
МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)
INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ
СТАНДАРТ

ГОСТ
ISO 4097—
2013

КАУЧУК ЭТИЛЕН-ПРОПИЛЕН-ДИЕНОВЫЙ (EPDM)

Методы оценки

(ISO 4097:2007, 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

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
Украина	UA	Минэкономразвития Украины

4 Настоящий стандарт идентичен международному стандарту ISO 4097:2007 Rubber, ethylene-propylene-diene (EPDM) — Evaluation procedure [Каучук этилен-пропилен-диеновый (EPDM). 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).

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. № 147-ст межгосударственный стандарт ГОСТ ISO 4097—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 резиновых смесей для оценки каучуков	2
6 Определение вулканизационных характеристик на реометре	6
7 Определение упругопрочностных свойств вулканизатов при растяжении.	7
8 Прецизионность	7
9 Протокол испытаний	9
Приложение ДА (справочное) Сведения о соответствии межгосударственных стандартов ссылочным международным стандартам	10
Библиография	11

КАУЧУК ЭТИЛЕН-ПРОПИЛЕН-ДИЕНОВЫЙ (EPDM)**Методы оценки**

Rubber, ethylene-propylene-diene (EPDM). 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 этилен-пропилен-диеновые каучуки, в том числе наполненные маслом, и устанавливает физические и химические методы испытаний.

В стандарте приведены стандартные ингредиенты, стандартные рецептуры, используемое оборудование, режимы приготовления и вулканизации резиновых смесей для определения упругопрочностных свойств вулканизатов при растяжении.

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 247:2006 Rubber — Determination of ash (Резина. Определение золы)

ISO 248 Rubber raw — Determination of volatile-matter content (Каучук. Определение содержания летучих веществ)¹⁾

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. 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)

¹⁾ Действует 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).

3 Отбор и подготовка проб для проведения испытаний

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

3.1 Лабораторную 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 по 3.2 (без вальцевания).

При вальцевании температура поверхности валков должна быть $(50 \pm 5) ^\circ\text{C}$ [для каучуков с низким значением вязкости по Муни возможно вальцевание при температуре $(35 \pm 5) ^\circ\text{C}$]. Информацию о вальцевании пробы указывают в протоколе испытаний. Регистрируют результат как ML (1 + 4) при температуре 125 °C, если между заинтересованными сторонами не была согласована другая температура испытаний (100 °C или 150 °C) и/или время проведения испытаний (1 + 8) мин.

4.2 Определение летучих вещества

Содержание летучих веществ определяют по ISO 248.

4.3 Определение золы

Золу определяют по ISO 247 (метод А или В).

5 Приготовление резиновых смесей для оценки каучуков

5.1 Стандартные рецептуры

В таблице 1 приведены 6 стандартных рецептур приготовления резиновых смесей:

- рецептура 1 — для EPDM каучуков, не наполненных маслом, с номинальным содержанием этилена не более 67 % масс.;

- рецептура 2 — для EPDM каучуков, не наполненных маслом, с номинальным содержанием этилена не менее 67 % масс.;

- рецептура 3 — для EPDM каучуков, не наполненных маслом, с низким значением вязкости по Муни;

- рецептура 4 — для маслonaполненных EPDM каучуков, содержащих не более 50 массовых частей масла на 100 массовых частей каучука;

- рецептура 5 — для маслonaполненных EPDM каучуков, содержащих от 50 до 80 массовых частей масла на 100 массовых частей каучука;

- рецептура 6 — для маслonaполненных EPDM каучуков, содержащих 80 или более массовых частей масла на 100 массовых частей каучука.

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

Т а б л и ц а 1 — Стандартные рецептуры резиновых смесей для оценки EPDM каучуков

Наименование	Рецептура					
	1	2	3	4	5	6
	Массовая часть					
Каучук EPDM	100,00	100,00	100,00	100,00 + x ^{a)}	100,00 + y ^{b)}	100,00 + z ^{c)}
Стеариновая кислота	1,00	1,00	1,00	1,00	1,00	1,00
Технический углерод ^{d)}	80,00	100,00	40,00	80,00	80,00	150,00
Масло ASTM, тип 103 ^{e)}	50,00	75,00	—	50,00 – x ^{a)}	—	—

Окончание таблицы 1

Наименование	Рецептура					
	1	2	3	4	5	6
	Массовая часть					
Оксид цинка	5,00	5,00	5,00	5,00	5,00	5,00
Сера	1,50	1,50	1,50	1,50	1,50	1,50
Тетраметилтиурамдисульфид (TMTD) ^{f)}	1,00	1,00	1,00	1,00	1,00	1,00
Меркаптобензотиазол (МБТ)	0,50	0,50	0,50	0,50	0,50	0,50
Всего	239,00	284,00	149,00	239,00	189,00 + y ^{b)}	259,00 + z ^{c)}

а) x — количество массовых частей масла на 100 массовых частей каучука для типа, содержащего не более 50 массовых частей масла.
 б) y — количество массовых частей масла на 100 массовых частей каучука для типа, содержащего от 50 до 80 массовых частей масла.
 в) z — количество массовых частей масла на 100 массовых частей каучука для типа, содержащего 80 или более массовых частей масла.
 г) Используют очередную партию контрольного промышленного технического углерода (IRB).
 е) Данное масло плотностью 0,92 г/см³ выпускает компания «Sun Refining and Marketing Company» и распространяется компанией «R. E. Carroll Inc.», 1570 North Olden Avenue Ext, Trenton, NJ 08638, USA. Зарубежные заказы следует направлять компании «Sunoco Overseas Inc.», 1801 Market Street, Philadelphia, PA 19103-1699, USA. Допускается использовать другие масла, но при этом могут быть получены разные результаты.
 ф) В качестве стандартного образца TMTD можно использовать IRM № 1, который можно приобрести в компании «Forcoven Products Inc.», 22010 E. Martin Dr., Porter, TX 77365, USA.

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 Методы смешения

5.2.2.1 Общие положения

Используют три альтернативных метода смешения:

- метод А — смешение в закрытом резиносмесителе;
- метод В — смешение на вальцах;
- метод С — смешение в закрытом резиносмесителе на начальной стадии и на вальцах — на завершающей стадии смешения.

П р и м е ч а н и е — Смешение этилен-пропилен-диеновых каучуков по стандартным рецептурам на вальцах выполнить труднее, чем смешение других каучуков, при использовании закрытого резиносмесителя получают лучшие результаты. В связи с затруднениями смешения EPDM на вальцах метод В рекомендуется использовать только при отсутствии закрытого резиносмесителя.

5.2.2.2 Метод А — смешение в закрытом резиносмесителе

5.2.2.2.1 Начальная стадия смешения

Процедура смешения

Время
обработки, мин

Общее время,
мин

- а) Регулируют температуру закрытого резиносмесителя так, чтобы в смесителе была достигнута температура 150 °С примерно через 5 мин. Закрывают дверцу загрузки смеси, устанавливают угловую скорость вращения ротора 8 рад/с (77 об/мин), включают ротор и поднимают затвор

0

0

ГОСТ ISO 4097—2013

- | | | | |
|----|---|--------------|-----|
| b) | Загружают каучук, оксид цинка, технический углерод, масло и стеариновую кислоту. Опускают затвор | 0,5 | 0,5 |
| c) | Проводят смешение | 2,5 | 3,0 |
| d) | Поднимают затвор, очищают горловину смесителя и верхнюю часть затвора. Опускают затвор | 0,5 | 3,5 |
| e) | Выгружают смесь, когда температура достигнет 150 °С или через 5 мин, в зависимости от того, что наступит раньше | Не более 1,5 | 5,0 |
| | Общее время (не более) | 5,0 | |
| f) | Сразу же пропускают смесь три раза на вальцах при зазоре между валками 2,5 мм и температуре поверхности валков (50 ± 5) °С. Проводят контрольное взвешивание смеси (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. | | |
| g) | После смешения выдерживают смесь от 30 мин до 24 ч по возможности при стандартной температуре и влажности в соответствии с ISO 23529. | | |

5.2.2.2.2 Завершающая стадия смешения

- | | Процедура смешения | Время обработки, мин | Общее время, мин |
|----|---|----------------------|------------------|
| a) | Устанавливают температуру камеры и роторов (40 ± 5) °С. Закрывают дверцу для загрузки смеси, включают ротор при угловой скорости вращения 8 рад/с (77 об/мин) и поднимают затвор | 0 | 0 |
| b) | Загружают половину смеси, приготовленной по 5.2.2.2.1, ускорители и серу, затем загружают оставшуюся половину смеси. Опускают затвор | 0,5 | 0,5 |
| c) | Выгружают смесь, когда температура достигнет 110 °С или общее время смешения будет 2 мин, в зависимости от того, что наступит раньше | Не более 1,5 | 2,0 |
| | Общее время, не более | 2,0 | |
| d) | Сразу пропускают смесь на вальцах при зазоре между валками 0,8 мм и температуре поверхности валков (50 ± 5) °С. | | |
| e) | Пропускают шесть раз свернутую в рулон смесь перпендикулярно поверхности валков. | | |
| f) | Листуют смесь до толщины приблизительно 6 мм. Проводят контрольное взвешивание смеси (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. | | |
| g) | 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) | После смешения выдерживают смесь от 30 мин до 24 ч по возможности при стандартной температуре и влажности по ISO 23529. | | |

5.2.2.3 Метод В — смешение на вальцах

Масса загрузки ингредиентов в граммах для стандартных вальцов должна в два раза превышать массу, указанную в рецептуре. Температура поверхности валков при смешении должна быть (50 ± 5) °С. Смешивают оксид цинка, стеариновую кислоту, масло и технический углерод в подходящем сосуде до введения в смесь (см. примечание ниже).

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	Общее время, мин
a) Вальцуют каучук на быстром валке вальцов при температуре поверхности валков (50 ± 5) °С и зазоре между валками 0,7 мм	1,0	1,0
b) Вводят равномерно вдоль валков с помощью шпателя смесь масла, технического углерода, оксида цинка и стеариновой кислоты	13,0	14,0
Примечание — При использовании рецептов 2, 4 и 5 можно оставить часть масла для введения по перечислению с).		
Процедуры по перечислениям b) + с)		
c) После введения половины смеси увеличивают зазор между валками до 1,3 мм и делают по одному подрезу на 3/4 валка с каждой стороны. Затем вводят оставшуюся смесь и увеличивают зазор между валками до 1,8 мм. После введения всей смеси делают по два подреза на 3/4 валка с каждой стороны. Обязательно вводят в смесь весь материал, просыпавшийся на поддон вальцов		
d) Вводят ускорители и серу равномерно по всей длине валков при зазоре между валками 1,8 мм	3,0	17,0
e) Делают по три подреза на 3/4 валка с каждой стороны с интервалом 15 с между подрезами	2,0	19,0
f) Срезают смесь с вальцов. Устанавливают зазор между валками 0,8 мм и пропускают шесть раз свернутую в рулон смесь перпендикулярно поверхности валков, вводя поочередно рулон то одним, то другим концом вперед	2,0	21,0
Общее время	21,0	
g) Листуют смесь до толщины приблизительно 6 мм. Проводят контрольное взвешивание смеси (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.		
h) 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) После смешения выдерживают смесь 2—24 ч по возможности при стандартной температуре и влажности по ISO 23529.		

5.2.2.4 Метод С — смешение в закрытом резиносмесителе на начальной стадии смешения и на вальцах — на завершающей стадии

5.2.2.4.1 Стадия 1 — начальное смешение

Процедура смешения	Время обработки, мин	Общее время, мин
a) Регулируют температуру закрытого резиносмесителя таким образом, чтобы температура 150 °С в смесителе была достигнута примерно через 5 мин. Закрывают дверцу для загрузки смеси, устанавливают угловую скорость вращения ротора 8 рад/с (77 об/мин), включают ротор и поднимают затвор	0	0
b) Загружают каучук, оксид цинка, технический углерод, масло и стеариновую кислоту. Опускают затвор	0,5	0,5

ГОСТ ISO 4097—2013

- | | | | |
|----|--|--------------|-----|
| c) | Проводят смешение | 2,5 | 3,0 |
| d) | Поднимают затвор, очищают горловину смесителя и верхнюю часть затвора. Опускают затвор | 0,5 | 3,5 |
| e) | Выгружают смесь после достижения температуры 150 °С или через 5 мин, в зависимости от того, что наступит раньше | Не более 1,5 | 5,0 |
| | Общее время, не более | 5,0 | |
| f) | Сразу пропускают смесь на вальцах три раза при зазоре между валками 2,5 мм и температуре поверхности валков (50 ± 5) °С. Проводят контрольное взвешивание смеси (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. | | |
| g) | После смешения выдерживают смесь от 30 мин до 24 ч по возможности при стандартной температуре и влажности по ISO 23529. | | |

5.2.2.4.2 Стадия 2 — завершающая стадия смешения на вальцах

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

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

	Процедура смешения	Время обработки, мин	Общее время, мин
a)	Устанавливают температуру поверхности валков (50 ± 5) °С и зазор между ними 1,5 мм. Вальцуют смесь на быстром валке и вводят серу и ускорители. Смесь не подрезают до тех пор, пока сера и ускорители полностью не войдут в смесь. Обязательно вводят в смесь весь материал, просыпавшийся на поддон вальцов	1,0	1,0
b)	Делают по три подреза на 3/4 валка с каждой стороны с интервалом 15 с между подрезами	2,0	3,0
c)	Срезают смесь с вальцов. Устанавливают зазор между валками 0,8 мм и пропускают шесть раз свернутую в рулон смесь перпендикулярно поверхности валков, вводя рулон поочередно то одним, то другим концом вперед	2,0	5,0
	Общее время	5,0	
d)	Листуют смесь до толщины приблизительно 6 мм. Проводят контрольное взвешивание смеси (см. ISO 2393). Если масса смеси отличается от расчетной более чем на плюс 0,5 % или минус 1,5 %, то смесь бракуют и проводят повторное смешение.		
e)	Отбирают достаточное количество смеси для испытаний на реометре.		
f)	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.		
g)	Выдерживают смесь от 2 до 24 ч после смешения по возможности при стандартной температуре и влажности по ISO 23529.		

6 Определение вулканизационных характеристик на реометре

Предупреждение — При вулканизации могут образовываться нитрозамины.

6.1 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: выбирается для получения смещения не менее 75 % шкалы;
- П р и м е ч а н и е — Для некоторых каучуков смещение 75 % не достигается.
- температура полуформ: (160,0 ± 0,3) °С;
 - время предварительного прогрева — не нормируется.

6.2 Использование безроторного реометра

Определяют стандартные характеристики F_L , F_{max} 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° дуги;
 - чувствительность: выбирается для получения смещения не менее 75 % шкалы при F_{max} ;
- П р и м е ч а н и е — Для некоторых каучуков смещение 75 % не достигается.
- температура полуформ: (160,0 ± 0,3) °С;
 - время предварительного прогрева — не нормируется.

7 Определение упругопрочностных свойств вулканизатов при растяжении

Предупреждение — При вулканизации могут образовываться нитрозамины.

Вулканизуют пластины при температуре 160 °С в течение трех периодов, выбранных из 10, 20, 30, 40 и 50 мин. Среднее время вулканизации выбирают из указанных выше значений таким образом, чтобы оно было близким к $t'_c(90)$. Три выбранных периода вулканизации должны включать подвулканизацию, оптимум и предельную степень вулканизации испытуемого материала.

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

Упругопрочностные свойства вулканизатов определяют по ISO 37.

8 Прецизионность

8.1 Общие положения

Показатели прецизионности при использовании закрытого резиносмесителя основаны на данных ASTM D 3568—03. Повторяемость и воспроизводимость определены по ISO/TR 9272:1986²⁾.

8.2 Данные о прецизионности

8.2.1 Смешение в закрытом резиносмесителе

Определяли прецизионность типа 2 (межлабораторную). В программе межлабораторных испытаний были использованы три марки каучука EPDM. Испытания проводили в 8 лабораториях в два разных дня, смеси готовили в закрытом резиносмесителе (метод А) с использованием международного стандартного образца технического углерода № 6 (IRB № 6). Испытания проводили только на реометре с колеблющимся диском.

8.2.2 Смешение на вальцах

Определяли прецизионность типа 2 (межлабораторную) измерения вулканизационных характеристик с использованием реометра с колеблющимся диском. В программе межлабораторных испытаний была использована одна марка каучука EPDM. Испытания проводили в 8 лабораториях в три разных дня, смеси готовили на вальцах (метод В).

8.3 Показатели прецизионности

Показатели прецизионности приведены в таблицах 2 и 3, использованы следующие обозначения.

²⁾ Действует ISO/TR 9272:2005.

ГОСТ ISO 4097—2013

g — повторяемость, в единицах измерения, — значение, ниже которого с установленной вероятностью находится абсолютная разность двух результатов испытаний, проведенных в одной лаборатории.

(r) — повторяемость, % отн.

Повторяемость — результаты двух испытаний, полученные с использованием одного и того же метода 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 %.

R — воспроизводимость, в единицах измерения, — значение, ниже которого с установленной вероятностью находится абсолютная разность двух результатов испытаний, проведенных в разных лабораториях.

(R) — воспроизводимость, % отн.

Воспроизводимость — результаты двух испытаний, полученные при применении одного и того же метода 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 %.

Т а б л и ц а 2 — Показатели прецизионности типа 2 определения вулканизационных характеристик (смещение в закрытом резиносмесителе)

Характеристика	Диапазон значений ^{а)}	Внутрилабораторная прецизионность			Межлабораторная прецизионность		
		s_r	r	(r)	s_R	R	(R)
M_H , дН·м	От 6,7 до 12,4 включ.	0,50	1,42	14,8	1,24	3,51	36,6
M_L , дН·м	» 32,7 » 46,9 »	1,29	3,65	9,2	3,66	10,4	26,1
t_{s1} , мин	» 2,2 » 2,7 »	0,11	0,31	12,4	0,38	1,08	43,2
$t'_c(90)$, мин	» 12,6 » 15,6 »	0,64	1,81	12,8	1,20	3,40	24,1

^{а)} Измерения проводили при следующих условиях испытаний: 160 °С, 1,7 Гц, амплитуде дуги 1°. Для вычисления (r) и (R) было использовано среднее значение диапазона.

П р и м е ч а н и е — Использованы следующие обозначения:
 s_r — стандартное отклонение повторяемости, в единицах измерения;
 s_R — стандартное отклонение воспроизводимости, в единицах измерения.

Т а б л и ц а 3 — Показатели прецизионности типа 2 определения вулканизационных характеристик (смещение на вальцах)

Характеристика	Среднее значение ^{а)}	Внутрилабораторная прецизионность			Межлабораторная прецизионность		
		s_r	r	(r)	s_R	R	(R)
M_H , дН·м	7,00	0,54	1,51	21,57	1,49	4,19	59,86
M_L , дН·м	46,09	1,06	2,96	6,42	2,41	6,74	14,62
t_{s1} , мин	2,23	0,05	0,14	6,72	0,25	0,69	30,94
$t'_c(50)$, мин	4,43	0,18	0,49	11,06	0,27	0,75	16,93
$t'_c(90)$, мин	13,47	0,45	1,25	9,28	0,95	2,67	19,82

^{а)} Измерения проводили при следующих условиях испытаний: 160 °С, 1,7 Гц, амплитуде 1° дуги. Для вычисления (r) и (R) было использовано среднее значение диапазона.

П р и м е ч а н и е — Использованы следующие обозначения:
 s_r — стандартное отклонение повторяемости, в единицах измерения;
 s_R — стандартное отклонение воспроизводимости, в единицах измерения.

9 Протокол испытаний

Протокол испытаний должен содержать:

- a) обозначение настоящего стандарта;
- b) информацию, необходимую для идентификации пробы;
- c) время и температуру определения вязкости по Муни, а также информацию о вальцевании (при использовании);
- d) метод определения золы (метод А или В по ISO 247);
- e) использованную стандартную рецептуру;
- f) использованные стандартные образцы;
- g) процедуру смешения по 5.2.2;
- h) время кондиционирования по 5.2.2.2.1g), или 5.2.2.2.2i), или 5.2.2.3j), или 5.2.2.4.1g) и 5.2.2.4.2g);
- i) информацию по разделу 6:
 - тип используемого реометра;
 - обозначение стандарта (ISO 3417 или ISO 6502);
 - время измерения M_H или F_{max} ;
 - амплитуду колебаний при испытаниях с использованием реометра;
- j) периоды вулканизации (раздел 7);
- k) любые отклонения при испытаниях;
- l) процедуры, не предусмотренные настоящим стандартом или ссылочными стандартами, а также необязательные процедуры;
- m) результаты испытания с указанием единиц измерения;
- n) дату проведения испытания.

**Приложение ДА
(справочное)**

**Сведения о соответствии межгосударственных стандартов ссылочным
международным стандартам**

Т а б л и ц а ДА.1

Обозначение и наименование ссылочного международного стандарта	Степень соответствия	Обозначение и наименование соответствующего межгосударственного стандарта
ISO 37:2011 Резина вулканизованная или термопластик. Определение упругопрочностных свойств при растяжении	IDT	ГОСТ ISO 37—2013 Резина или термопластик. Определение упругопрочностных свойств при растяжении
ISO 247:2006 Резина. Определение золы	IDT	ГОСТ ISO 247—2013 Резина и каучук. 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 невулканизованная. 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 испытания. Приготовление, смешение и вулканизация. Оборудование и методы	NEQ	ГОСТ 30263—96 Смеси резиновые для испытания. 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 процедуры 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 Федеральном информационном фонде технических регламентов и стандартов.</p> <p>П р и м е ч а н и е — 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 1382:2012 Rubber — Vocabulary
(Резина. Словарь)
- [2] ISO 6472:2010 Rubber compounding ingredients — Symbols and abbreviated terms
(Ингредиенты резиновой смеси. Символы и сокращенные термины)
- [3] ISO/TR 9272:2005 Rubber and rubber products — Determination of precision for test method standards
(Резина и резиновые изделия. Определение прецизионности для стандартных методов испытаний)
- [4] ASTM D 88—07(2013) Standard test method for saybolt viscosity
(Стандартный метод определения условной вязкости по Сейболту)
- [5] ASTM D 2161—10 Standard practice for conversion of kinematic viscosity to Saybolt universal viscosity or to Saybolt Furol viscosity
(Стандартная практика пересчета кинематической вязкости в вязкость по универсальному вискозиметру Сейболта или вязкость по Сейболту-Фуролю)
- [6] ASTM D 3568—03(2013) Standard test methods for rubber — Evaluation of EPDM (Ethylene propylene diene terpolymers) including mixtures with oil
[Стандартные методы испытаний каучука. Оценка EPDM (тройного сополимера этилена, пропилена и диена), включая смеси с маслом]

Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *В.И. Варенцова*
Компьютерная верстка *А.Н. Золотаревой*

Сдано в набор 15.05.2014. Подписано в печать 28.05.2014. Формат 60×84 $\frac{1}{8}$. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,86. Уч.-изд. л. 1,35. Тираж 38 экз. Зак. 2177.

Издано и отпечатано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.
www.gostinfo.ru info@gostinfo.ru