ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р 54555— 2011

КАУЧУКИ БУТАДИЕН-СТИРОЛЬНЫЕ (SBR)

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. № 639-ст

4 Настоящий стандарт является модифицированным по отношению к стандарту АСТМ Д 3185—06 «Стандартные методы испытаний каучука. Оценка SBR (стирол-бутадиенового каучука), включая смеси с маслом» (ASTM D 3185—06 «Standard test methods for rubber — Evaluation of SBR (styrene-butadiene rubber) including mixtures with oil»). При этом дополнительные слова, фразы, ссылки, примечания, включенные в текст стандарта для учета потребностей национальной экономики Российской Федерации и особенностей российской национальной стандартизации, выделены 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 Сущность методов 2
4 Назначение и применение методов испытаний 2
5 Стандартные рецепты 2
6 Отбор и подготовка проб 4
7 Методы смешения 4
8 Проведение испытания 7
9 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 10
Библиография 11

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

КАУЧУКИ БУТАДИЕН-СТИРОЛЬНЫЕ (SBR)

Приготовление и испытание резиновых смесей

Styrene-butadiene rubbers (SBR). 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, используемых для оценки бутадиен-стирольного (SBR) и бутадиенового (EBR) каучуков эмульсионной полимеризации. Стандарт распространяется также на маслонаполненные эмульсионные бутадиеновый и бутадиен-стирольный каучуки, а также на частично подшитые каучуки и каучуки с высокой вязкостью по Муни.

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

1.3 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 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 ИСО 1795—96 Каучук натуральный и синтетический. Отбор проб и дальнейшие подготовительные процедуры

ГОСТ 12535—84 Смеси резиновые. Метод определения вулканизационных характеристик на вулкаметре

ГОСТ 27109—86 Каучуки синтетические. Методы отбора и подготовки проб

Издание официальное

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.

3 Сущность методов

3.1 Настоящий стандарт устанавливает требования к стандартным рецептам, 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 закрытом микросмесителе.

3.1.2 Наполненные маслом — смешение на вальцах и в закрытом микросмесителе.

3.2 Результаты смешения на вальцах и в закрытом микросмесителе несопоставимы.

4 Назначение и применение методов испытаний

4.1 Настоящие методы испытаний предназначены, главным образом, для арбитражных целей, но могут быть также использованы для контроля качества при производстве синтетических каучуков. Кроме того, их можно использовать в научных исследованиях и разработках, а также для сравнения различных образцов каучука в стандартном рецепте.

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

5 Стандартные рецепты

5.1 Стандартные рецепты для каучуков, не наполненных маслом, приведены в таблице 1.

Таблица 1 — Стандартные рецепты для каучуков, не наполненных маслом

Наименование	Номер SRM/IRM по NIST	Массовая часть для рецепта	
		1A	2A
Каучук SBR или маточная смесь	—	100,00	100,00
Оксид цинка	[a]	3,0	3,0
Сера	[a]	1,75	1,75
Стеариновая кислота	[a]	1,00	1,00
Печной технический углерод из нефтяного сырья[b]	[a]	50,00	35,00
TBBS[c]	[a]	1,00	1,00
Всего:		156,75	141,75
Коэффициент загрузки при смешении на вальцах[d]		3,0	3,3
Коэффициент загрузки при смешении в закрытом микросмесителе[e]: - с головкой кулачкового типа[d] - с головкой типа Бенбери		 0,47 0,41	 0,49 0,46

[a] Используют очередные партии стандартного ингредиента SRM/IRM.

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

[c] N-трет-бутил-2-бензотиазолсульфенамид.

Окончание таблицы 1

[d] 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.

[e] При изготовлении смесей в закрытом микросмесителе 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.

Допускается использовать отечественные контрольные ингредиенты, аттестованные в качестве стандартных.

При разногласиях используют стандартные ингредиенты SRM/IRM.

5.1.1 При смешении в закрытом микросмесителе для повышения точности взвешивания ингредиентов рекомендуется смешивать все ингредиенты, кроме технического углерода. Смесь ингредиентов получают смешением пропорциональных масс 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 Рецепт 1А применяют для каучуков общего назначения, не наполненных техническим углеродом и маслом. Этот рецепт приведен в [*1*] для оценки каучуков общего назначения, не наполненных техническим углеродом и маслом. Рецепт 2А применяют для частично подшитых каучуков и каучуков с высокими значениями вязкости по Муни (более 90 ML1+4 при температуре 100 °С), например SBR 1009, 1018, 1012.

5.2 Стандартные рецепты для каучуков, наполненных маслом, приведены в таблице 2.

Таблица 2 — Стандартные рецепты для каучуков, наполненных маслом

Наименование	Номер SRM/IRM	Массовая часть для рецепта					
		1В	2В	3В	4В	5В	6В
Маслонаполненный каучук		125,00	137,50	150,00	162,50	175,00	100 + Y[a]
Содержание масла в каучуке		25	37,50	50	62,50	75	Стандартное
Оксид цинка	[b]	3,00	3,00	3,00	3,00	3,00	3,00
Сера	[b]	1,75	1,75	1,75	1,75	1,75	1,75
Стеариновая кислота	[b]	1,00	1,00	1,00	1,00	1,00	1,00
Печной технический углерод из нефтяного сырья[c]	[b]	62,50	68,75	75,00	81,25	87,50	50(100 + Y)0,01
TBBS[d]	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[e]		2,4	2,2	2,0	1,9	1,7	
Коэффициент загрузки при смешении в закрытом микросмесителе: - с головкой кулачкового типа - с головкой типа Бенбери[f]		 0,37 0,328	 0,34 0,298	 0,31 0,273	 0,29 0,252	 0,27 0,234	

[a] Y — массовая часть масла на 100 частей каучука в маточной смеси.

[b] Используют очередную партию стандартного ингредиента SRM/IRM.

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

[d] N-трет-бутил-2-бензотиазолсульфенамид.

[e] При изготовлении 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.

[f] При изготовлении смесей в закрытом микросмесителе 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.

Окончание таблицы 2

Допускается использовать отечественные контрольные ингредиенты, аттестованные в качестве стандартных. *При разногласиях используют стандартные ингредиенты SRM/IRM.*

5.2.1 Рецепты 1В—6В применяют для не содержащих технического углерода маслонаполненных каучуков общего назначения в соответствии с содержанием масла в каучуке. Рецепт 1А может быть использован в качестве альтернативы рецептам 1В—6В. В [*1*] приведен рецепт 1А для оценки маслонаполненных не содержащих технического углерода бутадиен-стирольных каучуков общего назначения.

5.2.2 При смешении в закрытом микросмесителе рекомендуется для большей точности приготовления смеси смешивать все ингредиенты, кроме технического углерода, в процессе взвешивания. Смесь ингредиентов получают смешением пропорциональных масс каждого ингредиента в смесителе биконического типа для приготовления сухих порошков или в V-образном смесителе. Для смешения небольших количеств можно использовать ступку и пестик.

6 Отбор и подготовка проб

Отбор и подготовка проб — в соответствии с *ГОСТ Р 54549*.
Допускается проводить отбор и подготовку проб по ГОСТ 27109 или ГОСТ ИСО 1795.
При разногласиях используют ГОСТ Р 54549.

7 Методы смешения

7.1 Применяют три метода смешения:
7.1.1 Метод А — Смешение на вальцах (7.2).
7.1.2 Метод В — Смешение в закрытом микросмесителе (7.3).
7.1.3 Метод С — Смешение в закрытом резиносмесителе (7.4).

Примечание — Указанные методы смешения могут давать несопоставимые результаты.

7.2 Метод А — Смешение на вальцах

7.2.1 Общие требования по процедурам смешения приведены в *ГОСТ Р 54554*.

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 механопластикацию каучука вследствие вальцевания.

7.2.3 Режим смешения приведен в таблице 3.

Таблица 3 — Режим смешения при приготовлении смеси на вальцах

Операция смешения	Продолжительность, мин	Общее время, 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
Вводят серу	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
Вводят 50 % технического углерода. 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

Окончание таблицы 3

Операция смешения	Продолжительность, мин	Общее время, мин
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
Примечания 1 Ингредиенты вводят в смесь с постоянной скоростью по всей длине валка. 2 Смесь не подрезают, если на поверхности валков или в запасе имеются ингредиенты, не вошедшие в смесь. 3 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 Отрезают образцы от смеси для определения вязкости и способности к переработке в соответствии с методами испытания по *ГОСТ Р 54552* и [2], а также вулканизационных характеристик в соответствии с методами испытания по [3] и *ГОСТ Р 54547.*

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

7.3 Метод В — Смешение в закрытом микросмесителе

7.3.1 Общие требования к процедуре смешения приведены в *ГОСТ Р 54554.*

Смесь готовят при температуре головки 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 через вальцы при температуре поверхности валков (50 ± 5) °С и зазоре между валками 0,5 мм. При необходимости разрезают полученный лист на полосы шириной около 25 мм.

7.3.3 Режим смешения в закрытом микросмесителе приведен в таблице 4.

Таблица 4 — Смешение в закрытом микросмесителе

Операция смешения	Продолжительность, мин	Общее время, мин
Загружают в смесительную камеру полоски каучука, опускают затвор и включают таймер	0,0	0,0
Перемешивают	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
Перемешивают	7,0	9,0

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 Смесь из смесителя сразу же пропускают сначала дважды на вальцах при температуре (50 ± 5) °С и зазоре между валками 0,5 мм, а затем дважды при зазоре, равном 3 мм, для отвода тепла. 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 Отрезают от смеси образцы для определения вязкости, способности смеси к переработке в соответствии с *ГОСТ Р 54552* или [2] и вулканизационных характеристик в соответствии с [3] или *ГОСТ Р 54547*.

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

7.4 Метод С — Смешение в закрытом резиносмесителе

7.4.1 Общие требования к процедуре смешения приведены в *ГОСТ Р 54554*.

7.4.2 Начальная стадия смешения приведена в таблице 5.

Таблица 5 — Начальная стадия смешения в закрытом резиносмесителе

Операция смешения	Продолжительность, мин	Общее время, мин
Регулируют температуру закрытого резиносмесителя для достижения условий выгрузки смеси, приведенных ниже. Закрывают разгрузочное отверстие, включают ротор 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 закрытом резиносмесителе приведена в таблице 6.

Таблица 6 — Завершающая стадия смешения в закрытом резиносмесителе

Операция смешения	Продолжительность, мин	Общее время, мин
Снижают температуру закрытого резиносмесителя до (40 ± 5) °С отключением пара и подачей охлаждающей воды на роторы. 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 закрытый резиносмеситель. Добавляют оставшуюся часть смеси. Опускают затвор	5,0	5,0
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 она отличается от теоретического значения более чем на 0,5 %, смесь бракуют.

7.4.3.2 Отрезают образцы для определения вязкости и способности смеси к ее переработке в соответствии с *ГОСТ Р 54552* или [*2*] и вулканизационных характеристик в соответствии с [*3*] или *ГОСТ Р 54547*.

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 Р 54554*.

8 Проведение испытания

8.1 Для определения упругопрочностных свойств готовят вулканизованные пластины в соответствии с *ГОСТ Р 54554*.

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

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

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

8.1.3 Готовят образцы для испытания и определяют упругопрочностные свойства вулканизатов при растяжении в соответствии с *ГОСТ Р 54553*.

8.2 Вместо определения вулканизационных характеристик путем измерения упругопрочностных свойств вулканизатов при растяжении можно определять вулканизационные характеристики резиновой смеси в соответствии с методами испытаний по [*3*] или *ГОСТ Р 54547*. Эти методы дают несопоставимые результаты.

8.2.1 Рекомендуемыми условиями испытания по [*3*] являются:

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

Измеряют показатели согласно ГОСТ 12535 при следующих условиях испытаний:

- *частота колебаний — (1,7 ± 0,1) Гц;*
- *амплитуда колебаний — (1,00 ± 0,02)°;*
- *чувствительность должна обеспечивать не менее 75 % полного смещения;*
- *температура полуформ — (160,0 ± 0,1) °С;*
- *время предварительного прогрева — не прогревают, если применяют малый ротор; 1 мин, если применяют большой ротор.*

Рекомендуемыми условиями испытания по *ГОСТ Р 54547* являются:

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

Отклонения условий испытания от заданных определяются методами испытания.

8.2.2 Рекомендуемые стандартные параметры испытания: M_L, M_H, t_s1, $t'50$, $t'90$.

9 Прецизионность и систематическая погрешность

9.1 Настоящий раздел подготовлен в соответствии с [*4*]. Термины и другие пояснения по испытаниям и статистике приведены в [*4*].

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

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 данного метода.

9.2 Прецизионность типа 2 была определена по результатам межлабораторных испытаний каучуков типов 1712 и 1502. Семь лабораторий готовили смеси в закрытом микросмесителе и проводили испытание каждого каучука в течение двух дней.

9.3 В таблице 7 приведены основные данные по прецизионности, полученные в ходе программы межлабораторных испытаний. Испытание с использованием реометра проводили в соответствии с [*3*]. В соответствии с терминами, приведенными в [*4*], прецизионность типа 2 включает в себя в качестве компонентов испытаний, приводящих к рассеянию результатов, операции приготовления и вулканизации резиновых смесей в каждой лаборатории.

9.4 Результат испытания на реометре (метод испытания по [*3*]) представлен одним определением.

9.5 Результат определения упругопрочностных свойств при растяжении по *ГОСТ Р 54553* представлен медианой из результатов испытаний трех образцов в форме двусторонней лопатки.

9.6 Результат определения вязкости с использованием вискозиметра по *ГОСТ Р 54552* представлен одним определением.

9.7 Прецизионность данных методов испытания может быть выражена с использованием соответствующего значения *r*, *R*, (*r*) или (*R*), т. е. того значения, которое должно использоваться 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

Параметр	Единица измерения	Диапазон значений	Внутрилабораторная повторяемость, стандартное отклонение повторяемости			Межлабораторная воспроизводимость, стандартное отклонение воспроизводимости		
			S_r	$(r)^{a)}$	r	S_R	R	$(R)^{a)}$
Испытания по [*3*] (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
Испытания по *ГОСТ Р 54553* (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	%	504—599	16,2	45,8	8,3	67,7	191,0	34,7
Испытания по *ГОСТ Р 54552*								
Вязкость по Муни ML1+4 при 100 °С		63,8—70,3	1,51	4,27	6,4	6,61	18,7	27,9

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

Примечание — Использованы следующие обозначения:
S_r — стандартное отклонение повторяемости;
r — повторяемость (*предел повторяемости*) в единицах измерения;
(*r*) — повторяемость, %;
S_R — стандартное отклонение воспроизводимости;
R — воспроизводимость (*предел воспроизводимости*), в единицах измерения;
(*R*) — воспроизводимость (*предел воспроизводимости*), %.

9.8 Повторяемость

Повторяемость (*внутрилабораторная*) *r* настоящих методов испытания была установлена в виде соответствующего значения, приведенного в таблице 7. Два отдельных результата испытания, полученные с использованием обычных процедур проведения испытания, разность между которыми превышает значение *r*, приведенное в таблице 7 (для любого данного уровня), должны рассматриваться как относящиеся к различным или неидентичным наборам проб.

9.9 Воспроизводимость

Воспроизводимость (*межлабораторная*) *R* настоящих методов испытания была установлена в виде соответствующего значения, приведенного в таблице 7. Два отдельных результата испытания, полученные в двух разных лабораториях, с использованием обычных процедур проведения испытания, разность между которыми превышает значение *R*, приведенное в таблице 7 (для любого данного уровня), должны рассматриваться 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 выражается в виде процента от среднего арифметического значения двух результатов испытания.

9.11 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 эталонных значений не существует, так как значения рассматриваемых параметров определяют только с использованием приведенных методов. Следовательно, 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 54547—2011	MOD	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 ИСО 1795—96	IDT	ИСО 1795:1992 «Каучук натуральный и синтетический. Отбор проб и дальнейшие подготовительные процедуры»
ГОСТ 12535—84	—	—
ГОСТ 27109—86	—	—

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

Библиография

[1]	*ИСО 2322:1996*	*Бутадиен-стирольный каучук эмульсионной полимеризации общего назначения. Стандартная рецептура, оценка вулканизационных характеристик*
	(ISO 2322:1996	*Rubber, styrene-butadiene (SBR) — Emulsion-polymerized general-purpose type — Test recipe and evaluation of vulcanization characteristics)*
[2]	*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)*
[3]	*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)*
[4]	*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 83.080 Л69 ОКСТУ 2209

Ключевые слова: бутадиен-стирольный каучук, бутадиеновый каучук, приготовление и испытание резиновых смесей

Редактор *П.М. Смирнов*
Технический редактор *Н.С. Гришанова*
Корректор *В.Е. Нестерова*
Компьютерная верстка *В.И. Грищенко*

Сдано в набор 11.02.2013. Подписано в печать 01.03.2013. Формат 60x84 1/8. Гарнитура Ариал. Усл. печ. л. 1,86. Уч.-изд. л. 1,30. Тираж 111 экз. Зак. 242.

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.

ОКС 83.080

Изменение № 1 ГОСТ Р 54555—2011 Каучуки бутадиен-стирольные (SBR). Приготовление и испытание резиновых смесей

Утверждено и введено в действие Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 29.08.2019 № 551-ст

Дата введения — 2019—09—01

По всему тексту. Заменить библиографические ссылки: [*2*] на [*1*], [*3*] на [*2*], [*4*] на [*3*].

Предисловие. Пункт 4. Заменить ссылки: АСТМ Д 3185—06 на АСТМ Д 3185—06 (2016); ASTM D 3185—06 на ASTM D 3185—06 (2016);

последний абзац. Заменить слова: «национальных стандартов международным стандартам и стандартам АСТМ,» на «национальных и межгосударственных стандартов стандартам,».

Содержание. Наименование раздела 5 изложить в новой редакции:

«5 Стандартные рецептуры»;

наименование приложения ДА. Заменить слова: «национальных стандартов международным стандартам и стандартам АСТМ,» на «национальных и межгосударственных стандартов стандартам,».

Пункт 1.1. Заменить слова: «рецепты» на «рецептуры», «подшитые» на «сшитые».

Раздел 2 изложить в новой редакции:

«2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ ИСО 1795 Каучук натуральный и синтетический. Отбор проб и дальнейшие подготовительные процедуры

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

ГОСТ 12535 Смеси резиновые. Метод определения вулканизационных характеристик на вулкаметре

ГОСТ 27109 Каучуки синтетические. Методы отбора и подготовки проб

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

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

ГОСТ Р 54549 Каучуки синтетические. Отбор проб

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

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

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

Примечание — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет или по ежегодному информационному указателю «Национальные стандарты», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по выпускам ежемесячного информационного указателя «Национальные стандарты» за текущий год. Если заменен ссылочный стандарт, на который дана недатированная ссылка, то рекомендуется использовать действующую версию этого стандарта с учетом всех внесенных в данную версию изменений. Если заменен ссылочный стандарт, на который дана датированная ссылка, то рекомендуется использовать версию этого стандарта с указанным выше годом утверждения (принятия). Если после утверждения настоящего стандарта в ссылочный стандарт, на который дана датированная ссылка, внесено изменение, затрагивающее положение, на которое дана ссылка, то это положение рекомендуется применять без учета данного изменения. Если ссылочный стандарт отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, рекомендуется применять в части, не затрагивающей эту ссылку».

Пункт 3.1. Заменить слово: «рецептам» на «рецептурам».

Пункт 4.1. Заменить слова: «арбитражных целей» на «оценки качества», «стандартном рецепте» на «стандартной рецептуре».

Раздел 5. Наименование. Заменить слово: «**рецепты**» на «**рецептуры**».

Пункт 5.1. Заменить слово: «рецепты» на «рецептуры»;

таблица 1. Наименование. Заменить слово: «рецепты» на «рецептуры»;

головка таблицы 1. Заменить слово: «рецепта» на «рецептуры».

Пункт 5.1.1. Заменить слово: «смешивать» на «предварительно смешать».

Пункт 5.1.2 изложить в новой редакции:

«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, 1012».

Пункт 5.2. Заменить слово: «рецепты» на «рецептуры»;

таблица 2. Наименование. Заменить слово: «рецепты» на «рецептуры»; головка таблицы 2. Заменить слово: «рецепта» на «рецептуры».

Пункт 5.2.1 изложить в новой редакции:

«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».

Пункт 5.2.2. Заменить слова: «При смешении в закрытом микросмесителе рекомендуется для большей точности приготовления смеси смешивать все ингредиенты, кроме технического углерода, в процессе взвешивания» на «При смешении в закрытом микросмесителе для повышения точности взвешивания ингредиентов рекомендуется предварительно смешать все ингредиенты, кроме технического углерода».

Пункт 7.2.3. Таблица 3. Вторая строка. Заменить слова: «Вводят серу» на «Медленно вводят серу, равномерно по всей длине валков»; четвертая строка. Заменить слова: «Вводят 50 % технического углерода» на «Вводят примерно половину технического углерода, равномерно по всей длине валков с постоянной скоростью»;

примечания изложить в новой редакции:

«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».

Подпункт 7.2.3.2. Заменить слова: «Отрезают образцы от смеси» на «При необходимости отбирают от смеси образцы».

Пункт 7.3.3. Таблица 4. Вторая строка. Заменить слово: «Перемешивают» на «Пластицируют каучук»; четвертая строка. Заменить слово: «Перемешивают» на «Проводят смешение».

Подпункт 7.3.3.4. Заменить слова: «Отрезают от смеси образцы» на «При необходимости отбирают от смеси образцы».

Подпункт 7.4.3.2. Заменить слова: «Отрезают образцы» на «При необходимости отбирают от смеси образцы».

Пункт 8.1.2. Примечание. Заменить слова: «В производственных условиях» на «В производственных условиях для контроля качества».

Пункт 8.2.1. Последний абзац. Заменить слово: «Отклонения» на «Допустимые отклонения».

Пункт 8.2.2. Заменить обозначение: t_s1 на t_{s1}.

Пункт 9.7. Головка таблицы 7. Заменить слова: «Внутрилабораторная повторяемость, стандартное отклонение повторяемости» на «Внутрилабораторная прецизионность», «Межлабораторная воспроизводимость, стандартное отклонение воспроизводимости» на «Межлабораторная прецизионность»;

таблица 7. Графа «Параметр». Заменить обозначение: t_s1 на t_{s1}.

Пункт 9.8. Заменить слово: «*внутрилабораторная*» на «*внутрилабораторная прецизионность*».

Пункт 9.9. Заменить слово: «*межлабораторная*» на «*межлабораторная прецизионность*».

Приложение ДА. Наименование. Заменить слова: «**национальных стандартов международным стандартам и стандартам АСТМ,**» на «**национальных и межгосударственных стандартов стандартам,**»;

таблицу ДА.1 изложить в новой редакции:

«Таблица ДА.1

Обозначение ссылочного национального, межгосударственного стандарта	Степень соответствия	Обозначение и наименование ссылочного стандарта
ГОСТ ISO 2322—2018	IDT	ISO 2322 «Бутадиен-стирольный каучук (SBR). Типы эмульсионной и растворной полимеризации. Процедуры оценки»
ГОСТ Р 54547—2011	MOD	ASTM D 5289 «Стандартный метод определения свойства резины. Вулканизация с использованием безроторных реометров»
ГОСТ Р 54549—2011	MOD	ASTM D 3896 «Стандартная практика для синтетических каучуков. Отбор проб»
ГОСТ Р 54552—2011	MOD	ASTM D 1646 «Стандартные методы испытаний резины. Вязкость, релаксация напряжений и характеристики предварительной вулканизации (вискозиметр Муни)»
ГОСТ Р 54553—2011	MOD	ASTM D 412 «Стандартные методы испытания резины и термопластичных эластомеров. Растяжение»
ГОСТ Р 54554—2011	MOD	ASTM D 3182 «Стандартная практика для резины. Материалы, оборудование и процедуры смешения стандартных смесей и приготовления стандартных вулканизованных пластин»
Примечание — В настоящей таблице использованы следующие условные обозначения степени соответствия стандартов: - IDT — идентичные стандарты; - MOD — модифицированные стандарты.		

».

Библиографию изложить в новой редакции:

«*Библиография*

[1] АСТМ Д 6204—2007 Стандартный метод испытания резины. Измерение реологических свойств невулканизованной резины с использованием безроторных сдвиговых реометров

(ASTM D 6204—2007 Standard test method for rubber — Measurement of unvulcanized rheological properties using rotorless shear rheometers)

[2] АСТМ Д 2084—2007 Стандартный метод определения свойства резины. Вулканизация с использованием реометра с колеблющимся диском

(ASTM D 2084—2007 Standard test method for rubber property — Vulcanization using oscillating disk cure meter)

[3] АСТМ Д 4483—2005 Стандартная практика по оценке прецизионности для стандартов на методы испытаний для резиновой промышленности и производства технического углерода

(ASTM D 4483—2005 Standard practice for evaluating precision for test method standards in the rubber and carbon black manufacturing industries)».

(ИУС № 11 2019 г.)

gost.e-ecolog.ru