определения упругопрочностных свойств при растяжении готовят и вулканизуют пластины для испытания в соответствии с *ГОСТ Р 54554*.

7.1.1 Рекомендованное стандартное время вулканизации для смесей, приготовленных по методам А, В и С, составляет 25, 35 и 50 мин при температуре 145 °С. Рекомендованное стандартное время вулканизации для смеси, приготовленной в закрытом микросмесителе, составляет 35 мин при температуре 145 °С.

7.1.2 Кондиционируют вулканизованные пластины 16—96 ч при температуре (23 ± 2) °С.

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

7.1.3 Готовят образцы для испытаний и определяют упругопрочностные свойства при растяжении в соответствии с *ГОСТ Р 54553*.

7.2 Вместо определения упругопрочностных свойств вулканизатов при растяжении можно определять вулканизационные характеристики в соответствии с методами испытаний по [*5*] или *ГОСТ Р 54547*. Эти методы дают несопоставимые результаты.

7.2.1 Рекомендуемые условия испытаний по [*4*] следующие: частота колебаний — 1,67 Гц, амплитуда колебаний — 1°, температура полуформ — 160 °С, время испытания — 30 мин, без предварительного нагревания. Рекомендуемые условия испытаний по *ГОСТ Р 54553:* частота колебаний — 1,67 Гц, амплитуда колебаний — 0,5°, температура полуформ — 160 °С, время испытания — 30 мин, без предварительного нагревания. Допуски на условия испытания определяются методами испытаний.

7.2.2 Рекомендуемые стандартные параметры испытания — M_L, M_H, t_s1, $t'50$ и $t'90$.

Примечание — Рекомендуется определять M_H, если это применимо, в качестве величины крутящего момента через 30 мин.

8 Прецизионность и систематическая погрешность

8.1 Настоящий раздел был подготовлен в соответствии с [6]. Термины и другие детали статистического расчета приведены в [6].

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

8.2 Сведения, представленные в настоящем разделе, дают оценку прецизионности методов испытания каучуков, использованных в конкретной программе межлабораторных испытаний, описанной 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 соответствующих методов.

8.3 Оценивалась прецизионность типа 2 (межлабораторная) класса III с использованием реометра с колеблющимся ротором. Повторяемость и воспроизводимость являются краткосрочными. Испытания проводили в два разных дня с интервалом несколько дней. Принимали участие четыре лаборатории, было испытано пять каучуков. Таким образом, $p = 4$, $q = 5$, $n = 2$. За результат испытания принимали результат одного определения.

8.4 Используемыми каучуками были однородные пробы различных полибутадиенов. Смеси были приготовлены в каждом из резиносмесителей с головкой типа Бенбери по методу А в каждый из дней. Параметры испытания приведены в 7.2.

8.5 Результаты расчетов повторяемости и воспроизводимости приведены в таблице 7, также приведены интервалы средних значений для каждого измеренного свойства материала. Средние значения были усреднены, в то время как стандартные отклонения (s, S) были усреднены в пределах групп.

Таблица 7 — Прецизионность типа 2[a] для показателей вулканизации, определяемых на реометре с колеблющимся ротором

Показатель	Интервал средних значений	Внутрилабораторная повторяемость			Межлабораторная воспроизводимость		
		S_r	r	(r)	S_R	R	(R)
M_L, дН · м	8,0—10,3	0,33	0,93	10,4	1,14	3,24	36,3
M_H, дН · м	35,2—29,3	1,37	3,89	10,4	3,72	10,50	28,3
t_s1, мин	4,4—5,9	0,11	0,31	5,9	0,81	2,30	44,6
t' 50, мин	9,6—10,6	0,35	1,00	9,8	0,91	2,57	25,3
t' 90, мин	13,7—15,5	0,35	0,98	6,8	1,44	4,08	28,2

[a] Краткосрочная прецизионность с $p = 4$, $q = 5$, $n = 2$.

Примечание — Использованы следующие обозначения:
S_r — стандартное отклонение повторяемости, в единицах измерения;
r — повторяемость (*предел повторяемости*), в единицах измерения;
(r) — повторяемость (*предел повторяемости*), в % отн.;
S_R — стандартное отклонение воспроизводимости;
R — воспроизводимость (*предел воспроизводимости*), в единицах измерения;
(R) — воспроизводимость (*предел воспроизводимости*), в % отн.
Выбросы не были включены в состав представленных данных в соответствии с [6].

8.6 Относительная прецизионность данных испытаний была выражена следующим образом.

8.6.1 Повторяемость (*внутрилабораторная*) (r) настоящих методов испытаний была выражена в виде соответствующих значений, приведенных в таблице 7. Два единичных результата испытания, расхождение между которыми превышает значение r, указанное в таблице 6, выраженное в процентах от их среднего уровня, должны рассматриваться как сомнительные, т. е. относящиеся к различным или неидентичным наборам проб. В таком случае должны быть приняты соответствующие корректирующие действия.

8.6.2 Воспроизводимость (*межлабораторная*) (R) методов испытаний была установлена в виде соответствующих значений, приведенных в таблице 7. Два единичных результата испытаний, получен-

ные при нормальном выполнении процедур метода испытания, расхождение между которыми превышает значение *R*, указанное в таблице 7, выраженное в процентах от их среднего значения, должны рассматриваться как сомнительные, т. е. относящиеся к различным или неидентичным наборам проб.

8.7 Систематическая погрешность

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

Приложение ДА
(справочное)

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

Таблица ДА.1

Обозначение ссылочного национального стандарта	Степень соответствия	Обозначение и наименование ссылочного международного стандарта или стандарта АСТМ
ГОСТ Р ИСО 5725-1—2002	IDT	ИСО 5725-1:1994 «Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 1. Основные положения и определения»
ГОСТ Р 53228—2008	MOD	МР 76 (1):2006 «Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания»
ГОСТ Р 54547—2011	IDT	АСТМ Д 5289—2007а «Стандартный метод испытания каучука. Вулканизация с использованием реометров без ротора»
ГОСТ Р 54549—2011	MOD	АСТМ Д 3896—2007 «Стандартная методика для синтетических каучуков. Отбор проб»
ГОСТ Р 54552—2011	MOD	АСТМ Д 1646—2007 «Стандартные методы испытаний резины. Оценка вязкости, релаксации внутренних напряжений и характеристик предварительной вулканизации (вискозиметром Муни)»
ГОСТ Р 54553—2011	MOD	АСТМ Д 412—2006а «Стандартные методы испытания резин и термопластичных эластомеров. Растяжение»
ГОСТ Р 54554—2011	MOD	АСТМ Д 3182—2007 «Стандартные методы испытаний резин. Материалы, оборудование и методики смешения стандартных смесей и приготовления стандартных вулканизованных пластин»
ГОСТ 25336—82	MOD	ИСО 1773:1976 «Посуда лабораторная стеклянная. Перегонные колбы (узкогорлые)»
	MOD	ИСО 3819:1985 «Посуда лабораторная стеклянная. Стаканы»
	MOD	ИСО 4797:1981 «Посуда лабораторная стеклянная. Колбы с коническими пришлифованными соединениями»

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

Библиография

[1] АСТМ Д 88—2007 *Определение вязкости по Сейболту*
(ASTM D 88—2007 *Standard test method for saybolt viscosity)*

[2] АСТМ Д 2161—2010 *Методика перевода кинематической вязкости в универсальную вязкость Сейболта или вязкость Сейболта-Фурола*
(ASTM D 2161—2010 *Practice for conversion of kinematic viscosity to Saybolt universal viscosity or to Saybolt Furol viscosity)*

[3] АСТМ Д 2501—2005 *Метод расчета гравитационно-вязкостной постоянной (ГВП) нефтяных масел*
(ASTM D 2501—2005 *Test method for calculation of viscosity-gravity constant (VGC) of petroleum oils)*

[4] АСТМ Д 6204—2007 *Определение свойств невулканизованных резин с использованием безроторного сдвигового реометра*
(ASTM D 6204—2007 *Test method for rubber — Measurement of unvulcanized rheological properties using rotorless shear rheometers)*

[5] АСТМ Д 2084—2007 *Каучуки. Определение вулканизационных характеристик с помощью реометра с колеблющимся диском*
(ASTM D 2084—2007 *Standard test method for rubber property-vulcanization using oscillating disk cure meter)*

[6] АСТМ Д 4483—2005 *Оценка точности методов испытаний на предприятиях — изготовителях резин и технического углерода*
(ASTM D 4483:2005 *Standard practice for evaluating precision for test method standards in the rubber and carbon black manufacturing industries)*

УДК 678.4:543.06:006.354 ОКС 83.040.10 Л69

Ключевые слова: бутадиеновые каучуки растворной полимеризации, приготовление и испытание резиновых смесей

Редактор *П.М. Смирнов*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *Ю.М. Прокофьева*
Компьютерная верстка *В.И. Грищенко*

Сдано в набор 05.02.2013. Подписано в печать 01.03.2013. Формат 60x84 1/8. Гарнитура Ариал. Усл. печ. л. 1,86.
Уч.-изд. л. 1,20. Тираж 111 экз. Зак. 239.

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

gost.e-ecolog.ru