
ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО
ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ



НАЦИОНАЛЬНЫЙ
СТАНДАРТ
РОССИЙСКОЙ
ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р
54547—
2011

СМЕСИ РЕЗИНОВЫЕ

Определение вулканизационных характеристик
с использованием безроторных реометров

Издание официальное



Москва
Стандартинформ
2015

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 указанного в пункте 4 стандарта, 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. № 631-ст

4 Настоящий стандарт идентичен стандарту ASTM D 5289—2007a «Стандартный метод испытания каучука. Вулканизация с использованием реометров без ротора» (ASTM D 5289—2007a «Standard test method for rubber property — Vulcanization using rotorless cure meters»).

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

При применении настоящего стандарта рекомендуется использовать вместо ссылочного стандарта ASTM соответствующий ему в качестве национального стандарта Российской Федерации межгосударственный стандарт, сведения о котором приведено 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, 2015

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

Содержание

1 Область применения	1
2 Нормативные ссылки	1
3 Термины и определения	1
4 Сущность метода	3
5 Назначение метода испытания и его применение	4
6 Оборудование	4
7 Отбор проб	8
8 Образцы для испытаний	8
9 Проведение испытаний	8
10 Отчет	8
11 Прецизионность и систематическая погрешность	9
Приложение ДА (справочное) Сведения о соответствии ссылочного стандарта АСТМ ссылочному межгосударственному стандарту, действующему в качестве национального стандарта Российской Федерации	14

СМЕСИ РЕЗИНОВЫЕ

Определение вулканизационных характеристик
с использованием безроторных реометров

Rubber compounds.

Measurement of vulcanization characteristics using rotorless cure meters

Дата введения — 2013—07—01

1 Область применения

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

Примечание 1 — Альтернативный метод определения вулканизационных характеристик — по ASTM Д 2084.

1.2 В стандарте величины приведены в единицах СИ. Значения в скобках приведены для информации.

1.3 Настоящий стандарт не предусматривает все проблемы безопасности, связанные с его использованием. Пользователь настоящего стандарта несет ответственность за установление до начала его использования соответствующих правил безопасности и охраны здоровья, а также за применение нормативных ограничений.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

ASTM Д 1349—2009 Каучуки и резина. Стандартные температуры испытания (ASTM D 1349—2009, Practice for Rubber — Standard temperatures for testing)

ASTM Д 1566—2010 Терминология, касающаяся каучуков (ASTM D 1566—2010, Terminology relating to rubber)

ASTM Д 2084—2007 Методы испытания свойств каучуков. Вулканизация с использованием реометра с колеблющимся диском (ASTM D 2084—2007, Test method for rubber property — Vulcanization using oscillating disk cure meter)

ASTM Д 4483—2005a Руководство по оценке точности для стандартных методов испытаний в производстве каучуков, резин и технического углерода (ASTM D 4483—2005a, Practice for evaluating precision for test method standards in the rubber and carbon black manufacturing industries)

3 Термины и определения

3.1 В настоящем стандарте применены следующие термины с соответствующими определениями:

3.1.1 **безроторный реометр** (rotorless cure meter): Наименование класса реометра, в котором деформация испытуемого образца, приводящая к появлению крутящего момента или напряжения сдви-

га, осуществляется за счет движения одного из двух элементов (полуформ), формирующих образец. В безроторных реометрах отсутствует третий элемент конструкции в виде ротора (см. определения реометра в стандартах ASTM Д 1566 и ASTM Д 2084).

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

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

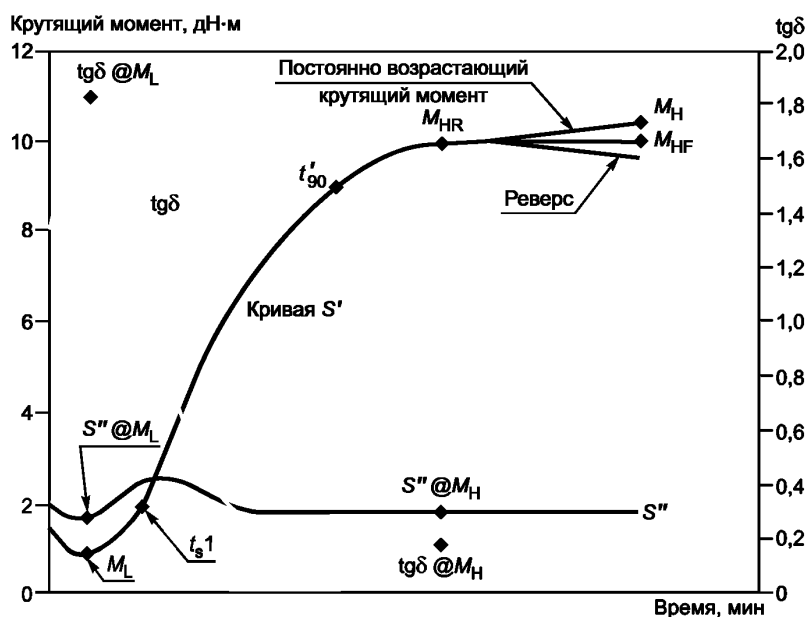


Рисунок 1 — Типичная вулканизационная кривая

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

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

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

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

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

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

Крутящий момент, деформация, дН·м

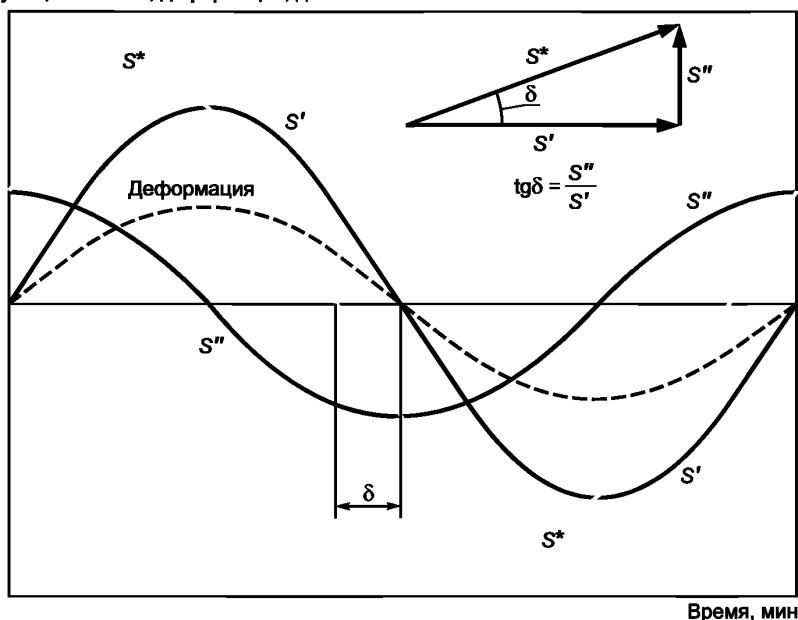


Рисунок 2 — Пример изменения крутящего момента в течение колебательного цикла

3.1.6 Зависимость между S^* , S' , S'' для любого колебательного цикла вычисляют по формуле

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

3.1.7 **угол сдвига фаз** (phase angle δ) & Для безроторных реометров сдвигового типа — угол сдвига между синусоидальной деформацией и S^* крутящего момента в течение колебательного цикла.

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

3.1.8.1 **обсуждение** (discussion): Зависимость между $\tan \delta$, S' , S'' приведена в формуле

$$\tan \delta = \frac{S''}{S'}. \quad (2)$$

3.1.9 Используя кривые S'' и $\tan \delta$ в виде функции времени, можно определять следующие показатели (см. рисунок 1):

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

3.1.9.2 $\tan \delta@M_L$ — значение $\tan \delta$ при измерении минимального крутящего момента S' .

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

3.1.9.4 $\tan \delta@M_H$ — значение $\tan \delta$ при достижении максимального крутящего момента S' .

4 Сущность метода

4.1 Образец испытуемой резиновой смеси помещают в камеру прибора, которая может быть закрыта или почти закрыта, и выдерживают при повышенной температуре. Камера образуется двумя полупоршнями, одна из которых колеблется с небольшой угловой амплитудой. Это вызывает в образце синусоидальную переменную деформацию кручения и синусоидальный сдвиговый крутящий момент, который зависит от жесткости (модуля сдвига) резиновой смеси.

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

5 Назначение метода испытания и его применение

5.1 Настоящий метод испытания применяют для определения вулканизационных характеристик вулканизуемых резиновых смесей.

5.2 Настоящий метод испытания можно использовать для контроля качества в процессе производства каучуков и резин, в научно-исследовательских и прикладных работах по оптимизации рецептур резин, а также для оценки различных материалов и ингредиентов, используемых при изготовлении резиновых смесей.

5.3 Благодаря отсутствию ротора, требующего нагревания, образец для испытания в безроторном реометре достигает необходимой температуры испытания за более короткий промежуток времени, кроме того, обеспечивается лучшее распределение температуры в образце, связанное с отсутствием ротора.

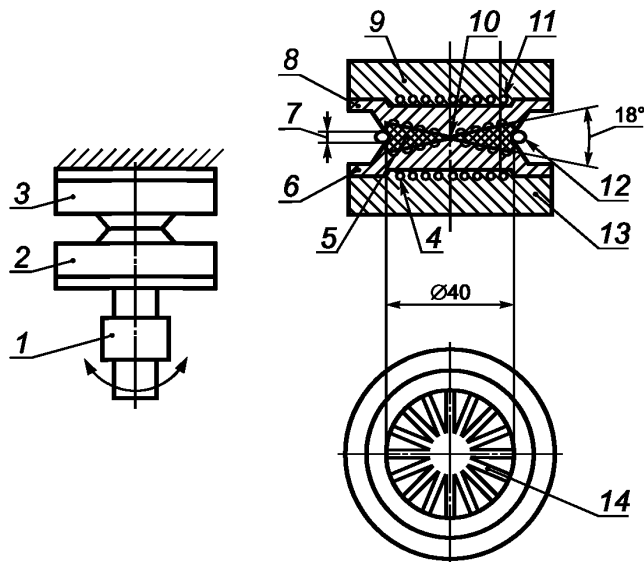
5.4 Разные производители выпускают безроторные реометры, имеющие свои особенности конструкции, что может приводить к различиям в измеренных на них значениях показателей, связанных с крутящим моментом и продолжительностью вулканизации, поэтому необходимо проводить оценку корреляции результатов испытаний, полученных на разных типах реометров для каждой испытываемой смеси и для каждого режима испытаний.

6 Оборудование

6.1 Используют безроторные реометры двух типов. В каждом из них одной из полуформ устанавливают колебание с небольшой амплитудой.

6.1.1 Безроторный реометр торсионного типа с негерметизированной камерой

С помощью данного типа реометра измеряют крутящий момент, создаваемый в образце за счет циклической угловой деформации постоянной амплитуды при не полностью закрытой испытательной камере [см. рисунок 3а)].



а) Принцип измерения

б) Испытательная камера

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

Рисунок 3 — Безроторный реометр с негерметично закрытой испытательной камерой

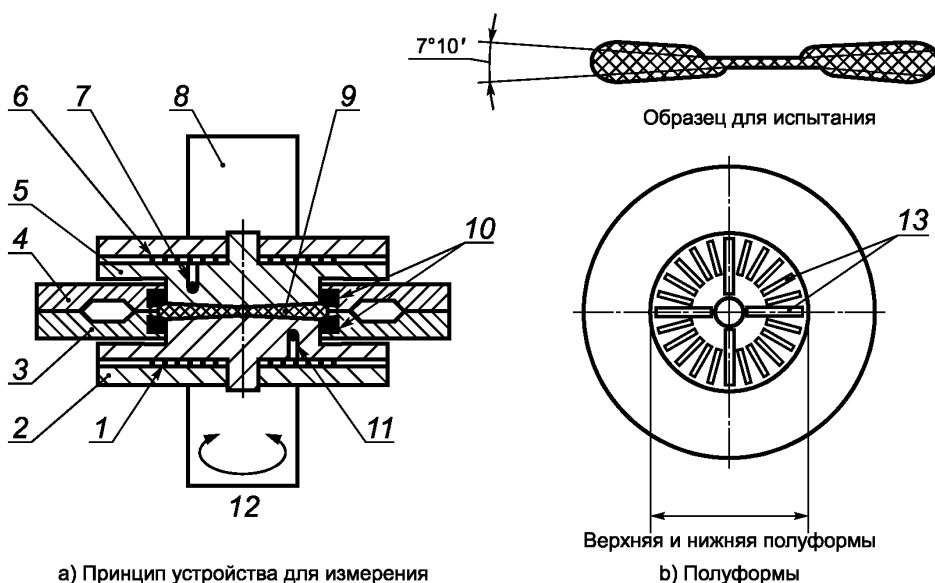
6.1.2 Безроторный реометр торсионного типа с герметизированной камерой

С помощью безроторного реометра с герметизированной камерой измеряют крутящий момент, возникающий в образце за счет циклической угловой деформации постоянной амплитуды в полностью закрытой и герметичной камере [рисунок 4а)].

6.2 Испытательная камера

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

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



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

Рисунок 4 — Типовой безроторный сдвиговый реометр с уплотнением

6.2.2 Зазор между кромками полуформ

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

6.2.3 Устройство для смыкания полуформ

Для смыкания полуформ используют пневматический цилиндр или другое устройство, обеспечивающее усилие закрытия и удержания их в сомкнутом состоянии во время испытания не менее 8,0 кН.

6.3 Система колебания полуформ

Указанная система передает угловое колебательное движение одной из полуформ в плоскости камеры.

6.3.1 Амплитуда колебаний должна быть от $\pm 0,1^\circ$ до $\pm 3,0^\circ$, предпочтительней $\pm 0,5^\circ$.

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

6.4 Устройство для измерения крутящего момента

С помощью указанного устройства измеряют крутящий момент.

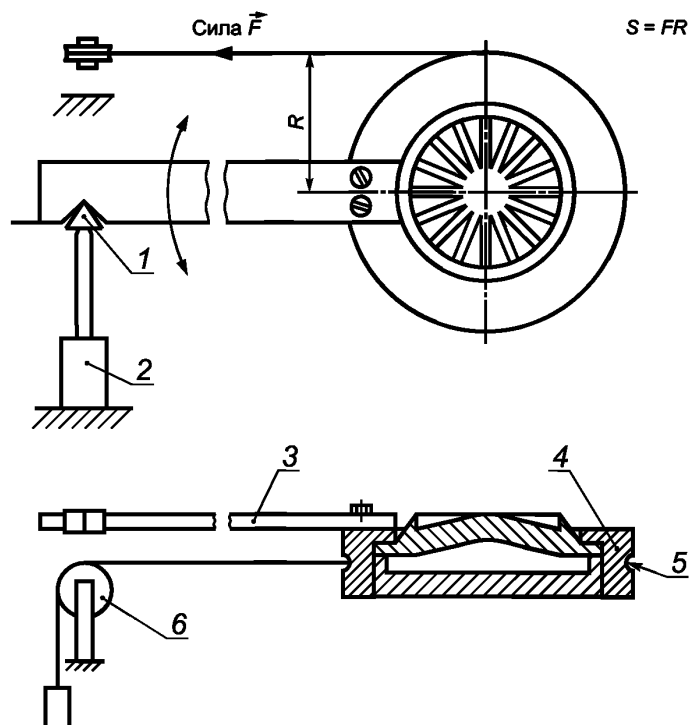
6.4.1 Устройство для измерения крутящего момента должно быть жестко связано с одной из полуформ, должно обладать незначительной деформацией и вызывать сигнал, пропорциональный крутящему моменту. Общая погрешность, складывающаяся из погрешности установки нуля, погрешностей чувствительности, линейности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

П р и м е ч а н и е 2 — Упругая деформация колебательной и измерительной систем не должна превышать 1 % амплитуды колебаний, в противном случае кривые вулканизации следует откорректировать.

6.4.2 Для регистрации сигнала с датчика измерения крутящего момента необходимо использовать записывающее устройство. Оно должно регистрировать крутящий момент S' , измеренный в точке максимальной амплитуды деформации, как функцию времени.

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

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



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

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

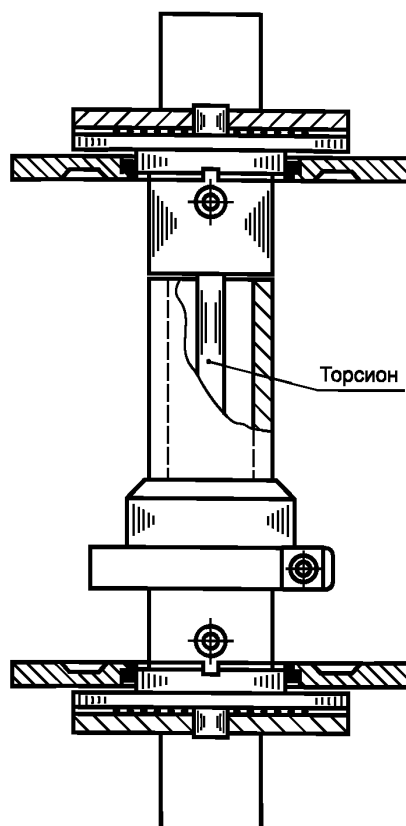


Рисунок 6 — Типовое калибровочное устройство для безроторного сдвигового реометра (торсион)

6.5.1 Для калибровки реометров торсионного типа применяют датчик перемещения или эталон крутящего момента.

6.5.1.1 Для проверки углового смещения датчик перемещения соединяют с помощью призматической опоры с рычагом, прикрепленным кодной из полуформ (см. рисунок 5). Систему измерения крутящего момента проверяют, используя груз, создающий усилие, соответствующее максимальному значению шкалы измерения. Груз присоединяют к полуформе с помощью троса и шкива.

При этом крутящий момент рассчитывают как произведение приложенной силы и радиуса плиты с полуформой, к которой крепят трос при калибровке.

6.5.1.2 При калибровке с использованием эталона крутящего момента (торсиона), представляющего собой стальной стержень с известным значением крутящего момента, его зажимают между колеблющейся и неподвижной полуформами и измеряют крутящий момент при выбранной амплитуде колебаний (см. рисунок 6). Изготовители устанавливают и указывают эталонное значение торсиона при соответствующей амплитуде для каждого отдельного торсиона.

Для каждого торсиона производитель устанавливает эталонные значения крутящего момента при соответствующих значениях углового смещения (амплитуды колебания).

6.6 Система контроля температуры

Метод контроля температуры на приборе должен обеспечивать следующие параметры, которые необходимы для получения воспроизводимой кривой кинетики вулканизации: время нагревания образца, температуру вулканизации, распределение температуры внутри образца и контроль заданной температуры. Указанная система контроля температуры должна поддерживать заданную температуру в диапазоне 110 °C—200 °C с точностью не менее $\pm 0,3$ °C.

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

6.6.2 После нагревания в течение всего времени испытания температура полуформ не должна меняться более чем на $\pm 0,3$ °C.

6.6.3 Распределение температуры внутри образца для испытания должно быть по возможности однородным. В зоне деформации среднее отклонение температуры испытания не должно превышать $\pm 1^\circ\text{C}$.

6.6.4 Температуру задают, ориентируясь на показания температурного датчика. Разность между заданной температурой и средней температурой образца не должна превышать 2°C .

6.6.5 Точность измерения температуры термодатчиком должна быть $\pm 0,3^\circ\text{C}$.

6.7 Стандартная температура испытания — 160°C . При необходимости испытания могут проводить при другой температуре. Температура — согласно АСТМ Д 1349.

7 Отбор проб

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

7.2 Проба должна быть однородной, должна иметь комнатную температуру и по возможности не содержать воздушных включений.

8 Образцы для испытаний

8.1 В зависимости от модели применяемого прибора рекомендуемый объем образца — $3\text{—}5\text{ см}^3$. Объем образца для испытаний должен немного превышать объем испытательной камеры, его определяют на основе предварительных испытаний. Обычно объем образца должен составлять 130 %—190 % от объема испытательной камеры. После того, как установлена необходимая масса образца, для получения воспроизводимых результатов испытания ее необходимо контролировать с точностью $\pm 0,5\text{ г}$.

8.2 Образец для испытания, отобранный из пробы, должен иметь округлую форму; его диаметр должен быть меньше, чем диаметр камеры используемого прибора.

9 Проведение испытаний

9.1 Подготовка к проведению испытания

Температуру обеих полуформ доводят до заданного значения при закрытой испытательной камере. При необходимости устанавливают системы измерения усилия или крутящего момента в нулевое положение.

9.2 Загрузка реометра

9.2.1 Открывают полуформы, выгружают предыдущий образец (если необходимо), помещают образец для испытания в камеру и смыкают полуформы. Эти операции продлевают в течение не более 20 с.

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

10 Отчет

10.1 Отчет должен содержать:

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

10.1.2 Метод испытания и условия проведения испытания.

10.1.2.1 Обозначение настоящего стандарта.

10.1.2.2 Тип и модель используемого реометра (безроторный с уплотнением или без уплотнения, изготовителя, варианты полуформ, при необходимости).

10.1.2.3 Амплитуду колебания полуформы в градусах.

10.1.2.4 Частоту колебаний в герцах.

10.1.2.5 Выбранный диапазон крутящего момента в дециньютон-метр.

10.1.2.6 Шкалу времени регистрирующего устройства.

10.1.2.7 Температуру вулканизации в градусах Цельсия.

10.1.2.8 Дату проведения испытания.

10.2 Приводимые в отчете результаты испытания выбирают обычно из следующих показателей (для руководства см. рисунок 1).

10.2.1 M_L — минимальный крутящий момент S' в дециньютон-метр.

10.2.2 Максимальный крутящий момент S' в дециньютон-метр.

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

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

10.2.2.3 M_H — максимальный крутящий момент S' , достигаемый в течение определенного промежутка времени в случае постоянно повышающейся кривой.

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

Примечание 3 — Если единицей измерения увеличения крутящего момента является фунт-дюйм вместо дН · м, то значение $t_s 1$ будет другое.

10.2.4 Время вулканизации (в минутах)

10.2.4.1 $t'x$ равно времени до x % увеличения крутящего момента S' или $t'x$ равно минутам до достижения крутящего момента S , рассчитанного по формуле

$$S = \left[M_L + \frac{x(M_H - M_L)}{100} \right]. \quad (3)$$

Этот показатель может обозначаться TC_x .

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

10.2.4.2 tx равно времени до увеличения крутящего момента S' на x % или минутам до достижения крутящего момента S' рассчитанного по формуле

$$S' = \left[\frac{xM_H}{100} \right]. \quad (4)$$

Примечание 5 — Это альтернативный метод определения времени вулканизации.

10.2.5 Показатель скорости вулканизации равен $100/(\text{время вулканизации} - \text{время подвулканизации})$.

10.2.6 P_{CR} (максимальная скорость вулканизации) — максимальный наклон кривой крутящего момента S' в виде функции времени, дН · м/мин. Это значение обычно измеряют, используя компьютерные данные.

10.2.7 P_{CR} время — время испытания, при котором достигается максимальная скорость вулканизации в минутах.

10.2.8 $t'10$ % возрастание — время, необходимое для повышения крутящего момента до 110 % от минимального значения. В некоторых случаях его можно использовать для измерения времени подвулканизации.

10.2.9 $S'' @ M_L$ — значение крутящего момента S'' при крутящем моменте S' , равном M_L .

10.2.10 $\text{tg } \delta @ M_L$ — значение $\text{tg } \delta$ при крутящем моменте S' , равном M_L .

10.2.11 $S'' @ M_H$ — значение крутящего момента S'' при крутящем моменте S' , равном M_H .

10.2.12 $\text{tg } \delta @ M_H$ — значение $\text{tg } \delta$ при крутящем моменте S' , равном M_H .

11 Прецизионность и систематическая погрешность

11.1 Настоящий раздел был подготовлен в соответствии с ASTM Д 4483. Термины и статистические данные приведены в ASTM Д 4483.

11.1.1 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 этих материалов с применением данного метода.

11.1.2 Прецизионность оценивалась на основе двух отдельных программ межлабораторных испытаний: программа 1 проводилась в 1989 г., программа 2 — в 2000 г. Каждая из указанных программ приведена ниже с указанием воспроизводимости и повторяемости, относящихся к обеим программам.

В соответствии с обеими программами оценку прецизионности типа 1 проводили с использованием полностью подготовленных образцов, направленных всем участникам испытаний.

11.1.3 Данный метод испытания предназначен для использования безроторных реометров самых разных конструкций, и тот факт, что приведенные данные получены с прибора одного производителя, не означает, что именно этот прибор лучше прибора другого изготовителя. Различные конструкции реометров разных производителей имеют специфические характеристики и могут давать разные результаты испытаний. Как отмечалось в разделе по подготовке отчета по настоящему методу испытания, такие отчеты должны включать в себя информацию о применяемом оборудовании.

11.2 Программа прецизионности 1

В соответствии с указанной программой тщательно готовили три резиновые смеси на основе SBR, SBR/NR полимеров, наполненных техническим углеродом, с вулканизационной системой на основе сульфенамида. Готовые образцы для испытания были разосланы в 11 лабораторий с указанием провести испытания на двух пробах каждой смеси в один день и повторить испытание после проверки калибровки в течение второго дня через неделю. Испытание проводили на безроторном реометре с уплотнением¹⁾, приведенном на рисунке 4, с типовыми полужормами при температуре 175 °С и с амплитудой колебания $\pm 0,5^\circ$. Результаты параллельных испытаний для каждого дня были усреднены для получения одного значения по каждому показателю для каждого из дней. Затем проводили анализ результатов первого и второго дней. В таблице 1 приведены результаты прецизионности по программе 1.

Т а б л и ц а 1 — Программа прецизионности 1^{A)}

Показатель	Среднее значение	Межлабораторная повторяемость			Внутрилабораторная воспроизводимость		
		S_r	r	(r)	S_R	R	(R)
Смесь А							
M_L , дН · м	1,35	0,007	0,02	1,4	0,071	0,20	14,8
M_H , дН · м	13,60	0,025	0,07	0,5	0,608	1,72	12,7
t_s 1, мин	1,55	0,009	0,02	1,6	0,065	0,18	11,8
t' 50, мин	3,10	0,007	0,03	0,8	0,061	0,17	5,6
t' 90, мин	4,93	0,015	0,04	0,9	0,147	0,42	8,5
Среднее значение		0,013	0,036	1,04	0,190	0,538	10,68
Смесь В							
M_L , дН · м	1,00	0,008	0,02	2,2	0,048	0,14	13,6
M_H , дН · м	10,17	0,024	0,07	0,7	0,478	1,35	13,3
t_s 1, мин	2,22	0,008	0,02	1,0	0,076	0,21	9,6
t' 50, мин	3,55	0,007	0,02	0,6	0,098	0,28	7,8
t' 90, мин	5,74	0,023	0,06	1,1	0,156	0,44	7,7
Среднее значение		0,014	0,036	1,12	0,171	0,484	10,40
Смесь С							
M_L , дН · м	1,50	0,011	0,03	2,1	0,076	0,22	14,3
M_H , дН · м	12,30	0,045	0,13	1,0	0,571	1,62	13,1
t_s 1, мин	1,80	0,011	0,03	1,7	0,063	0,18	9,9
t' 50, мин	3,34	0,009	0,03	0,8	0,098	0,28	8,3

¹⁾ Вулкаметр МДР-2000 фирмы Альфа Текнолоджис, 3030, Gilchrist Road, Akron, OH 44305 был использован всеми участниками во всех межлабораторных испытаниях. Имеется несколько других производителей безроторного вулканметра, но не было достаточного количества участников, использующих приборы других изготовителей, чтобы сделать статистически значимую выборку для расчета воспроизводимости и повторяемости.

Окончание таблицы 1

Показатель	Среднее значение	Межлабораторная повторяемость			Внутрилабораторная воспроизводимость		
		S_r	r	(r)	S_R	R	(R)
$t' 90$, мин	5,73	0,018	0,05	0,9	0,156	0,44	7,7
Среднее значение		0,019	0,054	1,30	0,193	0,548	10,66
^{A)} Настоящие значения — это значения для прецизионности типа 1, полученные на основе полностью приготовленных образцов для испытания (смеси готовили в одной лаборатории), которые затем распространяли среди лабораторий — участниц программы испытания. S_r — стандартное отклонение повторяемости в единицах измерения; r — повторяемость в единицах измерения; (r) — повторяемость в процентах относительных; S_R — стандартное отклонение воспроизводимости в единицах измерения; R — воспроизводимость в единицах измерения; (R) — воспроизводимость в процентах относительных.							

11.3 Программа прецизионности 2

В данной программе для испытания использовали четыре смеси. Смеси А, В и С — на основе SBR (наполненные техническим углеродом, с использованием сульфенамида в качестве вулканизующего агента, с увеличенным содержанием серы), смесь D — на основе фторкаучука. При испытании смеси D между образцом и полуформой прокладывали пленку. Все упомянутые смеси были тщательно перемешаны и подготовлены для проведения испытания.

Предварительно отобранные образцы (смеси А, В, С) были разосланы в 20 лабораторий, смесь D — в 12 лабораторий с указанием провести испытания на двух пробах каждой смеси в один день и затем после калибровки провести повторное испытание во второй день через неделю. Испытание проводили на безроторном реометре с уплотнением¹⁾, приведенном на рисунке 4, с типовыми полуформами при температуре 160 °С и с амплитудой колебания $\pm 0,5^\circ$.

Результаты параллельных испытаний для каждого дня были усреднены для получения одного значения по каждому показателю для каждого из дней. Затем проводили анализ результатов первого и второго дней. В таблице 2 приведены результаты прецизионности по программе 2.

Т а б л и ц а 2 — Программа прецизионности 2

Показатель	Среднее значение	Межлабораторная повторяемость			Внутрилабораторная воспроизводимость			Номер лабораторий ^{А), В)}
		S_r	(r)	r	S_R	R	(R)	
Смесь А								
M_L , дН · м	2,13	0,025	0,071	3,34	0,076	0,210	10,0	17
M_H , дН · м	14,43	0,176	0,49	3,42	0,548	1,53	10,6	17
t_{s1} , мин	3,14	0,055	0,15	4,90	0,095	0,270	8,47	16
$t' 50$, мин	5,37	0,091	0,25	4,73	0,204	0,572	10,7	19
$t' 90$, мин	10,34	0,172	0,48	4,66	0,586	1,64	15,9	19
$t' 10$, мин	3,26	0,048	0,14	4,14	0,085	0,240	7,29	16
Среднее значение		0,079	0,222	4,11	0,202	0,564	9,39	

¹⁾ Вулкаметр МДР-2000 фирмы Альфа Текнолоджис, 3030, Gilchrist Road, Akron, OH 44305 был использован всеми участниками во всех межлабораторных испытаниях. Имеется несколько других производителей безроторного вулкамента, но не было достаточного количества участников, использующих приборы других изготовителей, чтобы сделать статистически значимую выборку для расчета воспроизводимости и повторяемости.

Окончание таблицы 2

Показатель	Среднее значение	Межлабораторная повторяемость			Внутрилабораторная воспроизводимость			Номер лабораторий ^{А), В)}
		S_r	(r)	r	S_R	R	(R)	
Смесь В								
M_L , дН · м	2,00	0,021	0,059	2,93	0,067	0,19	9,3	18
M_H , дН · м	16,32	0,122	0,341	2,09	0,635	1,78	10,9	17
t_{s1} , мин	2,78	0,023	0,066	2,37	0,069	0,19	6,9	14
t' 50, мин	4,61	0,032	0,091	1,97	0,090	0,25	5,4	16
t' 90, мин	8,10	0,081	0,226	2,79	0,303	0,85	10,5	18
t' 10, мин	3,00	0,027	0,077	2,55	0,086	0,24	8,0	16
Среднее значение		0,045	0,127	2,38	0,189	0,530	8,1	
Смесь С								
M_L , дН · м	2,23	0,026	0,074	3,30	0,063	0,18	7,9	17
M_H , дН · м	10,68	0,118	0,329	3,08	0,391	1,10	10,3	17
t_{s1} , мин	6,25	0,126	0,359	5,75	0,228	0,64	10,2	17
t' 50, мин	5,37	0,091	0,254	4,73	0,204	0,57	10,7	19
t' 90, мин	10,31	0,156	0,438	4,25	0,583	1,63	15,8	19
t' 10, мин	5,81	0,106	0,297	5,12	0,157	0,44	7,56	18
Среднее значение		0,093	0,263	4,40	0,209	0,586	9,3	
Смесь D								
M_L , дН · м	2,19	0,0098	0,027	1,25	0,034	0,100	4,4	9
M_H , дН · м	31,52	0,245	0,685	2,17	0,536	1,50	4,8	9
t_{s1} , мин	2,56	0,027	0,076	2,97	0,107	0,300	11,7	9
t' 50, мин	4,98	0,061	0,170	3,42	0,119	0,333	6,7	11
t' 90, мин	7,32	0,117	0,327	4,47	0,322	0,901	12,3	8
t' 10, мин	3,76	0,065	0,183	4,87	0,082	0,230	6,1	10
Среднее значение		0,103	0,288	3,73	0,233	0,65	8,3	
^{А)} Окончательное число лабораторий, оставшихся в программе после удаления выбросов. Смеси А, В, С испытывали в 20 лабораториях.								
^{В)} Смесь D анализировали в 12 лабораториях.								
M_L — минимальный крутящий момент;								
M_H — максимальный крутящий момент;								
t_{s1} — время возрастания крутящего момента на 1 единицу измерения;								
t' 10, 50, 90 — время вулканизации 10 %, 50 %, 90 % соответственно от времени полной вулканизации;								
S_r — стандартное отклонение повторяемости;								
r — повторяемость в единицах измерения;								
(r) — повторяемость от среднего уровня в процентах;								
S_R — стандартное отклонение воспроизводимости;								
R — воспроизводимость в единицах измерения;								
(R) — воспроизводимость от среднего уровня в процентах.								

11.3.1 Анализ данных, полученных в соответствии с программой испытания 2, проводили после пересмотра АСТМ Д 4483 (см. версию 2004 г.). Пересмотренный стандарт содержит усовершенствованные методы идентификации резко отклоняющихся значений с последующим их исключением. Версия 2004 г. позволяет идентифицировать основную группу лабораторий, участвующих в любой меж лабора-

торной программе испытания, имеющих хороший контроль всех процедур испытания и являющихся образцом выполнения высококачественных испытаний в промышленности. Следует обратить внимание на то, что в последней графе таблицы 2 приведено число лабораторий, привлекаемых к расчетам прецизионности после удаления выбросов (резко отклоняющихся значений экспериментальных величин).

11.4 Прецизионность данного метода испытания может быть выражена в виде изложенных далее формулировок, которые используют соответствующее значение показателей r , R , (r) или (R) при принятии решения о результатах испытания. Это соответствующее значение является значением r или R , отвечающим среднему уровню свойства в таблицах 1 и 2, наиболее близкому к среднему уровню рассматриваемых результатов в установленное время для конкретного материала при обычном проведении испытаний.

11.4.1 Повторяемость

Повторяемость (*внутрилабораторная*) r методов испытаний была установлена в виде соответствующих значений, приведенных в таблицах 1 и 2. Два единичных результата испытаний, полученных при нормальном выполнении процедур данного метода испытания, расхождение между которыми превышает значение r , указанное в таблицах 1 и 2 (для любого данного уровня), следует рассматривать как относящиеся к различным, неидентичным наборам образцов.

11.4.2 Воспроизводимость (*межлабораторная*) R методов испытаний была установлена в виде соответствующих значений, указанных в таблицах 1 и 2. Два единичных результата испытаний, полученных в двух разных лабораториях, при нормальном выполнении процедур методов испытаний, расхождение между которыми превышает значение R , указанное в таблицах 1 и 2 (для любого данного уровня), следует рассматривать как относящиеся к различным, неидентичным наборам образцов.

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

11.5 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 стандарте методов испытания не существует эталонных значений, т. к. значения рассматриваемых показателей определяют только приведенными методами. Поэтому систематическая погрешность не может быть определена.

Приложение ДА
(справочное)

**Сведения о соответствии ссылочного стандарта ASTM ссылочному
межгосударственному стандарту, действующему в качестве национального стандарта
Российской Федерации**

Т а б л и ц а ДА.1

Обозначение ссылочного стандарта	Степень соответствия	Обозначение и наименование соответствующего национального стандарта
ASTM Д 1349	NEQ	ГОСТ 269—66 «Резина. Общие требования к проведению физико-механических испытаний»
ASTM Д 1566	—	*
ASTM Д 2084	—	*
ASTM Д 4483	—	*
* Соответствующий национальный стандарт отсутствует. До его утверждения рекомендуется использовать перевод на русский язык данного стандарта. Перевод данного стандарта ASTM находится в Федеральном информационном фонде технических регламентов и стандартов. П р и м е ч а н и е — В настоящей таблице использовано следующее условное обозначение степени соответствия стандарта: - NEQ — неэквивалентный стандарт.		

УДК 678.4:543.06:006.354

ОКС 83. 040.10

Л69

ОКСТУ 2509

Ключевые слова: смеси резиновые, реометр без ротора, вулканизационные характеристики

1005-6811-11