
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

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 ASTM D 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 ASTM, 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

© Стандартиформ. 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 ASTM, использованным в качестве ссылочных в примененном стандарте	10
<i>Библиография</i>	11

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 маслonaполненные 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 маслonaполненных 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 вулканометре

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

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.

Т а б л и ц а 1 — Стандартные рецепты для каучуков, не наполненных маслом

Наименование	Номер SRM/IRM по NIST	Массовая часть для рецепта	
		1А	2А
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 ^{a)}		0,47	0,49
- с головкой типа Бенбери		0,41	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.

Т а б л и ц а 2 — Стандартные рецепты для каучуков, наполненных маслом

Наименование	Номер SRM/IRM	Массовая часть для рецепта					
		1B	2B	3B	4B	5B	6B
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 маслonaполненных 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 маслonaполненных 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 $(50 \pm 5) ^\circ\text{C}$. 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 $(1,15 \pm 0,05)$ 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
<p>Примечания</p> <p>1 Ингредиенты вводят в смесь с постоянной скоростью по всей длине валка.</p> <p>2 Смесь не подрезают, если на поверхности валков или в запасе имеются ингредиенты, не вошедшие в смесь.</p> <p>3 Все ингредиенты, просыпавшиеся через валки, следует возвращать в смесь.</p>		

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.

Т а б л и ц а 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.

Т а б л и ц а 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 — $(1,7 \pm 0,1)$ Гц;
- амплитуда колебаний — $(1,00 \pm 0,02)$ °;
- чувствительность должна обеспечивать не менее 75 % полного смещения;
- температура полуформ — $(160,0 \pm 0,1)$ °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_s , 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.

Т а б л и ц а 7 — Прецизионность типа 2

Параметр	Единица измерения	Диапазон значений	Внутрилабораторная повторяемость, стандартное отклонение повторяемости			Межлабораторная воспроизводимость, стандартное отклонение воспроизводимости		
			S	$(r)^{a1}$	r	S_R	R	$(R)^{a1}$
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_{a1}	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
^{a1} Среднее значение интервала, используемого для расчета (r) и (R) . П р и м е ч а н и е — Используются следующие обозначения: S — 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	—	—
<p>Примечание — В настоящей таблице использованы следующие условные обозначения степени соответствия стандартов:</p> <ul style="list-style-type: none"> - 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)

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

Редактор *Л.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 60x84¹/₈. Гарнитура Ариал. Усл. печ. л. 1,86.
Уч.-изд. л. 1,30. Тираж 111 экз. Зак. 242.

ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.
www.gostinfo.ru info@gostinfo.ru
Набрано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» на ПЭВМ.
Отпечатано в филиале ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» — тип. «Московский печатник», 105062 Москва, Лялин пер., 6.