
МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)

INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ
СТАНДАРТ

ГОСТ
ISO 2475—
2013

КАУЧУК ХЛОРОПРЕНОВЫЙ (CR)

Методы оценки

(ISO 2475:2011, IDT)

Издание официальное



Москва
Стандартинформ
2014

Предисловие

Цели, основные принципы и порядок проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены ГОСТ 1.0—92 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2—2009 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Правила разработки, принятия, применения, обновления и отмены»

Сведения о стандарте

1 ПОДГОТОВЛЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК 160 «Продукция нефтехимического комплекса», Научно-производственным республиканским унитарным предприятием «Белорусский государственный институт стандартизации и сертификации» (БелГИСС) на основе собственного аутентичного перевода на русский язык международного стандарта, указанного в пункте 4

2 ВНЕСЕН Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии (Росстандарт)

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 27 сентября 2013 г. № 59-П)

За принятие проголосовали:

| Краткое наименование страны по МК (ИСО 3166) 004—97 | Код страны по МК (ИСО 3166) 004—97 | Сокращенное наименование национального органа по стандартизации |
|---|------------------------------------|---|
| Армения | AM | Минэкономики Республики Армения |
| Беларусь | BY | Госстандарт Республики Беларусь |
| Киргизия | KG | Кыргызстандарт |
| Молдова | MD | Молдова-Стандарт |
| Россия | RU | Росстандарт |
| Таджикистан | TJ | Таджикстандарт |

4 Настоящий стандарт идентичен международному стандарту ISO 2475:2011 Chloroprene rubber (CR) — General-purpose types — Evaluation procedure [Каучук хлоропреновый (CR). Основные типы. Методы оценки].

Международный стандарт разработан подкомитетом SC 3 «Сырье (включая латекс) для резиновой промышленности» технического комитета ISO/TC 45 «Каучук и резиновые изделия» Международной организации по стандартизации (ISO).

Перевод с английского языка (en).

Наименование настоящего стандарта изменено относительно наименования указанного стандарта для приведения в соответствие с ГОСТ 1.5—2001 (подраздел 3.6).

Официальные экземпляры международного стандарта, на основе которого подготовлен настоящий межгосударственный стандарт, и международных стандартов, на которые даны ссылки, имеются в Федеральном информационном фонде технических регламентов и стандартов.

В разделе «Нормативные ссылки» и тексте стандарта ссылки на международные стандарты актуализированы.

Сведения о соответствии межгосударственных стандартов ссылочным международным стандартам приведены в дополнительном приложении ДА.

Степень соответствия — идентичная (IDT)

5 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 14 марта 2014 г. № 145-ст межгосударственный стандарт ГОСТ ISO 2475—2013 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 января 2016 г.

6 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

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

© Стандартиформ, 2014

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

Содержание

| | |
|---|----|
| 1 Область применения | 1 |
| 2 Нормативные ссылки | 1 |
| 3 Отбор и подготовка проб для проведения испытаний | 2 |
| 4 Физические и химические методы испытаний каучука | 2 |
| 5 Приготовление резиновой смеси для оценки хлоропреновых каучуков, модифицированных серой | 2 |
| 6 Приготовление резиновой смеси для оценки хлоропреновых каучуков, модифицированных меркаптанами | 3 |
| 7 Приготовление резиновой смеси в закрытом микросмесителе (ММ) для оценки хлоропреновых каучуков, модифицированных серой или меркаптанами | 5 |
| 8 Определение вулканизационных характеристик на реометре | 6 |
| 9 Определение упругопрочностных свойств вулканизатов при растяжении | 6 |
| 10 Прецизионность | 6 |
| 11 Протокол испытаний | 6 |
| Приложение А (справочное) Показатели прецизионности | 8 |
| Приложение ДА (справочное) Сведения о соответствии межгосударственных стандартов ссылочным международным стандартам | 10 |
| Библиография | 11 |

КАУЧУК ХЛОРОПРЕНОВЫЙ (CR)

Методы оценки

Chloroprene rubber (CR). Evaluation methods

Дата введения — 2016—01—01

Предупреждение — Пользователи настоящего стандарта должны обладать навыками практической работы в лаборатории. Настоящий стандарт не предусматривает рассмотрение всех проблем безопасности, связанных с его применением. Пользователь настоящего стандарта несет ответственность за соблюдение техники безопасности, охрану здоровья, а также за соблюдение требований национального законодательства.

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на хлоропреновые каучуки (CR) и устанавливает физические и химические методы испытаний.

В стандарте приведены стандартные ингредиенты, стандартные рецептуры, используемое оборудование, режимы приготовления и вулканизации резиновых смесей для оценки вулканизационных характеристик.

В зависимости от типа регулятора полимеризации, используемого при получении, хлоропреновые каучуки подразделяют на три больших класса:

- а) каучуки, модифицированные серой;
- б) каучуки, модифицированные меркаптанами;
- с) каучуки, модифицированные другими продуктами.

Для каучуков класса с) можно использовать процедуру, предназначенную для каучуков класса а) или б).

2 Нормативные ссылки

Для применения настоящего стандарта необходимы следующие ссылочные документы. Для датированных ссылок применяют только указанное издание ссылочного документа, для недатированных ссылок применяют последнее издание ссылочного документа (включая все его изменения).

ISO 37 Rubber, vulcanized or thermoplastic — Determination of tensile stress-strain properties (Резина вулканизованная или термопластик. Определение упругопрочностных свойств при растяжении)

ISO 247 Rubber — Determination of ash (Резина. Определение золы)

ISO 248-1:2011 Rubber, raw — Determination of volatile-matter content — Part 1: Hot-mill method and oven method (Каучук. Определение содержания летучих веществ. Часть 1. Метод горячего вальцевания и метод с использованием термостата)

ISO 289-1 Rubber, unvulcanized — Determinations using a shearing-disc viscometer — Part 1: Determination of Mooney viscosity (Резина невулканизованная. Определения с использованием сдвигового вискозиметра. Часть 1. Определение вязкости по Муни)

ISO 1795 Rubber, raw natural and raw synthetic — Sampling and further preparative procedures (Каучук натуральный и синтетический. Отбор проб и дальнейшие подготовительные процедуры)

ISO 2393 Rubber test mixes — Preparation, mixing and vulcanization — Equipment and procedures (Смеси резиновые для испытаний. Приготовление, смешение и вулканизация. Оборудование и методы)

ISO 3417 Rubber — Measurement of vulcanization characteristics with the oscillating disc curemeter (Резина. Определение вулканизационных характеристик на реометре с колеблющимся диском)

ISO 6502 Rubber — Guide to the use of curemeters (Резина. Руководство по эксплуатации реометров)

ISO 23529 Rubber — General procedures for preparing and conditioning test pieces for physical test methods (Резина. Общие методы подготовки и кондиционирования образцов для физических методов испытаний)

3 Отбор и подготовка проб для проведения испытаний

3.1 Пробу массой приблизительно 1,5 кг отбирают по ISO 1795.

3.2 Подготовка пробы — по ISO 1795.

4 Физические и химические методы испытаний каучука

4.1 Определение вязкости по Муни

Вязкость по Муни определяют по ISO 289-1 на пробе, подготовленной в соответствии с 3.2. Результат записывают как ML (1 + 4) при температуре 100 °С.

4.2 Определение летучих веществ

Содержание летучих веществ определяют методом с применением термостата или методом горячего вальцевания по ISO 248-1 при температуре поверхности валков (50 ± 5) °С, если каучук имеет соответствующую форму (метод горячего вальцевания не применяют для каучуков в форме крошки или порошка).

4.3 Определение золы

Золу определяют по ISO 247.

5 Приготовление резиновой смеси для оценки хлоропrenoвых каучуков, модифицированных серой

5.1 Стандартная рецептура

Стандартная рецептура приведена в таблице 1.

Для приготовления смесей используют национальные или международные стандартные ингредиенты. Если стандартные ингредиенты отсутствуют, используют ингредиенты, согласованные между заинтересованными сторонами.

Т а б л и ц а 1 — Стандартная рецептура резиновой смеси для оценки хлоропrenoвых каучуков, модифицированных серой

| Наименование | Массовая часть |
|---|----------------|
| Хлоропrenoвый каучук (CR), модифицированный серой | 100,00 |
| Стеариновая кислота ^{a)} | 0,50 |
| Оксид магния ^{b)} | 4,00 |
| Технический углерод ^{c)} | 25,00 |
| Оксид цинка ^{d)} | 5,00 |
| Всего | 134,50 |

^{a)} См. ISO 8312.
^{b)} Поверхностная площадь оксида магния должна быть 130—200 м²/г. Оксид магния при контакте с воздухом поглощает воду и углекислый газ, что может повлиять на его активность в соединениях. Оксид магния хранят в сухом месте.
^{c)} Используют очередную партию контрольного промышленного технического углерода (IRB) или эквивалентный национальный или международный стандартный образец ингредиента.
^{d)} Класс В1а (см. ISO 9298:1995, приложение D).

5.2 Процедура

5.2.1 Оборудование и методы

Оборудование и методы подготовки, смешения ингредиентов и вулканизации смеси должны соответствовать ISO 2393.

5.2.2 Предварительная пластикация

5.2.2.1 Взвешивают 500 г хлоропренового каучука.

5.2.2.2 Устанавливают температуру поверхности валков $(50 \pm 5) ^\circ\text{C}$.

5.2.2.3 Вальцуют каучук при зазоре между валками 1,5 мм и включают таймер в момент образования ленты.

5.2.2.4 Устанавливают зазор между валками приблизительно 12 мм для поддержания обрабатываемого запаса смеси. Вальцуют каучук 6 мин, срезая его при необходимости для поддержания обрабатываемого запаса смеси и получения плотной ленты резиновой смеси.

5.2.2.5 Срезают каучук с валков вальцов и перед смешением охлаждают до температуры окружающей среды.

5.2.3 Смешение на вальцах

Масса загрузки ингредиентов в граммах для стандартных вальцов должна в четыре раза превышать массу, указанную в рецепте.

Температура поверхности валков при смешении должна быть $(50 \pm 5) ^\circ\text{C}$.

При смешении в зазоре между валками следует поддерживать хорошо обрабатываемый запас смеси. Если при установленном зазоре как указано ниже это не обеспечивается, регулируют зазор между валками.

| | Процедура смешения | Время обработки, мин |
|----|---|----------------------|
| a) | Вальцуют предварительно пластицированный каучук при установленном зазоре между валками 1,5 мм или при зазоре, обеспечивающем поддержание обрабатываемого запаса смеси | 1,0 |
| b) | Вводят стеариновую кислоту | 1,0 |
| c) | Медленно вводят оксид магния, равномерно распределяя его по всей ширине смеси. Обеспечивают его полное введение перед добавлением технического углерода | 2,0 |
| d) | Вводят технический углерод. Регулируют зазор между валками для поддержания обрабатываемого запаса смеси. Собирают весь материал, просыпавшийся на поддон вальцов, и вводят его в смесь | 5,0 |
| e) | Вводят оксид цинка | 2,0 |
| f) | Делают по три подреза на 3/4 валка с каждой стороны | 2,0 |
| g) | Срезают смесь с валков вальцов. Устанавливают зазор между валками 0,8 мм и пропускают шесть раз свернутую в рулон смесь перпендикулярно поверхности валков | 2,0 15,0 |
| h) | Листуют смесь до толщины приблизительно 6 мм и проводят контрольное взвешивание (см. ISO 2393). Если масса смеси отличается от расчетной более чем на плюс 0,5 % или минус 1,5 %, смесь бракуют и проводят повторное смешение. Отбирают достаточное количество смеси для испытаний на реометре. | |
| i) | Листуют смесь до толщины приблизительно 2,2 мм для подготовки пластин для испытаний или до требуемой толщины для подготовки образцов в форме колец по ISO 37. | |
| j) | Перед вулканизацией после смешения выдерживают смесь 2—24 ч по возможности при стандартной температуре и влажности по ISO 23529. | |

6 Приготовление резиновой смеси для оценки хлоропреновых каучуков, модифицированных меркаптанами

6.1 Стандартная рецептура

Стандартная рецептура приведена в таблице 2.

Для приготовления смесей используют национальные или международные стандартные ингредиенты. Если стандартные ингредиенты отсутствуют, используют ингредиенты, согласованные между заинтересованными сторонами.

Т а б л и ц а 2 — Стандартная рецептура резиновой смеси для испытаний хлоропреновых каучуков, модифицированных меркаптанами^{a)}

| Наименование | Массовая часть для рецепта | |
|--|----------------------------|--------|
| | А | В |
| Хлоропреновый каучук (CR), модифицированный меркаптанами | 100,00 | 100,00 |
| Оксид магния ^{b)} | 4,00 | 4,00 |
| Технический углерод ^{c)} | 25,00 | 25,00 |
| Оксид цинка ^{d)} | 5,00 | 5,00 |
| MTT 80 в полимерном связующем (вулканизирующее вещество) ^{e)} | 0,45 | — |
| Сера | — | 1,00 |
| Ди-орто-толилгуанидин (DOTG) ^{f)} | — | 1,00 |
| N-циклогексил-2-бензотиазилсульфенамид (CBS) | — | 1,00 |
| Всего | 134,45 | 137,00 |

^{a)} Для испытаний хлоропренового каучука (CR) в рецептуру резиновой смеси вместо этилентиомочевины, являющейся потенциальным канцерогеном, включают 3-метилтиазолидин-тион-2 (MTT) (рецептура А) или серу/DOTG/CBS (рецептура В).

^{b)} Поверхностная площадь оксида магния должна быть 130—200 м²/г. Оксид магния поглощает воду и углекислый газ при контакте с воздухом, это может повлиять на его активность в соединениях. Оксид магния хранят в сухом помещении.

^{c)} Используют очередную партию контрольного промышленного технического углерода (IRB) или эквивалентный национальный или международный стандартный образец ингредиента.

^{d)} Класс В1а (см. ISO 9298:1995, приложение D).

^{e)} MTT 80 можно приобрести в компании «Rhein Chemie Rheinau GmbH», Mülheimer Str. 24-28, D-68219 Mannheim 81, Германия. Информация приведена для удобства пользователей настоящего стандарта и не является рекламой данной продукции ISO.

^{f)} При определенных условиях DOTG может выделять о-толуидин, классифицируемый Международным агентством по изучению рака как канцероген. Следует избегать воздействия данных выбросов во время вулканизации смесей.

6.2 Процедура

6.2.1 Оборудование и методы

Оборудование и методы подготовки, смешения ингредиентов и вулканизации смеси должны соответствовать ISO 2393.

6.2.2 Предварительная пластикация

6.2.2.1 Взвешивают 500 г хлоропренового каучука.

6.2.2.2 Устанавливают температуру поверхности валков (50 ± 5) °С.

6.2.2.3 Вальцуют каучук при зазоре между валками 1,5 мм и включают таймер в момент образования ленты.

6.2.2.4 Устанавливают зазор между валками приблизительно 12 мм для поддержания обрабатываемого запаса смеси. Вальцуют каучук в течение 6 мин, срезая его при необходимости для поддержания обрабатываемого запаса смеси и получения плотной ленты резиновой смеси.

6.2.2.5 Срезают каучук с вальцов и охлаждают перед смешением до температуры окружающей среды.

6.2.3 Смешение на вальцах

Масса загрузки ингредиентов в граммах для стандартных вальцов должна в четыре раза превышать массу, указанную в рецептуре.

Температура поверхности валков при смешении должна быть (50 ± 5) °С.

При смешении в зазоре между валками следует поддерживать хорошо обрабатываемый запас смеси. Если при установленном зазоре как указано ниже это не обеспечивается, регулируют зазор между валками.

Процедура смешения

Время
обработки,
мин

- а) Вальцуют предварительно пластицированный каучук при установленном зазоре между валками 1,5 мм или при зазоре, обеспечивающем поддержание обрабатываемого запаса смеси

1,0

| | |
|--|------|
| b) Медленно вводят оксид магния, равномерно распределяя его по всей ширине смеси, обеспечивают его полное введение перед добавлением технического углерода | 2,0 |
| c) Вводят технический углерод. Регулируют зазор между валками для поддержания обрабатываемого запаса смеси. Собирают весь материал, просыпавшийся на поддон вальцов, и вводят его в смесь | 5,0 |
| d) Вводят оксид цинка | 2,0 |
| e) При использовании рецептуры А вводят МТТ 80 | 1,0 |
| При использовании рецептуры В вводят серу, DOTG и CBS | 2,0 |
| f) Делают по три подреза на 3/4 валка с каждой стороны | 2,0 |
| g) Срезают смесь с вальцов. Устанавливают зазор между валками 0,8 мм и пропускают шесть раз свернутую в рулон смесь перпендикулярно поверхности валков | 2,0 |
| Общее время: | |
| рецептура А | 15,0 |
| рецептура В | 16,0 |
| h) Листуют смесь до толщины приблизительно 6 мм и проводят контрольное взвешивание (см. ISO 2393). Если масса смеси отличается от расчетной более чем на плюс 0,5 % или минус 1,5 %, смесь бракуют и проводят повторное смешение. Отбирают достаточное количество смеси для испытаний на реометре. | |
| i) Листуют смесь до толщины приблизительно 2,2 мм для подготовки пластин для испытаний или до требуемой толщины для подготовки образцов в форме колец по ISO 37. | |
| j) Перед вулканизацией после смешения выдерживают смесь 2—24 ч по возможности при стандартной температуре и влажности по ISO 23529. | |

7 Приготовление резиновой смеси в закрытом микросмесителе (MIM) для оценки хлоропреновых каучуков, модифицированных серой или меркаптанами

7.1 Стандартные рецептуры

Стандартные рецептуры приведены в таблицах 1 и 2.

7.2 Процедура

7.2.1 Оборудование и методы

Оборудование и методы подготовки, смешения ингредиентов и вулканизации смеси должны соответствовать ISO 2393.

Примечание — Методы используют для обеих рецептур (таблицы 1 и 2).

7.2.2 Смешивают в камере закрытого микросмесителя при температуре $(60 \pm 3) ^\circ\text{C}$ и угловой скорости вращения ротора 6,3—6,6 рад/с (60—63 об/мин).

7.2.3 Предварительная пластикация

7.2.3.1 Разрезают каучук на маленькие кусочки, взвешивают соответствующее количество и загружают в смесительную камеру. Опускают затвор, включают таймер и пластицируют каучук в течение 6 мин.

7.2.3.2 Выключают роторы, поднимают затвор, извлекают смесительную камеру и выгружают каучук.

7.2.3.3 Охлаждают каучук до температуры окружающей среды, перед смешением взвешивают.

Масса загрузки ингредиентов в граммах для стандартных вальцов должна составлять 0,65 массы, указанной в рецептуре.

7.2.4 Смешение

| Процедура смешения | Время обработки, мин |
|---|----------------------|
| a) Загружают каучук в смесительную камеру, опускают затвор и включают таймер | 0 |
| b) Пластицируют каучук | 2 |
| c) Поднимают затвор и вводят, исключая потери, заранее смешанные порошкообразные ингредиенты с техническим углеродом (и вулканизирующим веществом согласно таблице 2). Очищают горловину смесителя и верхнюю часть затвора, опускают затвор и проводят смешение | 7 |
| Общее время | 9 |

- d) Выключают роторы, поднимают затвор, открывают смесительную камеру и выгружают смесь.
- e) Сразу пропускают смесь на вальцах при зазоре между валками 0,8 мм и температуре поверхности валков $(50 \pm 5) ^\circ\text{C}$.
- f) Пропускают шесть раз свернутую в рулон смесь перпендикулярно поверхности валков.
- g) Листуют смесь до толщины приблизительно 6 мм. Проводят контрольное взвешивание (см. ISO 2393). Если масса смеси отличается от расчетной более чем на 0,5 %, смесь бракуют и проводят повторное смешение. Отбирают достаточное количество смеси для испытаний на реометре.
- h) Листуют смесь до толщины приблизительно 2,2 мм для подготовки пластин для испытаний или до требуемой толщины для подготовки образцов в форме колец по ISO 37.
- i) Перед вулканизацией после смешения выдерживают смесь 2—24 ч по возможности при стандартной температуре и влажности по ISO 23529.

Примечание — При выгрузке смеси с очень высоким значением вязкости по Муни могут возникать затруднения (образование крошек).

8 Определение вулканизационных характеристик на реометре

8.1 Использование реометра с колеблющимся диском

Определяют стандартные характеристики M_L , M_H за определенное время t_{s1} , t'_c (50) и t'_c (90) по ISO 3417 при следующих условиях испытаний:

- частота колебаний: 1,7 Гц (100 циклов в мин);
- амплитуда колебаний: 1° дуги;
- чувствительность: выбирают для получения смещения не менее 75 % шкалы.

Примечание — Для некоторых каучуков не достигается смещение 75 %;

- температура полуформ: $(160,0 \pm 0,3) ^\circ\text{C}$;
- время предварительного прогрева — не нормируется.

8.2 Использование безроторного реометра

Определяют стандартные характеристики F_L , F_H за определенное время t_{s1} , t'_c (50) и t'_c (90) по ISO 6502 при следующих условиях испытаний:

- частота колебаний: 1,7 Гц (100 циклов в мин);
- амплитуда колебаний: $0,5^\circ$ дуги;
- чувствительность: выбирают для получения смещения не менее 75 % шкалы при F_H .

Примечание — Для некоторых каучуков не достигается смещение 75 %;

- температура полуформ: $(160,0 \pm 0,3) ^\circ\text{C}$;
- время предварительного прогрева — не нормируется.

9 Определение упругопрочностных свойств вулканизатов при растяжении

Вулканизуют пластины при температуре $150 ^\circ\text{C}$ в течение трех периодов, выбранных из серии 10, 20, 30, 40 и 60 мин. Вулканизацию также можно проводить при температуре $160 ^\circ\text{C}$, в этом случае рекомендуется среднее время вулканизации приблизительно t'_c (90).

Вулканизованные пластины выдерживают 16—96 ч по возможности при стандартной температуре и влажности по ISO 23529.

Упругопрочностные свойства вулканизатов при растяжении определяют по ISO 37.

Примечание — При сравнении упругопрочностных свойств заинтересованные стороны должны использовать одинаковые режимы вулканизации.

10 Прецизионность

Сведения о прецизионности приведены в приложении А.

11 Протокол испытаний

Протокол испытаний должен содержать:

- a) обозначение настоящего стандарта;

- b) подробную информацию для идентификации пробы;
- c) процедуру приготовления смесей по стандартным рецептурам;
- d) используемую рецептуру (А или В) при приготовлении смеси для оценки хлоропреновых каучуков, модифицированных меркаптанами;
- e) использованные стандартные образцы ингредиентов;
- f) метод определения летучих веществ (вальцевание или с применением термостата);
- g) время измерения M_n по разделу 8;
- h) обозначение стандарта на метод испытаний на реометре по разделу 8 (ISO 3417 или ISO 6502);
- i) температуру и время вулканизации по разделу 9;
- j) любые отклонения при испытаниях;
- k) процедуры, не предусмотренные настоящим стандартом или ссылочными стандартами, а также необязательные процедуры;
- l) результаты испытания с указанием единиц измерения;
- m) дату проведения испытания.

Приложение А
(справочное)

Показатели прецизионности

А.1 Общие положения

Повторяемость и воспроизводимость определяли по ISO/TR 9272:1986¹⁾.

А.2 Сведения о прецизионности

Программы межлабораторных определений прецизионности типа 2 были выполнены на смесях, приготовленных по рецептурам А и В в соответствии с таблицей 2 настоящего стандарта (смешение на вальцах). Повторяемость и воспроизводимость определяли в течение короткого периода времени — нескольких дней, разделяющих повторяющиеся испытания. За результат испытания принимали значение, полученное для одного определения (измерения) выбранного упругопрочностного свойства вулканизата, в соответствии с методом испытания.

Для определения прецизионности оценивали смеси, приготовленные по трем рецептурам на основе хлоропреновых каучуков (CR):

- CR, модифицированных серой;
- CR, модифицированных меркаптанами (рецептура А);
- CR, модифицированных меркаптанами (рецептура В).

Испытания CR, модифицированных серой, и CR, модифицированных меркаптанами (рецептура А), проводили в восьми лабораториях в два разных дня.

Испытания CR, модифицированных меркаптанами (рецептура В), проводили в пяти лабораториях в четыре разных дня.

В каждый из этих дней проводили повторные определения. Следовательно, оценка повторяемости содержит два недифференцированных источника изменчивости, т. е. повторные определения, проведенные в пределах одного дня и через несколько дней.

А.3 Показатели прецизионности

Значения показателей прецизионности приведены в таблице А.1.

Т а б л и ц а А.1 — Значения показателей прецизионности

| Показатель | Среднее значение | Внутрилабораторная прецизионность | | | Межлабораторная прецизионность | | |
|---|------------------|-----------------------------------|-------|-------|--------------------------------|-------|-------|
| | | s_i | r | (r) | s_R | R | (R) |
| Каучуки CR, модифицированные серой ¹⁾ | | | | | | | |
| M_L , дН · м | 5,7 | 0,28 | 0,80 | 14,0 | 1,16 | 3,24 | 56,7 |
| M_H , дН · м | 53,9 | 1,03 | 2,87 | 5,3 | 2,97 | 8,32 | 15,4 |
| t_{91} , мин | 2,1 | 0,22 | 0,61 | 28,6 | 0,51 | 1,43 | 66,7 |
| ζ (90), мин | 8,6 | 0,52 | 1,45 | 16,8 | 1,36 | 3,81 | 44,1 |
| Напряжение при удлинении 100 %, МПа | 3,0 | 0,10 | 0,27 | 9,0 | 0,17 | 0,48 | 16,1 |
| Напряжение при удлинении 300 %, МПа | 11,8 | 0,41 | 1,15 | 9,8 | 0,60 | 1,67 | 14,2 |
| Прочность при растяжении, МПа | 26,1 | 0,77 | 2,15 | 8,3 | 1,66 | 4,65 | 17,8 |
| Относительное удлинение при разрыве, % | 597 | 16,65 | 46,62 | 7,8 | 32,00 | 89,60 | 15,0 |
| Каучуки CR, модифицированные меркаптанами (рецептура А) ¹⁾ | | | | | | | |
| M_L , дН · м | 7,6 | 0,27 | 0,77 | 10,1 | 1,02 | 2,87 | 37,9 |
| M_H , дН · м | 47,5 | 0,69 | 1,93 | 4,1 | 3,31 | 9,27 | 19,5 |
| t_{91} , мин | 2,2 | 0,10 | 0,28 | 12,9 | 0,32 | 0,89 | 41,1 |
| ζ (90), мин | 10,7 | 0,87 | 2,43 | 24,6 | 2,47 | 6,91 | 69,8 |
| Напряжение при удлинении 100 %, МПа | 2,6 | 0,12 | 0,34 | 13,2 | 0,24 | 0,67 | 25,6 |
| Напряжение при удлинении 300 %, МПа | 14,5 | 0,69 | 1,94 | 13,4 | 1,18 | 3,31 | 22,8 |
| Прочность при растяжении, МПа | 24,3 | 1,24 | 3,48 | 14,2 | 1,51 | 4,23 | 17,4 |
| Относительное удлинение при разрыве, % | 441 | 23,58 | 66,03 | 15,0 | 34,17 | 95,67 | 21,7 |

¹⁾ Действует ISO/TR 9272:2005.

Окончание таблицы А.1

| Показатель | Среднее значение | Внутрилабораторная прецизионность | | | Межлабораторная прецизионность | | |
|---|------------------|-----------------------------------|-------|---------|--------------------------------|--------|---------|
| | | s_r | r | (r) | s_R | R | (R) |
| Каучуки CR, модифицированные меркаптанами (рецептура В) ^{а)} | | | | | | | |
| M_L , дН·м | 1,7 | 0,06 | 0,16 | 9,3 | 0,23 | 0,65 | 37,7 |
| M_H , дН·м | 27,8 | 0,40 | 1,14 | 4,1 | 2,55 | 7,23 | 26,0 |
| t_{s1} , мин | 2,2 | 0,11 | 0,31 | 14,2 | 0,28 | 0,80 | 36,6 |
| t_c (90), мин | 35,7 | 1,18 | 3,34 | 9,4 | 4,32 | 12,23 | 34,3 |
| Напряжение при удлинении 100 %, МПа | 3,5 | 0,26 | 0,75 | 21,4 | 0,50 | 1,42 | 40,8 |
| Напряжение при удлинении 300 %, МПа | 15,4 | 1,09 | 3,09 | 20,1 | 1,81 | 5,13 | 33,3 |
| Прочность при растяжении, МПа | 26,5 | 0,98 | 2,76 | 10,4 | 1,74 | 4,93 | 18,6 |
| Относительное удлинение при разрыве, % | 479 | 28,18 | 79,74 | 16,7 | 49,27 | 139,45 | 29,1 |
| <p>^{а)} Режим вулканизации: 160 °С в течение 15 мин. Испытания на реометре с колеблющимся диском.</p> <p>^{б)} Режим вулканизации: 160 °С в течение 20 мин. Испытания на безроторном реометре.</p> <p>Использованы следующие обозначения:</p> <p>s_r — стандартное отклонение повторяемости, в единицах измерения;</p> <p>r — повторяемость, в единицах измерения, — значение, ниже которого с установленной вероятностью находится абсолютная разность двух результатов испытаний, проведенных в одной лаборатории;</p> <p>(r) — повторяемость, % отн.;</p> <p>s_R — стандартное отклонение воспроизводимости, в единицах измерения;</p> <p>R — воспроизводимость, в единицах измерения, — значение, ниже которого с установленной вероятностью находится абсолютная разность двух результатов испытаний, проведенных в разных лабораториях;</p> <p>(R) — воспроизводимость, % отн.</p> | | | | | | | |

Повторяемость — результаты двух испытаний, полученные при применении одного и того же метода испытания на номинально идентичных испытуемых материалах в одних и тех же условиях (одни и те же оператор, оборудование и лаборатория) в течение установленного периода времени. Если нет других указаний, доверительная вероятность составляет 95 %.

Воспроизводимость — результаты двух испытаний, полученные при применении одного и того же метода испытания на номинально идентичных испытуемых материалах в разных условиях (разные операторы, оборудование и лаборатории) в течение установленного периода времени. Если нет других указаний, доверительная вероятность составляет 95 %.

Приложение ДА
(справочное)Сведения о соответствии межгосударственных стандартов ссылочным
международным стандартам

Таблица ДА.1

| Обозначение и наименование ссылочного международного стандарта | Степень соответствия | Обозначение и наименование соответствующего межгосударственного стандарта |
|--|----------------------|---|
| ISO 37:2011 Резина вулканизированная или термопластичная. Определение упругопрочностных свойств при растяжении | IDT | ГОСТ ISO 37—2013 Резина или термoplastик. Определение упругопрочностных свойств при растяжении |
| ISO 247:2006 Резина. Определение золы | IDT | ГОСТ ISO 247—2013 Каучук и резина. Определение золы |
| ISO 248-1:2011 Каучук. Определение содержания летучих веществ. Часть 1. Метод горячего вальцевания и метод с использованием термостата | IDT | ГОСТ ISO 248-1—2013 Каучук. Определение содержания летучих веществ. Часть 1. Метод горячего вальцевания и метод с использованием термостата |
| ISO 289-1:2005 Резина невулканизированная. Определения с использованием сдвигового вискозиметра. Часть 1. Определение вязкости по Муни | — | * |
| ISO 1795:2007 Каучук натуральный и синтетический. Отбор проб и дальнейшие подготовительные процедуры | NEQ | ГОСТ ИСО 1795—96 Каучук натуральный и синтетический. Отбор проб и дальнейшие подготовительные процедуры |
| ISO 2393:2008 Смеси резиновые для испытаний. Приготовление, смешение и вулканизация. Оборудование и методы | NEQ | ГОСТ 30263—96 Смеси резиновые для испытаний. Приготовление, смешение и вулканизация. Оборудование и методы |
| ISO 3417:2008 Резина. Определение вулканизационных характеристик на реометре с колеблющимся диском | — | * |
| ISO 6502:1999 Резина. Руководство по эксплуатации реометров | — | * |
| ISO 23529:2010 Резина. Общие методы подготовки и кондиционирования образцов для физических методов испытаний | IDT | ГОСТ ISO 23529—2013 Резина. Общие методы приготовления и кондиционирования образцов для определения физических свойств |
| <p>* Соответствующий межгосударственный стандарт отсутствует. До его утверждения рекомендуется использовать перевод на русский язык данного международного стандарта. Перевод данного международного стандарта находится в национальном органе по стандартизации.</p> <p>Примечание — В настоящей таблице использованы следующие условные обозначения степени соответствия стандартов:</p> <ul style="list-style-type: none"> - IDT — идентичные стандарты; - NEQ — неэквивалентные стандарты. | | |

Библиография

- [1] ISO 1629:1995 Rubber and latices — Nomenclature
(Каучук и латексы. Номенклатура)
- [2] ISO 6472:2010 Rubber compounding ingredients — Symbols and abbreviated terms
(Ингредиенты резиновой смеси. Символы и сокращенные термины)
- [3] ISO 8312:1999 Rubber compounding ingredients — Stearic acid — Definition and test methods
(Ингредиенты резиновой смеси. Стеариновая кислота. Определение и методы испытаний)
- [4] ISO/TR 9272:1986 Rubber and rubber products — Determination of precision for test method standards
(Резина и резиновые изделия. Определение прецизионности для стандартных методов испытаний)
- [5] ISO 9298:1995 Rubber compounding ingredients — Zinc oxide — Test methods
(Ингредиенты резиновой смеси. Оксид цинка. Методы испытаний)

Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *Е.Д. Дульнева*
Компьютерная верстка *В.И. Грищенко*

Сдано в набор 14.05.2014. Подписано в печать 26.05.2014. Формат 60×84¹/₈. Гарнитура Ариал. Усл. печ. л. 1,86.
Уч.-изд. л. 1,40. Тираж 38 экз. Зак. 2142.